



Hammastekniikan opinnäytetyö

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Hammastekniikan
koulutusohjelma,
hammasteknikko
Opinnäytetyö
30.9.2008

Miia Berg-Määttä
Marietta Gaez Caceres
Helena Oksa

OPINNÄYTETYÖ

Zirkonian pintakäsittelyn vaikutus
sen mekaanisiin ominaisuuksiin
ja posliinisidokseen

Miia Berg-Määttä 0502977

Marietta Gaez Caceres 0502979

Helena Oksa 0502980

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Mannerheimintie 172

Hammasteknikko (AMK), SM05S1

Opinnäytetyö

30.9.2008

Ohjaajat: Heimo Lehtimäki/AMK
Lippo Lassila/TYHL
Milla Lahdenperä/TYHL

Koulutusohjelma Hammastekniikka		Suuntautumisvaihtoehto Hammasteknikko
Tekijä/Tekijät Miia Berg-Määttä, Marietta Gaez Caceres ja Helena Oksa		
Työn nimi Zirkonian pintakäsittelyn vaikutus sen mekaanisiin ominaisuuksiin ja posliinisidokseen		
Työn laji Opinnäytetyö	Aika Syksy 2008	Sivumäärä 49 + 8 liitettä
<p>TIIVISTELMÄ</p> <p>Tutkimuksen tarkoitus: Valmistettaessa kokokeraamista proteesia zirkoniasta joudutaan sintrattua zirkoniarunkoa usein viimeistelemaan esimerkiksi poraamalla. On huomattu, että osa laboratoriossa käytettävistä pintakäsittelymenetelmistä vahvistaa ja osa puolestaan heikentää zirkonian mekaanisia ominaisuuksia. Lisäksi zirkoniarungon päälle kerrostettu posliini saattaa irrota mekaanisessa rasituksessa, jolloin tapahtuu niin sanottu ”chipping-ilmiö”. Tämän tutkimuksen tarkoituksena oli löytää optimaalinen pintakäsittelymenetelmä, joka sekä vahvistaa zirkonian mekaanisia ominaisuuksia että luo vahvan sidoksen zirkonian ja posliinin välille.</p> <p>Materiaalit ja menetelmät: Tutkimuksessa käytettiin Zirkozahnin zirkoniaa, josta valmistettiin kaikki koekappaleet. Testausmenetelmiä oli neljä: 3-pistetäivutus, biaxiaalinen, push out ja microtensile. Zirkonian taivutuslujuusmittauksia varten koekappaleet jaettiin yhdeksään eri pintakäsittelyryhmään, jotka olivat pintakäsittelymätön kontrolliryhmä, alumiinioksidi 50µm, Rocatec 30µm, Rocatec 105µm, mikromoottori, turbiini, hiekkapaperihionta, timanttipasta ja höyrypesu. Jokaisen pintakäsittelymenetelmän pintastruktuuria tarkasteltiin pinnankarkeusmittarilla sekä pyyhkäisyelektronimikroskoopilla (SEM). Push out- ja microtensile-koekappaleiden valmistuksessa käytettiin kahden eri valmistajan posliinia: Zirkozahnin Ice Zirkonia Keramik ja GC:n Initial Zr. Zirkonian ja posliinin sidosljuustestauksia varten koekappaleet jaettiin kolmeen eri pintakäsittelyryhmään, jotka olivat kontrolli, alumiinioksidi 50µm ja Rocatec 30µm. Tulokset analysoitiin käyttäen ANOVA- ja Tukey post hoc -menetelmiä.</p> <p>Tulokset: Mikromoottoria lukuunottamatta kaikki pintakäsittelymenetelmät vahvistivat zirkoniaa. Alumiinioksidi 50µm, Rocatec 30µm ja hiekkapaperihionta antoivat parhaimmat taivutuslujuustulokset. Pinnankarkeusmittauksissa turbiiniryhmä sai suurimmat karkeusarvot. Tästä huolimatta kyseinen ryhmä sai paremmat taivutuslujuusarvot kuin kontrolliryhmä. Timanttipastaryhmä, jolla oli hienoin pintastruktuuri, ei kuitenkaan saavuttanut keskivertoa parempia tuloksia. Tästä voidaan päätellä, että pinnankarkeus ei ole suoraan verrannollinen taivutuslujuuteen. Parhaimmat sidosljuusmittaustulokset saatiin ryhmistä GC Initial Zr/Rocatec 30µm ja Ice Zirkonia Keramik/alumiinioksidi 50µm. Tasaisimmat tulokset saavutettiin GC Initial Zr -posliiniryhmissä. Microtensile-testituloksia ei päästy arvioimaan koekappaleiden valmistuksessa ilmenneiden teknisten ongelmien vuoksi.</p> <p>Yhteenveto: Pääsääntöisesti kaikki käytetyt pintakäsittelymenetelmät vahvistavat zirkonian mekaanisia ominaisuuksia. Laboratoriotyöskentelyssä yleisesti käytetty mikromoottorikäsitteily ei ole suositeltavaa sen heikentävän vaikutuksen vuoksi. Kerrostettaessa Ice Zirkonia Keramik -posliinilla suositellaan zirkoniale alumiinioksidi 50µm -pintakäsittelyä. Vastaavasti käytettäessä GC:n Initial Zr -posliinia suositellaan pintakäsittelymenetelmäksi Rocatec 30µm -hiekkapuhallusta.</p>		
Avainsanat zirkonia, zirkoniumdioksidi, Y-TZP, faasimuutos, monokliininen, tetragonaalinen, kuutiollinen, sintraus, 3-pistetäivutus, biaxiaalinen, push out, microtensile, pintakäsittely, mekaaniset ominaisuudet, taivutuslujuus, sidosljuuus, koekappale		

Degree Programme in Dental Technology		Degree Bachelor of Health Care (Dental Technologist)	
Author/Authors Miia Berg-Määttä, Marietta Gaez Caceres and Helena Oksa			
Title Effect of Zirconia Surface Treatments on its Mechanical Properties and Ceramic Bonding			
Type of Work Final Project	Date Autumn 2008	Pages 49 + 8 appendices	
<p>ABSTRACT</p> <p>The aim of this study: When preparing dental prosthesis using zirconia as framework, the sintered zirconia usually has to be milled with a bur. Some of the methods that are used in laboratories make the frame stronger while some methods seem to decrease the mechanical properties of zirconia. The problem is that in many ceramic restorations a chipping phenomenon occurs, whereby the ceramics simply chip off the zirconia surface. The aim of this study was to find an optimal surface treatment of the material that both increases the strength and gives the best bond strength between zirconia and ceramics.</p> <p>Material and Methods: In this investigation the commercial zirconia by Zirkozahn, Italy was used. Four testing methods were used: 3-point bending, biaxial, push out and microtensile. Flexural strength testing consisted of nine surface treatment groups: control, aluminiumoxide 50µm, Rocatec 30µm, Rocatec 105µm, micromotor, turbine, sandpaper, diamond paste and steam washed. Specimens from each group were examined with a surface roughness tester and a scanning electron microscope (SEM). For ceramic veneered push out and microtensile tests, two commercial ceramics were used: Ice Zirkonika Keramik by Zirkozahn and Initial Zr by GC. The specimens were divided into three groups with different surface treatments: control, aluminiumoxide 50µm and Rocatec 30µm. Finally, all data were statistically analyzed using ANOVA and Tukey post hoc tests.</p> <p>Results: The tests showed that all the surface treatment methods, except the micromotor, strengthened zirconia. Aluminiumoxide 50µm, Rocatec 30µm and grinding with sandpaper gave the best flexural strength values. The turbine group obtained the highest values when measuring surface roughness. In spite of this, this group achieved better flexural strength values than the control group. The diamond paste group had the smoothest surface structure, but did not gain higher than average values. Thus, it can be concluded, that surface roughness of zirconia does not correlate with flexural strength. The groups GC Initial Zr/Rocatec 30µm and Ice Zirkonika Keramik/aluminiumoxide 50µm showed the best tensile strength values and the most uniform values were found in groups veneered with GC Initial Zr porcelaine. The test results of the microtensile group could not be evaluated, because of technical problems that turned up during the manufacture of the specimens.</p> <p>Conclusions: On the whole, all the surface treatment methods used in this research were found to reinforce the mechanical properties of zirconia. The micromotor surface treatment which is commonly used in laboratories cannot be recommended because of its weakening impact on zirconia. Using Ice Zirkonika Keramik as a veneering ceramic, the aluminiumoxide 50µm is recommended as surface treatment. Correspondingly, when using GC Initial Zr ceramic, sandblasting with Rocatec 30µm is recommended.</p>			
<p>Keywords zirconia, zirconiumdioxide, Y-TZP, monoclinic, tetragonal, cubic, sintering, 3-point bending test, biaxial test, push out test, microtensile test, surface treatment, mechanical properties, flexural strength, bond strength, specimen</p>			

SISÄLLYS

1	JOHDANTO	1
2	TUTKITTAVA MATERIAALI	1
2.1	Zirkonia yleistyy	4
3	YLEISTÄ TIETOA KIINTEÄSTÄ PROTETIIKASTA	5
3.1	Historia	5
4	METALLOKERAAMISET KRUUNUT	9
4.1	Kullan ja posliinin välinen sidos	9
5	ZIRKONIAN OMINAISUUDET	10
6	AIEMMIN TUTKITTUA	12
6.1	Zirkoniatutkimuksia	13
6.1.1	Mitä zirkoniasta tiedetään?	13
6.1.2	Yksi-faasinen tetragonaalinen zirkonia polykristalli (TZP)	15
6.1.3	Vahvistusmenetelmiä	16
6.1.4	Materiaalin pitkäikäisyys	17
6.2	Posliinilla kerrostetun zirkonian kestävyystutkimuksia	17
6.2.1	Zirkonian paksuuden merkitys kestävyteen	17
6.2.2	Zirkonian ja posliinin välisen sidoksen tutkimuksia	18
7	TUTKIMUKSEN TAUSTA	20
7.1	Mitä tutkitaan	20
7.2	Miksi tutkitaan	21
8	TUTKIMUKSESSA KÄYTETYT LAITTEET	22
8.1	Kultapinnoituslaite (Sputteri)	22
8.2	Pyyhkäisyelektronimikroskooppi, SEM	23
8.3	Aineenkoetuslaitteet	25
9	TUTKIMUKSEN KULKU	25
9.1	Koekappaleiden valmistus	25
9.1.1	Zirkoniatestikappaleet	26
9.2	Pintakäsittelymenetelmät	28
9.3	Pinnankarkeusmittaus	28
9.4	Testausmenetelmät	29
9.4.1	Biaxiaalinen-testaus (ISO 6872 standardin mukaisesti)	29
9.4.2	3-pistetaivutus -testaus (ISO 10477 standardin mukaisesti)	29
9.5	SEM-tutkimukset	30
9.6	Zirkonian ja posliinin välisen sidoslujisuuden testaus	30

9.6.1	Testikappaleiden valmistus	30
9.6.2	Pintakäsittely	31
9.6.3	Posliininkerrostus	32
9.6.4	Push out -testaus	33
9.7	Microtensile-testaus	33
9.7.1	Testikappaleiden valmistus	33
9.7.2	Sidoslujuus vetotesti (Microtensile-testi)	35
10	TULOKSET	36
10.1	3-pistetaivutus ryhmä	37
10.2	Biaxiaalinen ryhmä	38
10.3	Koekappaleiden RA-tulokset	39
10.4	Posliinin ja zirkonian välinen sidoslujuus	40
11	TULOSTEN POHDINTA	42
11.1	Biaxiaalisen ja 3-pistetaivutus -testitulosten vertailu	42
11.2	Vesihionnan vaikutus zirkoniaan	44
11.3	Höyrypesuryhmä	44
11.4	Sidoslujuustestaus	44
12	YHTEENVETO	45
13	JATKOTUTKIMUSAIHEITA	46
14	LÄHTEET	47

LIITTEET	Sanasto	
	Laite- ja materiaalitiedot	
	3-pistetaivutus -testi	
	Biaxiaalinen testi	
	Push out -testi	
	Analyysitulokset	
	SEM-kuvat pintakäsittelyryhmittäin	
	Poimintoja tutkimuspäiväkirjasta	

1 JOHDANTO

1990-luvulla hammastekniikka sai uuden materiaalin, zirkonian, ZrO_2 . Tämä keraameihin kuuluva teräksen vahvuinen materiaali tuli korvaamaan metalliseoksia kiinteän protetiikan runkomateriaalina. Aluksi zirkoniaa käytettiin yksittäisten kruunujen valmistukseen, mutta viime vuosina materiaalin tuotekehittelyn tuloksena zirkonia on saavuttanut sellaiset mekaaniset ominaisuudet, jotka mahdollistavat jopa kokoleuan kiinteän siltaproteesin valmistamisen. Alkuvaiheessa zirkoniaa jyrssiin sen sintratussa muodossa, joka oli hyvin hidasta. Nykyisin lähes kaikki zirkonian jyrsinlaitteistot käyttävät rungon jyrsimisessä sen sintraamatonta muotoa.

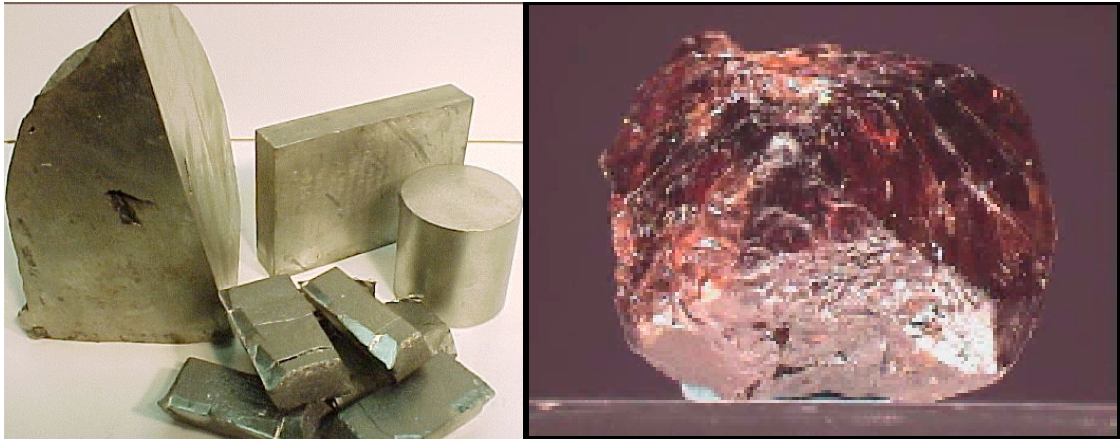
Zirkonia uutena keraamimateriaalina ja metallin korvaajana tarjoaa entistä esteettisempiä hammasproteettisia ratkaisuja sen hyvien optisten ominaisuuksien ansiosta. Zirkonian vaalea väri ei kuulu metallin tavoin kerrostetun posliinin alta. Se on loistava valinta runkomateriaaliksi myös sen bio-ominaisuuksiensa vuoksi. Zirkoniolla on kaikki biomateriaalilta vaadittavat ominaisuudet ja se kestää hyvin mekaanista rasitusta. Näin ollen se soveltuu hyvin suun vaativiin olosuhteisiin.

Zirkonian käyttö hammasproteesimateriaalina edellyttää vielä runsaasti jatkotutkimuksia. Jotkut pintakäsittelymenetelmät saattavat jopa heikentää zirkonian mekaanisia ominaisuuksia. Myöskin keraamisen runkomateriaalin posliininkerroksessa toisinaan ilmenevä "chipping"-ilmiö (posliinin irtoaminen zirkoniarungosta) toimi kimmokkeena tälle tutkimukselle. Opinnäytetyömme tarkoituksena olikin selvittää eri pintakäsittelymenetelmien vaikutus Zirkonzahnin zirkonian mekaanisiin ominaisuuksiin ja posliinisidokseen.

2 TUTKITTAVA MATERIAALI

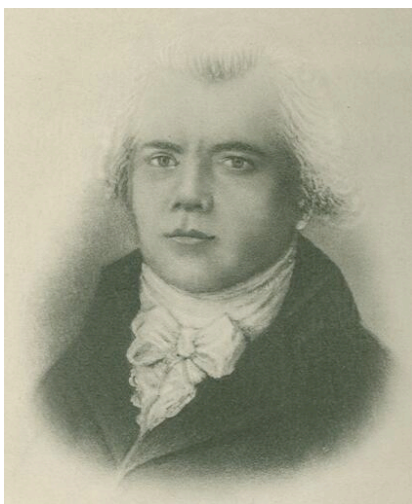
Zirkonium-alkuaine on metalli ja se kuuluu jaksollisen järjestelmän siirtymäalkuaineisiin. Sen kemiallinen merkki on Zr ja järjestysluku 40. Zirkoniumin nimi on peräisin arabiankielen sanasta "zargun", kullanvärinen. (Andriotti 2006; Piconi – Maccauro 1999.)

Maankuoren alkuaineista zirkonium on 18. yleisin, mutta sitä ei juurikaan löydetä luonnosta vapaana metallina. Puhdas zirkonium (kuvio 1) on joko kiteisessä muodossa pehmeänä, hopeanvalkoisena metallina tai amorfisessa muodossa, sinimustana pulverina. Se sulaa 1852°C:ssa ja kiehuu 4377°C:ssa. (Andreiotelli 2006.)



KUVIO 1. Zirkonium (Zr) ja zirkoni-jalokivi ($ZrSiO_4$ zirkoniumsilikaatti) (Precious Stones Properties).

Zirkoniumia valmistetaan pääasiassa pelkistämällä magnesiumilla silikaattiryhmän mineraalia, nimeltään zirkoni ($ZrSiO_4$). Zirkoni (kuvio 1) kuuluu jalokiviin ja sitä esiintyy monenvärisenä aina läpikuultavasta värittömään tai heikosti värilliseen opaakkiin. Tätä mineraalia esiintyy runsaasti mm. Australiassa, joka omistaa yli puolet maailman zirkoniumtuotannosta. (Andreiotelli 2006; Matinlinna 2008.)



KUVIO 2. Johan Gadolin (1760–1852) suomalainen kemisti, fyysikko ja mineralogi löysi alkuaine yttriumin vuonna 1794 (Wikipedia 2008).

Zirkoniumia esiintyy kymmenissä muissakin mineraaleissa, mm. oksidina baddeleiidissa. Zirkonia tarkoittaa zirkoniumdioksidia, jonka kemiallinen kaava on ZrO_2 . Lisäämällä zirkoniaan kuutiollista faasia stabiloivaa ainesosaa esim, yttriumia, voidaan valmistaa synteettisiä zirkonia-timantteja (kuvio 3). (Andreiotelli 2006; Kelly 2008; Matinlinna 2008.)

Zirkoniumdioksidin löysi vuonna 1789 saksalainen apteekkari ja kemisti Martin Heinrich Klaproth (1743–1817) (Piconi – Maccauro 1999). Sen eristi vasta 35 vuotta myöhemmin ruotsalainen kemisti

Jöns Jakob Berzelius (1779–1848). Puhdasta zirkoniumia pystyttiin valmistamaan vasta 1914 (Andreiotelli 2006). Yttriumin puolestaan löysi vuonna 1794 suomalainen kemisti, fyysikko ja mineralogi Johan Gadolin (kuvio 2). Se oli sysäys kokonaan uuden alkuaineryhmän, maametallien eli lantanoidien, löytymiselle. (Wikipedia 2008).

Baddeleiitti (kuvio 3) ja zirkoni esiintyvät tavallisesti mineraalien, kuten rutiilin (TiO_2), ilmieniitin (FeTiO_3) ja monaziitin (koostumus riippuu alkuaineiden suhteista, esim. monaziitti-Ce (Ce, La, Pr, Nd, Th, Y) PO_4) yhteydessä ja niissä on merkittävät keskittymät radionuklideja, kuten uraania, toriumia ja hafniumia. Nykyiset tehokkaat valmistustekniikat eristävät raaka-aineesta puhtaan zirkoniumdioksidin joka täyttää EU:n MDD standardien tiukat vaatimukset. Nykyisin myyntiin hyväksytyn CE-merkityn zirkonian säteilytasot ovat alhaisempia kuin luonnon taustasäteily tai ihmisen oma luu. Hafnium on siinä määrin zirkoniumin kaltainen, että niitä on vaikea erottaa toisistaan. Biomateriaalina käytettävä zirkoniumdioksidilaatu sisältääkin 1–3 % hafniumia. (Helsingin Yliopisto 2002; Piconi – Maccauro 1999.)



KUVIO 3. Synteettinen zirkonia-timantti ja baddeleiitti (Andreiotelli 2006; Wikipedia).

Zirkoniumdioksidi (zirkonia, ZrO_2) on täydellisesti hapettunutta zirkonium-metallia. Hammastekniikassa zirkoniakeraamia käytetään sekä sintratussa muodossa (erittäin kovaa työskentäväksi) että pehmeämpänä ZrO_2 -partikkeleista puristettuna blokkina, jossa sitä sitoo pieni määrä kestopuovia. Tällöin kuitenkin jyrskitty kappale pitää sintrata yhteen. Molemmassa tapauksissa zirkonian lopullinen koostumus on sama, sisältäen jonkin verran esimerkiksi diyttriumtrioksidia (Y_2O_3) stabiloimassa kiderakennetta tetragonaaliseen faasiin (Kelly 2008).

2.1 Zirkonia yleisty

Zirkonian tutkimuksessa saavutettiin läpimurto 60–70-luvun vaihteessa, kun amerikkalaiset tutkijat julkaisivat tulokset tiedelehti *Nature*ssa otsikolla “Ceramic Steel”. Tällöin ensimmäisen kerran pystyttiin valmistamaan teräksen-lujaa keramiaa. Samaan aikaan Neuvostoliitossa sikkäläiset tiedemiehet kehittivät zirkoniasta timantin “halpa”korviketta, joka oli saatu sintraamalla zirkoniaa $>3000^{\circ}\text{C}$:ssa. Tutkimuksen alkutaipaleella useita kiinteitä yhdisteitä ($\text{ZrO}_2\text{-MgO}$, $\text{ZrO}_2\text{-CaO}$, $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$) kokeiltiin biolääketieteen sovelluksiin. Myöhemmin alettiin keskittyä enemmän zirkonia-yttrium -keramiaan, jonka ominaisuutena on hienorakeinen mikrorakenne, tetragonaalinen polykristallinen (monikiteinen) zirkonia (TZP). (Piconi – Maccauro 1999.)

Muita yleisiä sovellusalueita zirkoniumdioksidille on mm. happisensoreissa, työkaluissa, polttokennoissa, pumpuissa, maaliteollisuudessa maalien pigmenttinä sekä lasiteollisuudessa lasin refraktio-ominaisuuksien parantamisessa (kuvio 4). Nykyään tämän keraamisen biomateriaalin tärkein sovellus lääketieteessä ovat lonkkaproteesien pallonivelet. (Andreiotelli 2006; Matinlinna 2008.)



KUVIO 4. Zirkonian käyttö on erittäin laaja-alaista sen erinomaisen vahvuuden ja korroosio-kestävyyden ansiosta (Dynacer 2008; Refractron).

Hammaslääkärit, -tekniikot ja -potilaat ovat olleet kiinnostuneita löytämään esteettisen, metallittoman ja bioystävällisen materiaalin hammasprotetiikan sovelluksiin. Siksi hammaskeraamien kehitys 2000-luvun loppupuolella on ollut merkittävää. Näillä uusilla

keraamisilla materiaaleilla on aiempaa korkeampi vetolujuus, ne eivät ole niin hauraita eivätkä yhtä alttiita ajan myötä tapahtuville rasitusmurtumille. (Andreiotelli 2006.)

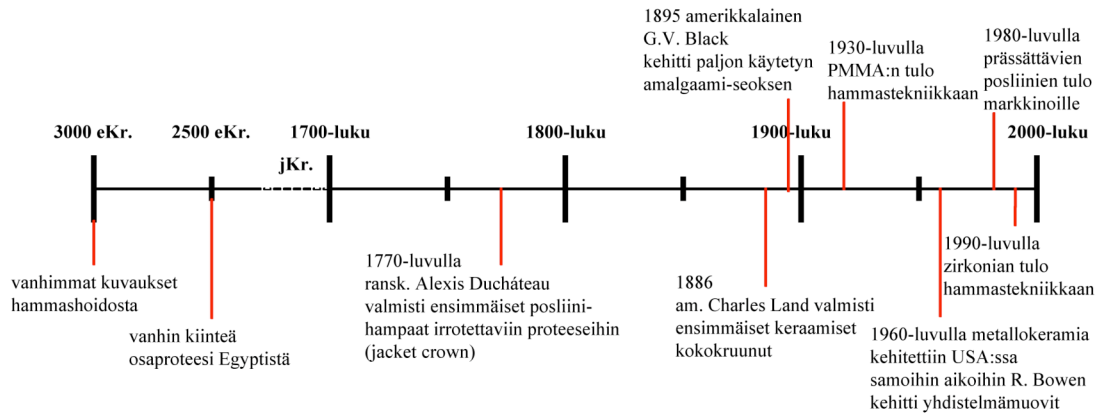
Zirkoniakeraameilla on selvästi paremmat mekaaniset ominaisuudet kuin muilla keraamisilla biomateriaaleilla. Zirkonian mekaaniset ominaisuudet johtuvat sen poikkeuksellisesta metastabiilista kiderakenteesta. TZP-komponenttien kiderakenteen stabiilisuus tai osittainen stabiilisuus on avainasemassa määritettäessä zirkonian ominaisuuksia. (Andreiotelli 2006.)

Zirkoniumdioksidi on korkeatasoinen keraami, jota on tähän asti käytetty hammaslääketieteessä juurikanavanastoihin, implanttien jatkeisiin (abutmentti) sekä esteettisten ortodonttisten kojeiden valmistukseen. Zirkonia on korkean taivutuslujuutensa (900–1300MPa) ansiosta erinomainen materiaali myös kruunu- ja siltarakenteisiin. Zirkoniasta valmistettuja implanttejakin on nykyään kaupallisesti saatavilla, tosin zirkonia-implanttien kliiniset seurantatutkimukset ovat vielä melko lyhytaikaisia, joten näyttöä pitkäaikaisesta osseointegraatiosta ei vielä ole. Laboratorio- ja kliiniset tutkimukset zirkonian käytöstä kiinteän protetiikan runkomateriaalina ovat osoittaneet zirkonian ominaisuuksien olevan optimaaliset tavoiteltaessa kestävä, metallitonta ja esteettistä hammasproteettista ratkaisua. (Andreiotelli 2006.)

3 YLEISTÄ TIETOA KIINTEÄSTÄ PROTETIIKASTA

3.1 Historia

Ihminen on lähes koko olemassaolonsa ajan etsinyt keinoja hammashoitoon (kuvio 5). Muinaisissa kirjoituksissa on kuvauksia lähes 5000 vuotta vanhoista menetelmistä. Tärkeimpänä ongelmana on nähty puuttuvien hampaiden korvaaminen ja purentafunktion palauttaminen, mutta hammashoitoa on harjoitettu purenta toiminnallisten ongelmien lisäksi myös esteettisistä syistä. (Moore 2003.)



KUVIO 5. Hammasmateriaalien kehitys kautta aikojen.

Monet historian ihmeet luetaan faaraoiden kunniaksi. Vanhat kirjoitukset mainitsevat Hesi-Reen, joka oli arvostettu hammaslääkäri faaraoiden aikaan noin 3000 vuotta eKr. Egyptistä on löydetty hammasproteesi ajalta 2500 eKr. Tämä proteesi koostui proteesihampaasta, joka pysyi paikoillaan viereisiin hampaisiin kiinnitettyjen kultalankojen avulla. Tämä on vanhin esimerkki kiinteästi osaproteesista. Myös muinaiset etruskit käyttivät samaa menetelmää. (kuvio 6). (Moore 2003.)



KUVIO 6. Roomasta löydetty kiinteä siltarakenne ajalta 200–0 eKr. Parodontiasta kärsineen naisen irronneet hampaat sidottiin kultalangalla kiinni jäännöshampaistoon. (Focus 2008). Etruskien taidonnäyte 7. vuosisadalta eKr. Irtohampaat (esimerkiksi ihmisen tai härän) on sidottu kultanauhoilla olemassa olevien hampaiden varaan (Phoenician Dentistry).

Muinaiseen implantologiaan liittyvä todistuskappale löydettiin 1980-luvulla Turkista, Kalabak Nekropoliilta läheltä Izmiriä. Tämän kaivausalueen kaikki löydöt on ajoitettu aikaan 550 eKr. Erästä haudasta löydettiin hampaanmuotoinen esine. Se oli valmistettu kalsiittikivestä, joka on kovuudeltaan samaa luokkaa kuin oikea hammas. Tarkempien tutkimusten jälkeen hampaan todettiin sen muodon ja kulumien perusteella olevan mahdollisesti yläleuan oikea kulmahammas. Myös tämän hampaan kaulaan oli

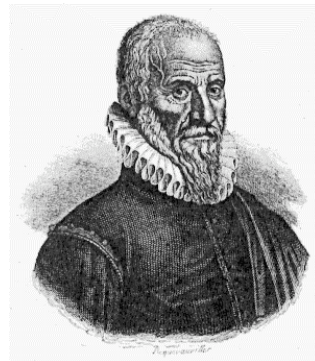
kiinnitetty kultalangat hampaan kiinnittämiseksi jäljellä oleviin vierushampaisiin. Todisteet viittaavat tämän hampaan olevan maailman vanhin hammasimplantti, mutta monet tutkijat ovat skeptisiä tämän väitteen suhteen. (Moore 2003.)



KUVIO 7. Jade-inlay maya-intiaanin etuhampaassa, n. 900 jKr. (American Dental Association 2008).

Etelä-Amerikkalaiset Maya-intiaanit tekivät mahdollisesti hampaiden siirtoja ja hammasimplantteja. Todisteita implanteista löydettiin 1931 Hondurasista, La Playa de Los Muertos -kaivauksilta. Tähän, noin 1400 vuotta vanhaan, ihmisen alaleuan kappaleeseen oli muinoin istutettu kaiverretut simpukankuoret kolmen inkisiivin tilalle. Aluksi otaksuttiin, että nämä oli laitettu henkilön kuoleman jälkeen, sillä esimerkiksi egyptiläiset istuttivat usein implantteja kuolleille, jotta nämä olisivat täydellisempiä kuoleman jälkeistä elämää varten. Kuitenkin radiografisissa tutkimuksissa kävi ilmi, että simpukankuori-implantit olivat luutuneet nykyisten implanttien tavoin.

Esteettisyys oli myös tärkeää ja usein henkilön yläetuhampaisiin istutettiin koristekiviä (kuvio 7). Copanin kaivauksilta Hondurasista löydettiin 1200 vuotta vanha nuoren naisen pääkallo, jonka yläleuan hampaisiin oli istutettu värikkäitä kiviä. Yksi kivinen implanttihakas korvasi yhden alaleuan inkisiivin. Hampaalle oli kerääntynyt sen verran hammaskiveä, että sen oletettiin olleen naisella jo vuosia ennen hänen kuolemaansa. (Moore 2003.)



Ranskalainen lääkäri, Ambroise Pare, oli “Neljän kuninkaan kirurgi” 1500-luvulla (kuvio 8). Häntä pidetään modernin kirurgian isänä ja hän harjoitti myös hammaslääketiedettä. Häneltä on säilynyt

KUVIO 8. Ranskalainen lääkäri, Ambroise Pare, oli “Neljän kuninkaan kirurgi” 1500-luvulla (Huguenots-France).

yksi varhaisimmista ja parhaiten onnistuneista potilasraporteista koskien hampaan siirtoa. Prinsessalta täytyi poistaa yksi ylätuhammas. Palvelustyttö joutui luopumaan omasta ylähampaastaan, joka istutettiin prinsessan hampaan jättämään koloon. Jonkin ajan kuluttua hän pystyi käyttämään sitä kuin omaansa. (Moore 2003.)

1600-luvulla elänyt englantilainen Charles Allen kuvasi kirjoituksissaan hampaan uudelleen istuttamista potilaalle, joka oli sen menettänyt. Hoitomenetelmää käytetään lähes sellaisenaan myös nykypäivänä. Allen piti hampaan transplantaatiota elävältä ihmiseltä toiselle epäinhimillisenä – yksi ihminen olisi edelleen ilman hammasta. Hän suosikin hampaan ottamista koiralta, paviaanilta tai lampaalta. (Moore 2003.)

Hampaan transplantaatio oli Euroopassa yleistä 1500-luvulta 1800-luvun alkuun. Hampaita saatiin vainajilta, niitä ostettiin köyhiltä ihmisiltä tai otettiin heiltä pakolla. Yhteiskunnan tullessa tietoiseksi yksilön oikeuksista tämä kuitenkin alettiin nähdä epäeettisenä. Tällainen toiminta menetti lopulta suosiotaan myös muista syistä. Hammastransplantaatiolla usein esiintyvien hylkimisreaktioiden lisäksi ohessa kerrotaan siirtyneen myös vakavia sairauksia, kuten syfilistä ja tuberkuloosia. (Moore 2003.)

Kirjassaan “Le Manuel de l’Art du Dentiste”, J. Maggiolo viittaa ensimmäisenä moderniin implanttiin; kuinka se valmistetaan ja istutetaan. Hän valmisti hampaan juuren muotoisen implantin 18-karaatin kullasta. Implantin päässä oli kolme piikkiä. Implantti painettiin voimalla luuhun ja piikit pitivät sen paikoillaan. Sen jälkeen posliinista valmistettu kruunu voitiin liittää implanttiin tapilla, joka sopi implanttiin tehtyyn koloon. (Moore 2003.)

Vuonna 1886 Harris kykeni saamaan aikaan leukaluuhun reiän implanttia varten. Hän istutti siihen posliinitapin, jonka ympärillä oli lyijystä tehty kerros, jonka karkea pinta auttoi retentoitumisessa. Posliinikruunu kiinnitettiin tämän keinojuuren päälle. Implantti kesti käytössä 27 vuotta. Pajme käytti hopeisia implantteja ja Bonwill käytti kultaa tai iridiumia keinojuuria varten. (Moore 2003.)

Ruotsalainen ortopedi Per-Ingvar Brånemark löysi tähän mennessä käytetyimmän implantti-materiaalin ja -mallin. Brånemark tutki titaani-implanttien luutumista jo 1950-

luvulla, mutta huomasi löydöksensä merkityksen vasta seuraavalla vuosikymmenellä. 1960-luvulla Brånemark sai ensimmäisen implanttipotilaansa. Miespotilaan alaleukaan istutettiin neljä titaani-implanttia. Muutaman kuukauden paranemisjakson jälkeen implanttien päälle kiinnitettiin kiinteä proteesi. Yli 30 vuoden jälkeen potilas käytti edelleen samaa proteesia. (Moore 2003.)

Implanttien kestävydestä on tehty lukemattomia tutkimuksia ja niiden mukaan implanttien kestävyysprosentti on korkea. Jatkuvan tutkimus- ja kehitystyön seurauksena implanttien suunnittelu ja istutus tulevat vielä paranemaan. (Moore 2003.)

4 METALLOKERAAMISET KRUUNUT

4.1 Kullan ja posliinin välinen sidos

Metallin ja posliinin väliin muodostuu sekä mekaaninen että kemiallinen sidos, lisäksi materiaalien tulee olla lämpölaajenemisominaisuuksiltaan yhteensopivia. Mekaaninen sidos saadaan hiekkapuhaltamalla metallin pinta ennen posliinin kerrostamista. Tällöin posliini "lukkiutuu" pinnan epätasaisuuksiin. Tutkimusten mukaan alumiinioksidilla, jonka raekoko on 100–150 μ m, saavutetaan paras lopputulos (DUS Dental-U Inc.). Kemiallinen sidos saadaan metallin ja posliinin välille, kun metallin pinnalle posliinipolton yhteydessä muodostuu oksidikerros. Jos mekaaninen tai kemiallinen sidos on huono, saattaa posliini irrota metallin pinnalta, mikä ei ole toivottua. (Anusavice 2003.)

Metallin ja posliinin lämpökäyttäytymisellä on suuri vaikutus työn onnistumisen kannalta. Posliinille ominaista on heikko vetolujuus. Jos metalli jäähtyessään ei juurikaan kutistu tai kutistuu saman verran kuin posliini, syntyy vetojännityksiä, jotka pahimmillaan aiheuttavat posliiniin murtumakohtia. Jos metalli jäähtyessään kutistuu enemmän kuin posliini, syntyy metallia ympäröivään posliiniin puristusjännitystä, joka vahvistaa koko työn rakennetta. Tästä syystä metallin lämpölaajenemiskertoimen tulisi olla hiukan suurempi kuin posliinin. (Anusavice 2003.)

5 ZIRKONIAN OMINAISUUDET

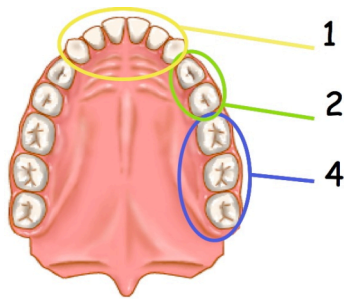
Zirkonia soveltuu erinomaisesti hammastekniikkaan (kuvio 9). Lääketieteessä ja teollisuudessa materiaalia käytetään sen hyvien ominaisuuksien kuten; lämmönkestävyytensä, steriloitavuutensa, korroosionkestävyytensä ja kovuutensa ansiosta. Biomateriaalien tulee olla myrkyttömiä elimistölle. Inertit/biostabiilit biomateriaalit eivät liukene eivätkä reagoi (bio)kemiallisesti kehossa tai muiden aineiden kanssa. Bioyhteesopivuus on biomateriaaleille tärkeä kriteeri, sillä se takaa sen, ettei biomateriaali tuhoa tai vaurioita siihen kosketuksessa olevien solujen ja nesteiden koostumusta ja toimintaa. Biomateriaalit kuten zirkonia ja titaani eivät ole allergisoivia, joten ne soveltuvat erinomaisesti ihmisen elimistöön. Luuston on myös todettu kiinnittyvän näihin materiaaleihin. Biomateriaalien on kyettävä ehdottomasti vastaamaan niille osoitettuihin tehtäviin. Materiaalilla täytyy olla vaaditut mekaaniset jäykkyys-, jousto-, lujuus- ja lämmönkesto-ominaisuudet (kuvio 11). (Antila – Karppinen – Leskelä – Mölsä – Pohjakallio 2005: 277.)



KUVIO 9. Kokokeraamisella proteettisella ratkaisulla saadaan luonnollinen lopputulos (Today-ceramic).

Suun olosuhteet ovat erittäin vaativat, jolloin käytettävien materiaalien on oltava kestäviä. Mekaaniset rasitukset, kuten esimerkiksi purennan aiheuttamat kuormitukset, ovat materiaalille haastavia. Ihmisen purentavoimat vaihtelevat sukupuolittain. Tutkimusten mukaan miesten purentavoimat ylittävät selkeästi naisten purentavoimat. Voimista 45–60% kohdistuu hampaisiin ja 55–40% kondyyleihin. Ylikuormitus voi vahingoittaa hampaita ja aiheuttaa kipuja puremalihaksiin. Pureskeluun käytetty keskimääräinen purentavoima on noin 220N. Maksimaalinen purentavoima takahammasalueella on miehillä 847N ja naisilla 597N, etuhammasalueella vastaavasti miehillä 287N ja naisilla 243N. Purentavoimien suhteet jakautuvat etu, premolaari ja

molaarialueen välillä suhteissa 1:2:4 (kuvio 10). Bruksaajat ovat täysin omassa luokassaan, sillä heidän purentavoimat ovat suuremmat ja pitkäkestoisemmat.



KUVIO 10. Kuvassa purentavoimien suhteet.

Bruksausta esiintyy sekä yöllä että päivällä ja purentavoimat vaihtelevat eri tutkimusten mukaan 560N:sta jopa 4300N:iin. Tämän luokan purentavoimat jättävät jälkensä hampaistoon. Suurimmalla osalla bruksaajista esiintyy lihassärkyjen lisäksi ikään nähden ennen aikaista hampaiden kulumista, juurivaurioita, sekä paikkojen ja hampaiden lohkeilua. (Terveysportti 2008.)

Materiaali	Materiaalin taivutuslujuus arvot (MPa)	Käyttöalue	Standardinmukaiset minimikestävyyssarvot (Mpa)	Purentavoima-alue
Posliini	50	Metallin päälle kerrostettuna kruunuissa ja silloissa	50	1, 2, 4
Prässättävä posliini	400–600	Yksittäiset kruunut, inlay, onlay, 3-yksikön sillat (ei molaarialue)	50–300	1, 2
Al₂O₃	n. 600	Yksittäiset kruunut, inlay, onlay, 3-yksikön sillat	50–500	1, 2
ZrO₂	1100–1200	Yksittäiset kruunut, inlay, onlay, kaikki sillat	50–800	1, 2, 4

KUVIO 11. Hammasmateriaalien soveltuvuus proteettiseen käyttöön.

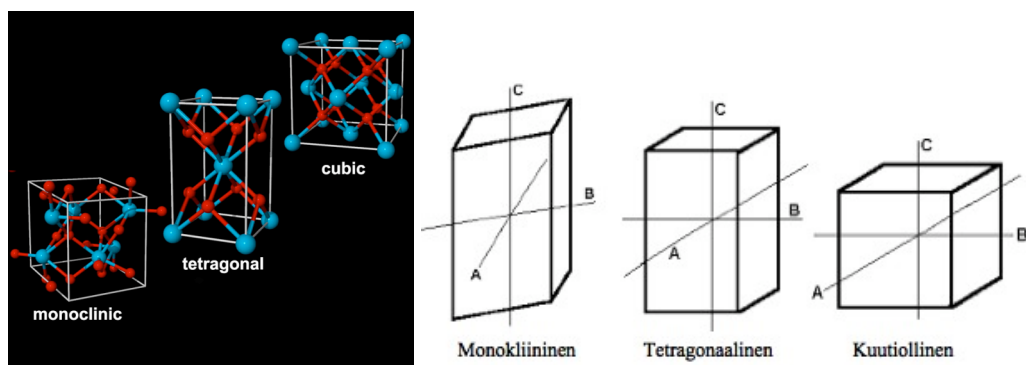
Proteettisissa hoidoissa pyritään aina rakenteeltaan toimivaan ratkaisuun. Esteettisyyttä ajatellen zirkonia on loistava valinta, sillä verrattuna metallokeramiaan, ero on huomattava. Zirkonia on väriltään valkoista, joten zirkoniasta valmistettu kiinteän proteesin runko ei kuulla metallisen rungon lailla keramian alta. Näin ollen myös esteettisesti ikävät metallisten runkorakenteiden tummat kervikaalialueet jäävät pois (kuvio 12). Markkinoilta löytyy yleisten väriskaalojen mukaisia valmiiksi värjättyjä tai erikseen värjättäviä zirkoniamateriaaleja. Zirkonian käyttö kiinteän protetiikan runkomateriaalina on huomattavasti yleistynyt maailmalla viime vuosina. (Terveysportti 2008.)



KUVIO 12. Metallokeraaminen siltaproteesi on korvattu esteettisemmällä kokokeraamisella proteesilla (Geneva Smile).

6 AIEMMIN TUTKITTUA

Zirkonia on tunnettu polymorfisuudestaan. Se voi esiintyä kolmenlaisena faasina (kuvio 13). Huoneenlämmössä, normaalipaineessa, puhtaan zirkonian kiderakenne on monokliinistä (m). Materiaalin kiderakenne muuttuu lämpötilaa nostamalla. Lämmön ollessa n. 1170°C sen rakenne on tetragonaalista (t) ja nostamalla lämpöä n. 2370°C :een rakenne muuttuu kuutiolliseksi (k). Sulaminen tapahtuu 2716°C :ssa. Faasimuutoksissa materiaalissa tapahtuu merkittäviä volyymimuutoksia. Kuumennettaessa zirkoniumdioksidia se kutistuu 5% muuttuessaan monokliinisestä tetragonaaliseen muotoon. Kun materiaali jäähtyy ja muuttuu kuutiollisesta muodosta tetragonaaliseen muotoon, tapahtuu n. 2,31% laajeneminen ja muuttuessaan edelleen tetragonaalisesta monokliiniseen muotoon, tapahtuu 4,5% laajeneminen. $T \rightarrow m$ muutos tapahtuu alle 1000°C :ssa. Sintrauslämpötilasta (n. $1300\text{--}1500^{\circ}\text{C}$) laskiessaan zirkonian faasimuutoksista johtuva kiteiden laajentuminen aiheuttaa niin suuren rasituksen materiaaliin, että puhtaan zirkonian pintaan tulee säröjä ja materiaali voi halkeilla huoneenlämmössä. Tässä tapauksessa kysymyksessä on ei-toivottu faasimuutos. (Andreiotelli 2006; Kelly – Denry 2008: 290.; Piconi – Maccauro 1999.)



KUVIO 13. Zirkonian kidestruktuurit. (Materials Design 2008; Wikipedia).

6.1 Zirkoniatutkimuksia

Zirkoniaa (zirkoniumdioksidi, ZrO_2) on tutkittu jo lähes 40 vuotta. Lukuisista tutkimuksista huolimatta vielä ei ole täyttä yksimielisyyttä siitä, kuinka siitä saa hyvin rasitusta kestävän ja pitkäikäisen materiaalin. Zirkoniumdioksidia ei voida käyttää sellaisenaan johtuen sen suurista tilavuudenmuutoksista lämpötilavaihteluissa (tarkemmin selostettu aiemmin tekstissä). Sitä voidaan käyttää vahvistamaan muita materiaaleja (stabiloivana komponenttina) tai sitä stabiloidaan muuttamalla sen kiderakennetta tai lisäämällä toista komponenttia zirkonian omaan rakenteeseen. (Kelly – Denry 2008: 289–298.)

6.1.1 Mitä zirkoniasta tiedetään?

Vuonna 1972 tutkijat julkaisivat paljon siteeratun tutkimuksen “Ceramic steel” tieteellisessä Nature lehdessä (Garvie – Nicholson 1972), jossa osoitettiin että lisäämällä zirkoniaan yhdisteitä kuten CaO , MgO , La_2O_3 tai Y_2O_3 pystyttiin valmistamaan keraami, joka mekaanisilta ominaisuuksiltaan vastasi terästä. Edellämämainituilla aineilla on pienempi hapetusluku kuin zirkonialla, jolloin saadaan lopputuloksena stabiilimpi, lämpötilavaihteluja kestävä materiaali. Tätä kyseistä menetelmää kutsutaan zirkonian stabiloimiseksi. Lisätty elementti suosi enemmän metastabiileja, symmetrisempiä t ja k faaseja kuin stabiilia, jännityksessä olevaa m faasia. Jos stabiloivana elementtinä käytetään esimerkiksi Y_2O_3 :a, kokonaan stabiloitu kuutiollinen muoto saavutetaan lisäämällä 8 mol% Y_2O_3 :a ja osittain stabiloitu tetragonaalinen muoto saadaan lisäämällä Y_2O_3 :a 2–5 mol%:a. (Kelly – Denry 2008: 289–298.)

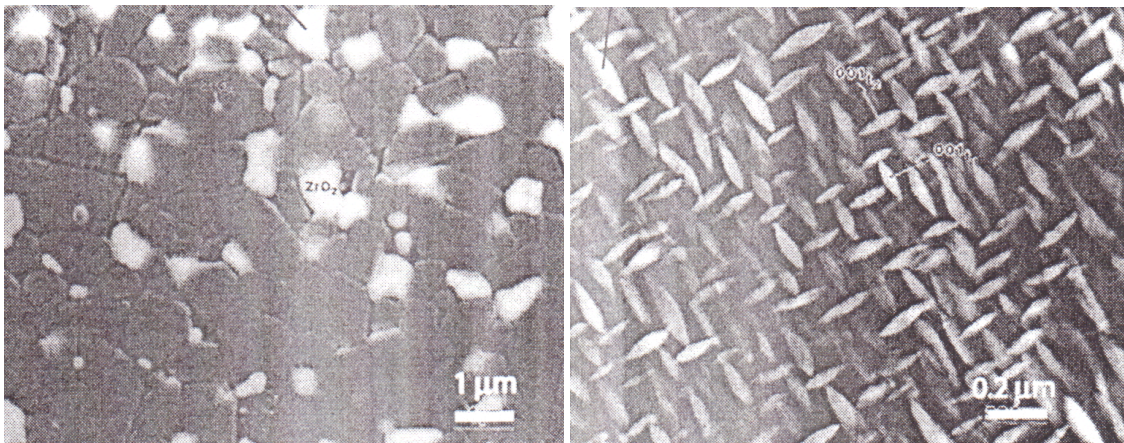
Pääasiallisesti käytössä on kolme stabilointimenetelmää:

- zirkonia dispersio-vahvistettu keramia; zirconia (dispersed phase) toughened ceramics; ZTA (alumina, Al_2O_3) ja ZTM (mullite, $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$)
- osittain stabiloitu zirkonia; PSZ (partially stabilized zirconia)
- yksi-faasinen, tetragonaalinen zirkonia polykristalli; TZP (tetragonal zirconia polycrystals)

Hammastekniikassa on käytössä materiaaleja kaikista edellämämainituista ryhmistä. Näistä menetelmistä, kahdessa ensimmäisessä on käytetty vähintään kahta stabiloivaa ainetta

($t\text{-ZrO}_2$ toimii yhtenä vahvistavana komponenttina, eikä pääasiallisena aineena). Kolmannessa menetelmässä $t\text{-ZrO}_2$ toimii pääaineena ja sen vahvistamiseen käytetään jotain toista komponenttia. Näissä kaikissa menetelmissä yhteistä on tetragonaalisen kiderakenteen stabiloiminen sekä materiaalin vahvistaminen faasimuutoksesta ($t \rightarrow m$) johtuvan kiderakennemuutoksen ansiosta. Tässä tutkimuksessa käytettävä materiaali kuuluu kolmanteen ryhmään TZP. Menetelmien yleiskuvan selventämiseksi, käydään ne kaikki vielä lyhyesti läpi. (Kelly – Denry 2008: 289–298.)

Dispersio-vahvistetussa (kuvio 14) keramiassa zirkonia lisätään pieninä partikkeleina toisen materiaalin (esimerkiksi alumina tai mullite) matriisiin. Metastabiilit tetragonaaliset zirkoniakiteet stabiloidaan, jotta ne saadaan pysymään tetragonaalisessa muodossa myös huoneenlämmössä. Kiteiden koko, morfologia ja sijainti vaikuttavat stabilisuuteen. Koska tiedetään että $t \rightarrow m$ -faasimuutos on martensiittinen, partikkelikoon vaikutusta materiaaliin voi tarkkailla seuraamalla martensiittista alkulämpötilaa (M_s). Aina kun tetragonaalista faasia stabiloidaan, M_s muuttuu huoneenlämpöä alhaisemmaksi, jolloinka kiteet pysyvät tetragonaalisina jopa huoneenlämmössä. (Kelly – Denry 2008: 289–298.)



KUVIO 14. Zirkonia-vahvistettu alumina ja Mg osittain stabiloitu zirkonia (jossa tetragonaaliset kiteet ovat järjestäytyneenä linssinmuotoisesti) (Kelly – Denry 2008: 289–298).

Osittain stabiloidussa (PSZ) (kuvio 14) materiaalissa tetragonaaliset ZrO_2 kiteet sisällytetään stabiloidun kuutiollisen ZrO_2 :n matriisiin. Tetragonaaliset ZrO_2 kiteet järjestäytyvät (linssinmuotoisina) kohtisuorassa linjassa (kaikkiin kolmeen akseliin nähden) kuutiollisten zirkoniakiteiden ympärille. Stabiloimiseen käytettävä aine on CaO , MgO , La_2O_3 tai Y_2O_3 . Huoneenlämmössä materiaali sisältää sekä tetragonaalista-

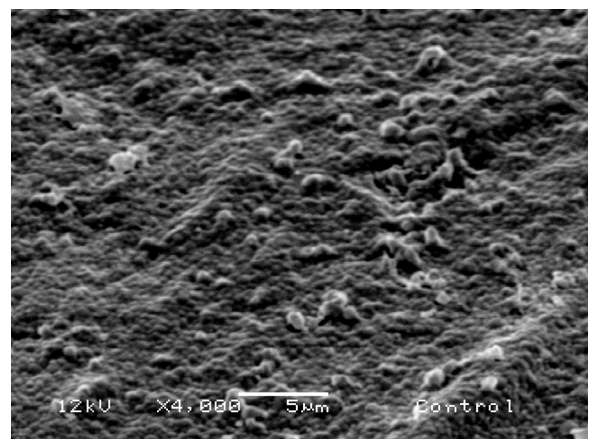
että kuutiollista kiderakennetta, mikä edesauttaa materiaalin vahvistumista. (Kelly – Denry 2008: 289–298.)

6.1.2 Yksi-faasinen tetragonaalinen zirkonia polykristalli (TZP)

Yksi-faasisen tetragonaalisen zirkonia polykristallin (TZP) pääaineena toimii $t\text{-ZrO}_2$. Hammasteknisissä materiaaleissa stabiloivana aineena on käytössä Y_2O_3 , josta lyhennys Y-TZP. Muita yleisesti käytettäviä stabilointiaineita ovat cerium (Ce) ja titaani (Ti). (Kelly – Denry 2008: 289–298.)

Alkuaikojen tutkimukset Y-TZP:sta 1970-luvun loppupuolella kertoivat, että stabiloivaa ainetta tulisi käyttää vain pienissä määrin ja että metastabiilin t faasin osuus tulisi olla jopa 98% sintrauksen jälkeen. Tämä siitä syystä, että paljon t faasia tuottaa hyvää kestävyyttä, kun taas suuri määrä m faasia heikentää materiaalia, lisäksi pieni raekoko ($<0,5\mu\text{m}$) olisi eduksi. Myöhemmissä tutkimuksissa huomattiin kuitenkin, että parhaimmat mekaaniset ominaisuudet saavutetaan vieläkin pienemmällä raekoolla ($<0,3\mu\text{m}$). (Kelly – Denry 2008: 289–298.)

Tyypillinen piirre Y-TZP:lla on homogeeninen kiderakenne (kuvio 15). Kiteiden koko määrää materiaalin käyttäytymisen; mitä pienempi kiderakenne, sen lähemmäksi päästään martensiittista alkulämpötilaa (M_s), jolloinka tetragonaaliset kiteet muuttuvat enemmän epästabiileiksi ja materiaali vahvistuu. On kuitenkin pysyttävä M_s :n yläpuolella, jotta materiaalissa ei tapahtuisi spontaania kidemuutosta. Jos kiteet muuttuvat liian pieniksi, materiaali ei enään vahvistu vaan alkaa heiketä. Kiteet ovat ilmeisesti siinä vaiheessa liian stabiloituja, eivätkä enään muutu monokliinisiksi. Tällöin kiteet eivät myöskään pysäytä halkeamien etenemistä. (Kelly – Denry 2008: 289–298.)



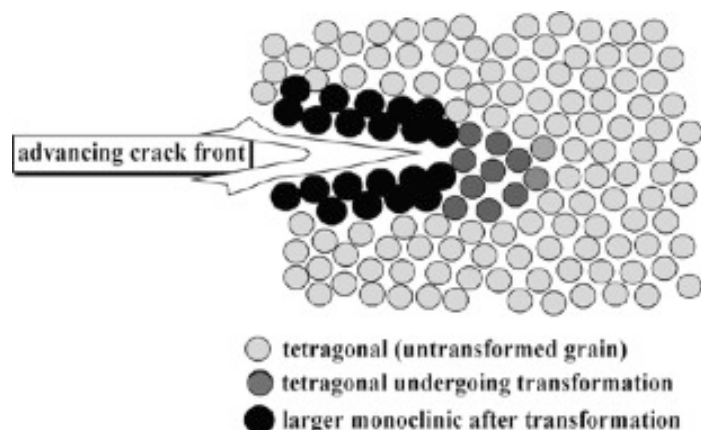
KUVIO 15. Yttrium-stabiloitu tetragonaalinen zirkonia polykristalli, Y-TZP.

6.1.3 Vahvistusmenetelmiä

Kahta asiaa ei voida saavuttaa samassa materiaalissa, ne ovat maksimi-kovuus ja maksimi-sitkeys. Matriisiin sekoitetut tetragonaaliset partikkelit stabiloituvat matriisiin puristusjännityksen ("vankeina" matriisissa) ansiosta sekä materiaalin jännitysenergiasta. Stabiloiva aine, kuten Y_2O_3 , madaltaa sekä M_S :n että T_O :n lämpötiloja (T_O , ei-jännityksessä olevan t faasisen partikkelin muuttumislämpötila). Seurauksena siitä, että M_S laskee alle T_O :n lämpötilan, syntyy lisättyä vapaata energiaa, joka "vangitsee" matriisia. Kun ollaan lämpötiloissa $>M_S$, vaaditaan suurempaa lisättyä jännitystä, jotta saavutetaan $t \rightarrow m$ transformaatio. Kuitenkin jossain vaiheessa (lämpötilassa $>M_S$) saavutetaan piste, jolloin M_S lämpötila laskee ja jännitys lisääntyy. (Kelly – Denry 2008: 289–298.)

Materiaalin pinnalla esiintyy aina pieniä mikrohalkeamia. Materiaalia kuormitettaessa, halkeama lähtee etenemään, jolloin jännityskeskittymä aiheuttaa tetragonaalisille partikkeleille faasimuutoksen ja ne muuttuvat monokliinisiksi. Kiteiden muuttuessa monokliinisiksi niiden tilavuus myös kasvaa. Tällöin syntyy puristusjännitystila, joka estää halkeaman etenemisen, ikäänkuin toimien materiaalin itsekorjaantumismekanismina. Monokliinisen faasin muutosalue muodostuu pääasiassa halkeaman kärkeen, mutta myöskin koko halkeaman ympärille (kuvio 16). Kuormituksen kasvaessa edelleen, joka johtaa halkeaman kasvuun, lisääntyy myös faasimuutos, kunnes se saavuttaa maksimi-sitkeys-alueen, jossa särö ylittää kriittisen koon. Ennenkuin materiaali saavuttaa tämän

kyseisen alueen on se todellisuudessa jo alkanut heikentyä. Tätä ei kuitenkaan heti huomaa, koska halkeaman kärjessä syntyvät jännitykset ($t \rightarrow m$ transformaation johdosta) ylläpitävät materiaalin kestävyyttä. Tätä mekanismia kutsutaan nimellä faasimuutossitkistäminen ja



KUVIO 16. Halkeaman eteneminen ja "suojakilven" syntyminen zirconiassa (Andreietelli 2006).

se on tämän zirkonialaadun (Y-TZP) korkean lujuuden perusta. (Andreiotelli 2006; Kelly – Denry 2008: 289–298.; Tampereen Yliopisto 2004.)

6.1.4 Materiaalin pitkäikäisyys

On huomattu, että tämän materiaalin pitkäikäisyyttä on vaikea arvioida tai laskea. Materiaalin elinkaaren pituus riippuu pitkälti siitä millaiseen käyttöympäristöön se joutuu. Väsytytutkimuksissa on huomattu, että syklistä rasituksessa materiaaliin syntyy nopeasti pitkiä halkeamia, jotka heikentävät tätä. Samalla voimalla, mutta staattisesti rasitettuna materiaali kestää paljon kauemmin. On jopa havaittu, että kun kappaleeseen kohdistettava syklinen rasitus muutetaan staattiseksi, halkeaman kasvu loppuu. Kun syklistä rasitusta edelleen jatketaan, halkeaminenkin jatkuu. Materiaali saattaa siis syklistä rasitettuna hajota jo paljon ennen, kuin se on edes lähellekään saavuttanut staattisissa testeissä mitattuja kestävyysarvoja. (Kelly – Denry 2008: 289–298.)

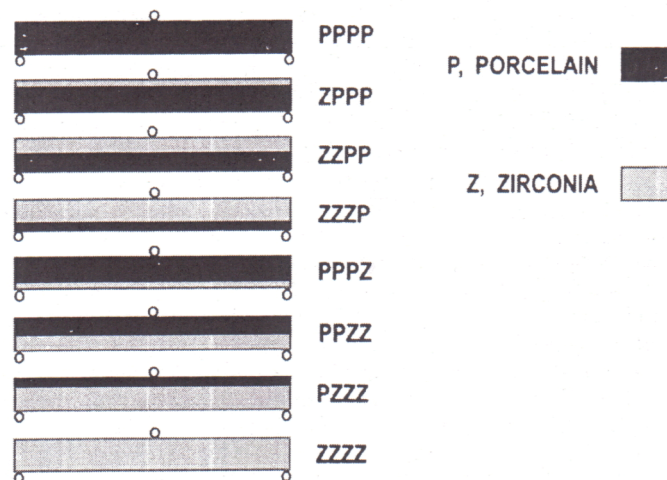
Eräs toinenkin materiaalia heikentävä löydös on tehty lonkkaproteesien käyttöön liittyen, jossa materiaalin olisi kestävä autoklaavilla sterilointi. Kosteassa ympäristössä, suhteellisen matalassa lämpötilassa (150–400°C), materiaalin pinnalla olevat metastabiilit tetragonaaliset kiteet alkavat muuttua stabiiliin monokliiniseen muotoon. Kiteen muuttuessa monokliiniseksi, se aiheuttaa ympärillä oleviin kiteisiin jännityksiä ja näin syntyy mikrohalkeamia. Prosessin eteneminen kiihtyy, kun kiteiden väliin tunkeutuu vettä. Vähitellen kiteet työntävät pois toisiaan ja materiaalin pintarakenne muuttuu rosoiseksi. Lopputuloksena on kestävyuden heikkeneminen. Tästä syystä zirkonian käyttö lonkkaproteesien materiaalina on vähentynyt. (Kelly – Denry 2008: 289–298.)

6.2 Posliinilla kerrostetun zirkonian kestävyystutkimuksia

6.2.1 Zirkonian paksuuden merkitys kestävyteen

Eräässä tutkimuksessa oli selvitetty posliinin/zirkonian paksuuden vaikutusta materiaalin kestävyteen. Tutkimuksissa käytetyt kappaleet olivat kaikki kooltaan 4x4x44mm. Ryhmiä oli 8, joista jokaista ryhmää kohti oli valmistettu 10 koekappaletta.

Zirkonian pinta oli kaikissa kappaleissa käsitelty 800-gritin SiC hiekkapaperilla. Yksi koeryhmä oli puhtaasti posliinia ja toinen kokonaan zirkoniaa, muut ryhmät koostuivat kummastakin aineesta eri suhteissa toisiinsa (kuvio 17). Testikappaleita rasiitettiin 3-pistetaivutuksella. Puolessa ryhmistä jännitys kohdistettiin posliiniosaan, puolessa zirkoniaan. Parhaimmat tulokset saatiin ryhmistä, jotka suurimmaksi osaksi koostuivat zirkoniasta ja jossa zirkonia oli jännityksessä, posliini puristuneessa tilassa. Testeissä saavutetut rasitukset olivat väliltä 77–786 MPa. Tutkimuksen tuloksien perusteella suositeltiin, että varsinkin siltojen (suureen jännitykseen joutuvat) välisien alapinnat jätettäisiin kerrostamatta. Suositeltavaa oli myös mahdollisimman paksujen zirkoniarakenteiden valmistus. Kuitenkin piti ottaa huomioon, että liian ohut posliinikerros voi murtua suurista purentavoimista johtuen. (White 2005: 125–131.)



KUVIO 17. Tutkimuksessa, jossa tarkasteltiin zirkonian paksuuden merkitystä kestävyteen koekappaleet oli jaettu kahdeksaan ryhmään kuvan esittämällä tavalla (White 2005).

6.2.2 Zirkonian ja posliinin välisen sidoksen tutkimuksia

Aiemmin on tutkittu vaikuttaako liner:n käyttö posliinin ja zirkonian sidostuvuuteen. Kyseisessä tutkimuksessa koekappaleet oli pintakäsitelty kolmea eri menetelmää käyttäen; timanttipastakiillotus, alumiinioksidi-hiekkapuhallus ja Rocatec-hiekkapuhallus (selitetetään myöhemmin tekstissä). Jokaisesta ryhmästä puolet oli käsitelty liner:llä ennen posliinin kerrostamista. Tutkimuksessa vertailtiin viiden eri valmistajan posliineja. Samassa tutkimuksessa selvitettiin myös zirkonian lämpökäsittelyn vaikutusta sidostuvuuteen. Tekniikka on erään posliinivalmistajan ohjeiden mukainen; siinä neuvotaan, että ennen posliinin kerrostamista, pintakäsiteltyä

zirkoniakappaletta lämmitettäisiin 1000°C:ssa 15 minuutin ajan. Valmistajan mukaan zirkoniakappaletta ei saisi pintakäsittellä laisinkaan sintrauksen jälkeen, koska pintakäsittely aiheuttaa faasimuutoksia. Jotta faasimuutokset palautuisivat ennalleen, täytyisi tehdä kyseinen lämpökäsittely. (Fischer – Grohmann – Stawarczyk 2008: 448–454; Vita All-Ceramics 2004–2005.)

Tutkimustulokset olivat suhteellisen tasaiset. Oletuksista poiketen, osa hiekkapuhalletuista ja Rocatec-käsitellyistä koekappaleista osoittautuivat heikoiksi, kuten myös lämpökäsittelyn läpikäyneet kappaleet. Tässä tutkimuksessa kaikki murtumat olivat kohesiivisiä. Jokaisessa testikappaleessa posliini oli antanut periksi ja rajakohtaan oli jäänyt pieni määrä posliinia. Tutkimustulokset antoivatkin enemmän tietoa siitä, kuinka suuria voimia posliini kestää eikä kuinka kestävä sidos zirkonian ja posliinin väliin oli muodostunut. (Fischer – Grohmann – Stawarczyk 2008: 448–454; Vita All-Ceramics 2004–2005.)

Eräässä toisessa tutkimuksessa selvitettiin vaikuttaako zirkoniarungon värjääminen posliinin sidostuvuuteen. Tutkimuksessa oli käytetty viittä zirkonia-lajia; kahta valkoista (värjäämätön) ja kolmea keltaiseksi värjättyä. Kerrostukseen oli käytetty kahta eri valmistajan posliinia. Pintakäsittelymenetelmät olivat jaoteltu seuraavasti; hiekkapuhallus, liner ja kontrolli (pelkkä CAD/CAM-jyrsintä). Tutkimuksessa oli käytetty microtensile bond strength -mittauksia. (Aboushelib – Kleverlaan – Stawarczyk 2008: 401–408.)

Tutkimuksessa oli huomattavissa selviä eroja pintakäsittelymenetelmien vaikutuksesta sidostuvuuteen. Tulos osoitti että liner:n käyttö vahvisti värjättyjen kappaleiden sidostuvuutta posliiniin. Hiekkapuhallusryhmän valkoisten zirkoniakappaleiden sidos näytti vahvistuneen, kun taas keltaiseksi värjättyjen zirkoniakappaleiden posliinisidos selvästi heikkeni, jopa heikommaksi kuin kontrolliryhmän sidokset. Pintakarkeusmittauksissa selvisi myös, että hiekkapuhalletuista keltaisen ryhmän pinta oli karkeampi (suurempia naarmuja sekä pintavaurioita) kuin valkoisessa ryhmässä. Tutkimus osoitti kuinka suuri merkitys on löytää yhteensopiva materiaali ja pintakäsittely, jotta saavutettaisiin paras ja kestävin lopputulos. (Aboushelib – Kleverlaan – Stawarczyk 2008: 401–408.)

7 TUTKIMUKSEN TAUSTA

7.1 Mitä tutkitaan

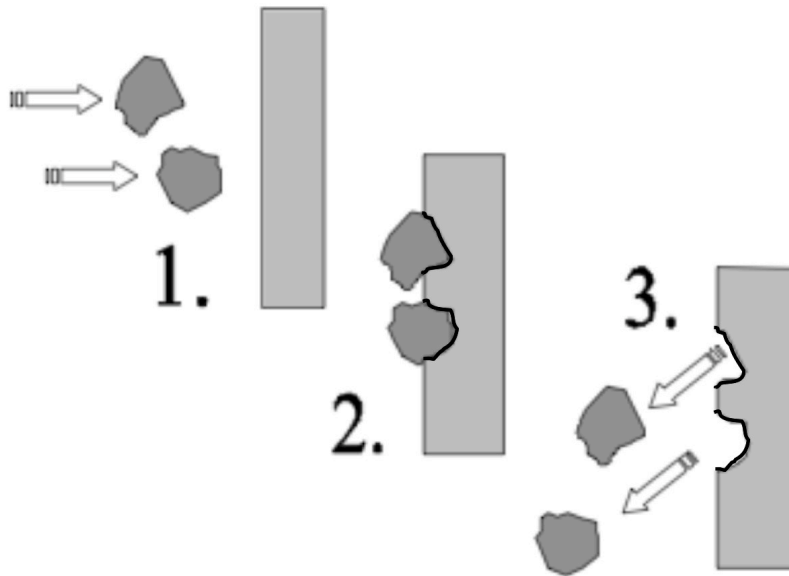
Tutkimuksen tavoite oli selvittää “Zirkonian pintakäsittelyn vaikutus sen mekaanisiin ominaisuuksiin ja posliinisidokseen”. Työ oli tutkimuspainotteinen. Ensin valmistettiin koekappaleet, jotka käsiteltiin erilaisilla pintakäsittelyparametreillä. Testikappaleille tehtiin mekaaniset rasitustestit. Tulokset koottiin, tehtiin tilastolliset analyysit ja arvioitiin tutkimuksen tuloksia. Tutkimuksessa käytetty materiaali oli Zirkozahn:in zirkoniumdioksidi.

Tutkimus tehtiin Turun Yliopiston hammaslääketieteen laitokselle, Hammasprotetiikka ja biomateriaalitieteen osastolle. Työ liittyi oppiaineen keraamitutkimusaihioon. Zirkonian käyttö on yleistynyt hyvin nopeasti viime vuosien aikana metallin korvaajana kiinteässä protetiikassa. Zirkonian suuri lujuus perustuu sen itsekorjaavaan ominaisuuteen, jossa mekaaninen kuormitus voi indusoida kiteen faasimuutoksen tetragonaalisesta monokliiniseen faasiin. Tällöin tapahtuu 3–5% tilavuuden kasvu. Tähän faasimuutokseen voidaan vaikuttaa erilaisilla pintakäsittelyillä kuten hiekkapuhalluksella tai hionnalla.

Zirkoniassa esiintyy toisinaan niin sanottu “chipping” ilmiö, jossa ohut posliinikerros voi irrota zirkoniarungosta. Käyttämällä optimaalista pintakäsittelyä zirkonian kanssa, voidaan zirkonia-posliiniliitos saada rittävän vahvaksi ja ehkäistä kyseessä oleva kliininen ongelma.

Rocatec on tribokemiallinen menetelmä (kuvio 18), jolla metallin, muovin tai keraamin pintaan saadaan ohut silikaattikerros. Tribokemiassa kemiallinen sidos saadaan aikaiseksi mekaanisen energian avulla. Kosteus tai rasva vaikuttaa epäedullisesti syntyvään kemialliseen sidokseen. Puhdistettu pinta käsitellään hiekkapuhaltamalla piioksidipäällysteisellä alumiinioksidilla. Tämä muodostaa ohuen silikaattikerroksen SiO_2 (110 μm :n tai 30 μm :n alumiinioksidi + SiO_2 = Rocatec Plus tai Rocatec Soft/Cojet). Tämän kylmäsilanoinnin hyviin puoliin kuuluu, että lämmönvaihtelut eivät pääse vaikuttamaan materiaalin käyttäytymiseen. Lämpötila nousee vain paikallisesti partikkeleiden iskeytyessä pinnoitettavaan pintaan 15 μm :n syvyyteen. Tähän tarvittava

energia saadaan, kun partikkelit kiihdyttävät 2,8 bar:n paineella 1000 km/h nopeuteen Rocatec-kynän suuttimen läpi. Kun keraamin pintaan on muodostettu silikaattikerros, kerrostettava posliini tarttuu siihen erittäin hyvin, sillä posliinin pääainesosa on piitä. (3M ESPE.)



KUVIO 18. Rocatec pintakäsittelyssä zirkonian pintaan kiinnittyy SiO₂-hiukkasia (3M ESPE).

7.2 Miksi tutkitaan

Tutkimuksessa on zirkoniale suoritettu erilaisia pintakäsittelymenetelmiä. Tarkoituksena oli selvittää niiden vaikutusta zirkonian kestävyYTEEN. Laboratoriossa käytettävistä pintakäsittelymenetelmistä osa saattaa jopa heikentää zirkonian mekaanisia ominaisuuksia.

Kliiniset tutkimukset osoittavat että Y-TZP -runkoisista, posliinilla kerrostetuista keraamisista töistä murtuneita on 3 vuoden käytön jälkeen 13,0% ja 5 vuoden käytön jälkeen 15,2% (Fischer – Grohmann – Stawarczyk 2008: 448). Näin suuri murtuneisuusprosentti viestii siitä, että vielä on tapahduttava paljon kehitystä, jotta saavutetaan luotettava ja kestävä lopputulos.

Hammasteknisessä laboratoriotyöskentelyssä zirkoniakappaleita käsitellään eri menetelmillä ennen posliinin kerrostamista. Eri pintakäsittelymenetelmien vaikutuksesta posliinisidokseen ei juuri ole aiempia tutkimustuloksia. Tutkimuksissa,

joissa tarkoituksena on ollut tarkastella posliinin- ja zirkonian-välistä sidosta, lopputuloksena on saatukin tutkimus posliinin kestävydestä. Näissä testeissä rasiuskuormitus on painottunut pääasiassa posliinille eikä sidokselle.

Nyt tehdyssä tutkimuksessa on pyritty löytämään menetelmä, jossa suurin rasius kohdistuu posliinin ja zirkonian väliseen sidokseen. Tarkoituksena on ollut löytää optimaalinen pintakäsittelymenetelmä, joka sekä vahvistaa zirkoniaa että tekee mahdollisimman vahvan sidoksen posliinin ja zirkonian välille.

Tieteellisiä tutkimuksia ei juurikaan ole, koska suurin osa zirkoniamateriaalien tutkimuksista on valmistajan itsensä tekemiä. Tällöin puolueeton näkökulma kyseisistä materiaaleista puuttuu.

8 TUTKIMUKSESSA KÄYTETYT LAITTEET

Kaikkien tutkimuksessa käytettyjen laitteiden tiedot löytyvät liitteistä (liite 2). Seuraavissa kappaleissa käydään läpi muutaman käytössä olleen laitteen toimintoja.

8.1 Kultapinnoituslaite (Sputteri)

Näytekappaleet preparoitiin SEM-tutkimuksia varten sputterilla (kuvio 19). Sähköä johtamattomat materiaalit, kuten zirkonia, on pinnoitettava sähköä/eletroneja johtavaksi joko kullalla (kuvio 20) tai hiilellä. Pinnoituksen paksuus on nanometriluokkaa riippuen sputterointiajasta ja sputterointivirrasta.



KUVIO 19. Sputter Coater, Bal-tec, SCD 050

Sputteriin laitettavat näytekappaleet puhdistetaan tarkoin alkoholilla. Puhdistamisen jälkeen ne kiinnitetään hiiliteipillä metallipalikkaan ja asetellaan sputterin näytekammioon. Näytekammiota huuhdellaan argonkaasulla moneen kertaan. Argon-kaasu helpottaa ei-toivottujen kaasujen (kuten vesihöyry) poistamista kammiossa. Kammiossa ilmakehän tulisi koostua

suurimmaksi osaksi argonista ja paineen tulisi olla 0,05–0,1mbar:in välillä, jotta sputterointi voisi alkaa. (Bal-Tec 1999).

Sputterointiprosessi saa alkunsa siitä, kun katodiin (kulta) johdetaan suurjännite. Tällöin katodin ja anodin (näytekappalealusta) välille syntyy suurjännitekenttä. Tässä kentässä olevat vapaat elektronit alkavat törmäillä argon-atomien kanssa. Jokainen törmäys irroittaa argon-atomien uloimmasta kerroksesta yhden elektronin, jolloin neutraalit argon-atomit saavat positiivisen latauksen. Reaktioista johtuen syntyy plasma (kammioon syttyy sininen sädekehä) (kuvio 20). (Bal-Tec 1999).



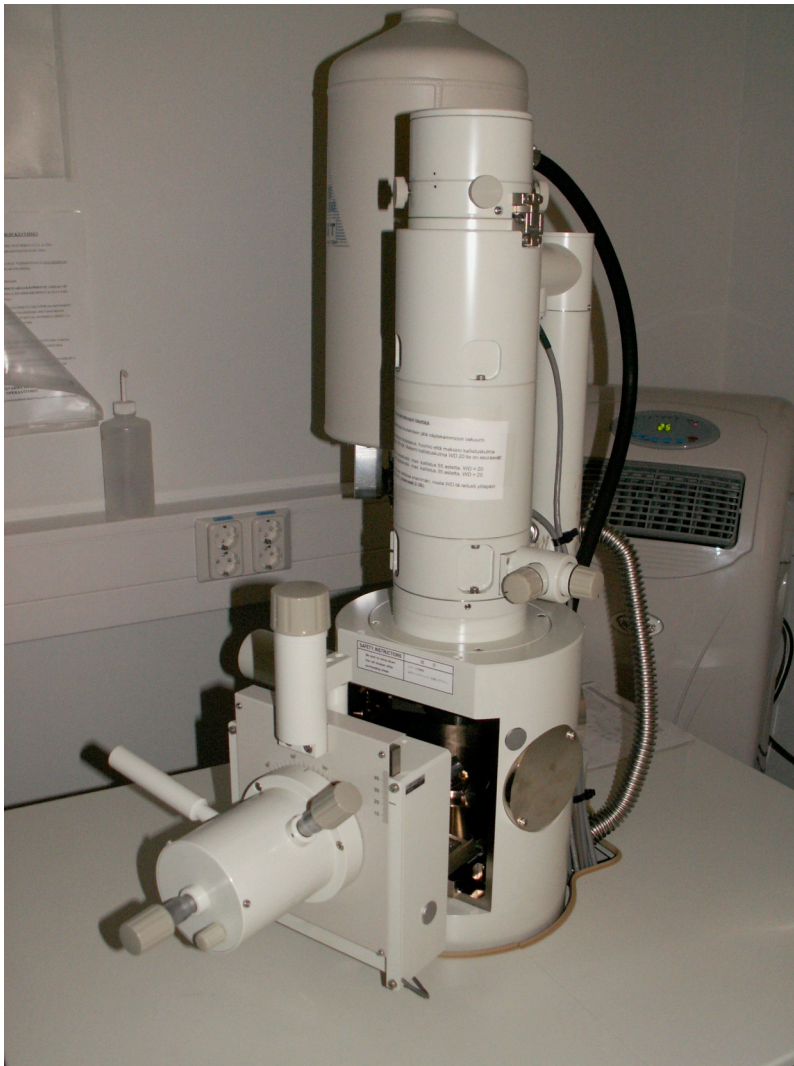
KUVIO 20. Plasma ja valmiit kullatut zirkonia-näytekappaleet.

Positiivisesti latautuneet argon-atomit kiihdyttävät vauhtiaan ja alkavat törmäillä katodin metallipinnan kanssa. Katodista irtoavat metalli-atomit muodostavat pilven kammion ilmakehään. Vähitellen metalli-atomit irtoavat pilvestä ja jakautuvat tasaisesti näytekappaleiden pinnoille. Tällä menetelmällä saadaan myös erittäin hankalat syväuurtiset pinnat kauttaaltaan pinnoitetuiksi. (Bal-Tec 1999).

8.2 Pyyhkäisyelektronimikroskooppi, SEM

SEM -laitteen (kuvio 21) toiminta perustuu siihen, että korkeaenerginen elektronisuihku “ammutaan” kohti näytekappaleen pintaa. Kun elektronisuihku osuu näytteen pintaan siitä kimpoaa sekundaarielektroneja, jotka kerätään sensoriin. Elektronisuihku saadaan aikaiseksi kuumentamalla filamenttia (katodinen elektronilähde) niin paljon, että elektronit irtautuvat sen pinnalta (terminen emissio). Korkeajännite poistaa tehokkaasti kaikki filamentista irronneet elektronit ja kiihdyttää ne suureen liike-energiaan. Elektronit kulkevat tyhjiössä aukollisen metallilevyn läpi kohti näytekappaleen pintaa.

Elektronit reagoivat näytteen pinnalla olevien atomien kanssa. Yhdessä ne muodostavat signaaleja, joiden avulla pystytään tulkitsemaan pinnan topografiaa ja saadaan muita tietoja pinnan ominaisuuksista, kuten sähkönjohtavuudesta. Elektronisuihkun intensiteetti (elektronien määrä näytteen pinta-alayksikköä kohden, suihkun poikkileikkausalueella) vaikuttaa elektronien- ja näytteen-välisen vuorovaikutuksen määrään ja sitä kautta näkyvän kuvan syntymiseen. (Lepistö 2000; Wikipedia 2008.)



KUVIO 21. JEOL Scanning Electron Microscope JSM-5500 with PGT Prism 2000-Si(Li) EDS detector, Jeol Ltd., Tokyo, Japan.

Pyyhkäisyelektronimikroskoopin kuvan tuottamiseen tarvitaan: elektronilähde (eli filamentti), elektronien liikeratoja kontrolloivat linssit, matalassa paineessa oleva tila, jossa elektronit pystyvät liikkumaan ilman mainittavaa energian menetystä tai

siroamista, matalan paineen synnyttämiseen soveltuva laitteisto, näytteenpidin ja kuvan muodostamiseen tarvittavat laitteet (Lepistö 2000: 11).

Filamenttina on usein käytetty volframia, koska sillä on metallien korkein sulamispiste ja sietää siksi hyvin lämmittämistä. Lisäksi volframi on hinnaltaan edullinen. Viimevuosina on yhä enemmän alettu käyttää lantaaniheksaboridia (LaB_6). Näiden kahden termisen lähteen lisäksi on käytössä kenttäemissioon perustuva elektronilähde. Sen hinta on kalliimpi kuin termisten lähteiden, mutta laadultaan se on huomattavasti parempi. (Lepistö 2000; Wikipedia 2008.)

SEM-tarkasteluissa käytettävien näytteiden tulisi pääsääntöisesti olla ainakin pinnaltaan sähköä johtavia, koska muuten elektronisuihku aiheuttaa näytteeseen sähkövarauksen. Sähköä johtamattomat näytteet pinnoitetaan sputteroimalla tai höyrystämällä. Yleinen pinnoitusmateriaali on kulta. Muita pinnoitukseen soveltuvia materiaaleja ovat esimerkiksi platina, osmium, kulta/palladium ja iridium. (Lepistö 2000; Wikipedia 2008.)

8.3 Aineenkoetuslaitteet

Zirkonian kestävyyttä testattiin Lloyd instruments LRX -laitteella. Samalla laitteella pystyi suorittamaan eri testauksia vaihtamalla koneen osia kuten alustaa ja männän kärkeä. Tällä laitteella suoritimme 3-pistetaivutus-, biaxiaaliset- ja push out -testit. Sidoslujuustestauksiin käytettiin Dillon Quantrol, Microtensile tester:iä.

9 TUTKIMUKSEN KULKU

9.1 Koekappaleiden valmistus

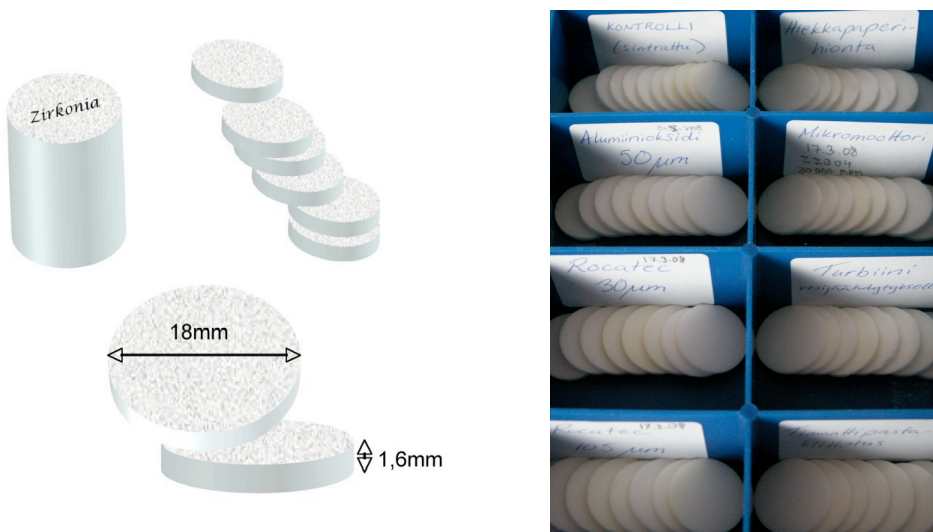
Pintakäsittelyjen vaikutusta zirkonian lujuuteen ja zirkonian ja posliinin väliseen sidokseen tutkittiin neljällä eri tutkimusmenetelmällä:

Menetelmistä kaksi a) biaxiaalinen ja b) 3-pistetaivutus mittasivat zirkonian murtumalujuutta ja toiset kaksi c) push out ja d) microtensile mittasivat zirkonian ja posliinin välistä sidoslujuutta.

Zirkoniakappaleet sahattiin määrätyn kokoiseksi, standardisoitujen testausmenetelmien mukaisesti, esimerkiksi biaxiaalinen testi tehtiin ISO-standardin 6872 mukaisesti. Tutkimuksessa on käytetty yleisesti hammastekniikassa käytettyjä zirkonian pintakäsittelymenetelmiä.

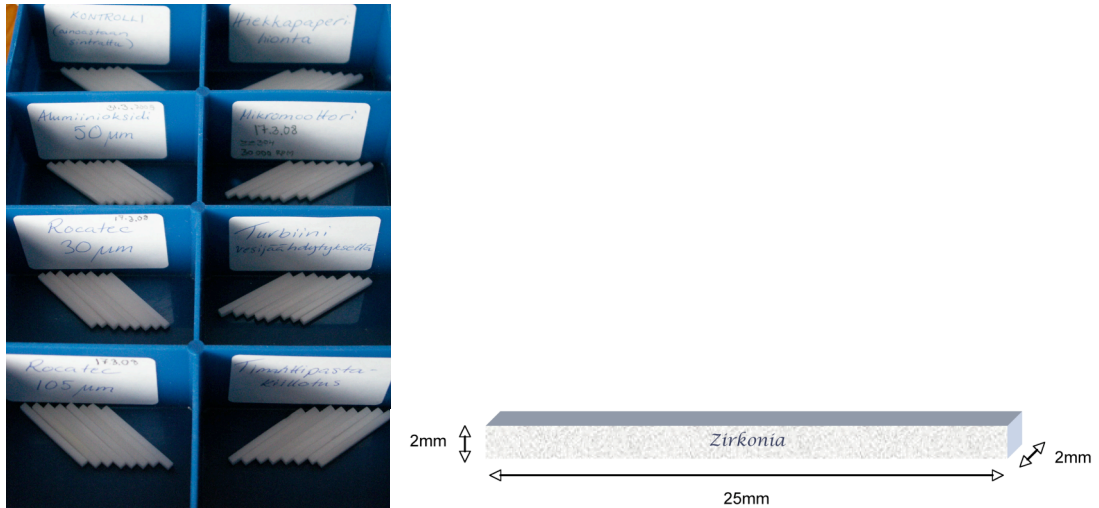
9.1.1 Zirkoniatestikappaleet

Testaussarjan a) biaxiaalinen, testikappaleet sahattiin (Leitz wetzlar 1600, terä: Winter D46N) zirkoniablokeista (Zirkonzahn 1, LOT ZA70023D) pyöreiksi kiekkoiksi (kuvio 22). Sahatut koekappaleet ($\varnothing 18\text{mm}$) hiottiin 2.0 mm paksuuteen SiC-hiekkapaperilla, lopullisen karkeuden ollessa 4000 grit (Struers A/S, Denmark). Kosteuden vaikutusta kestävyteen testattiin hiomalla osa kiekkoista (40 kappaletta) vesijähdytyksellä ja loput kuivana.



KUVIO 22. Lieriön muotoinen zirkoniakappale sahattiin tasakokoisiksi kiekkoiksi.

Testaussarjan b) 3-pistetaivutus, testikappaleet sahattiin (Leitz wetzlar 1600, terä: Winter D46N) zirkoniablokeista (Zirkonzahn 3, LOT ZA70011E) tikuiksi. Sahatut kappaleet hiottiin tarkkaan mittaan 2,4mm x 2,4mm x 30mm SiC-hiekkapaperilla, lopullisen karkeuden ollessa 4000 grit (Struers A/S, Denmark), jolloin ne sintrauksessa kutistuivat kuvassa (kuvio 23) olevaan kokoon (2.0x2.0x25mm).



KUVIO 23. Toista testausta varten kappaleet sahataan tulitikkumaisiksi.

Testikappaleet sintrattiin uunissa (Zirkonofen 600, Zirkonzahn, nro BGAH 0011A70081, Italia) noin 1500°C:ssa valmistajan ohjeiden mukaisesti. Vesihiotut testikappaleet kuivatettiin infrapunalampan (Zirkonzahn, Zirkonlampe 250, Bruneck, Italia) alla ennen sintrausta.

Testaussarjaan a) valmistettiin 73 testikappaletta, jotka jaettiin yhdeksään testiryhmään. Kahdeksassa testiryhmässä oli 8 kappaletta ja yhdessä testiryhmässä 9 testikappaletta. Ylimääräinen testaussarja muodostui 40:stä vesihiotusta testikappaleesta, jotka jaettiin kahdeksaan 5:n testikappaleen ryhmään.

Testaussarjaan b) valmistettiin 71 testikappaletta, jotka jaettiin yhdeksään testiryhmään. Kahdeksassa testiryhmässä oli 8 testikappaletta ja yhdessä oli 7 testikappaletta.

Kutakin testaussarjaa kohden tehtiin seuraavat pintakäsittelymenetelmät:

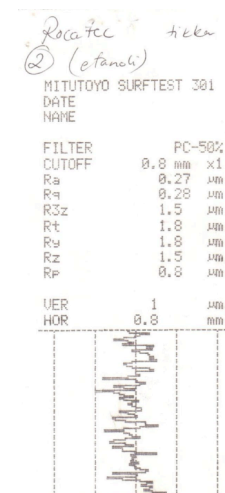
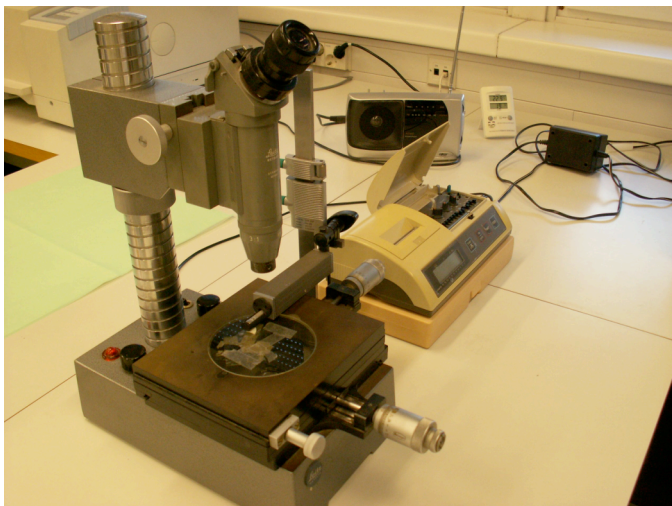
- kontrolli
- alumiinioksidi 50µm
- Rocatec 30µm
- Rocatec 105µm
- mikromoottori/kivipora
- turbiini/timanttipora
- hiekkapaperi SiC4000
- timanttipastakiillotus
- höyrypesu

9.2 Pintakäsittelymenetelmät

Kontrolli-testiryhmän testikappaleet jätettiin pintakäsittelymättä. Kaikki hiekkapuhallusryhmät alumiinioksidi 50 μ m (Renfert, Vario Basic, nro B01584, Saksa), Rocatec 30 μ m ja 105 μ m (Combistrahler LELEUX, nro 29173, Saksa) käsiteltiin samalla tavalla. Hiekkapuhallussuutin kohdistettiin kohtisuoraan testikappaleen pintaan 1cm:n etäisyydeltä, 2,8 bar:n paineella. Kiekkoja käsiteltiin 35 sekuntia/puoli ja tikkuja 10 sekuntia/sivu. Mikromoottoripintakäsittelyssä (Marathon, Multi 600) käytettiin hiomakiveä (Elaboration stone for zirconia ZZ304). Kiekkojen molemmat puolet ja tikkujen neljä pitkää sivua käsiteltiin kauttaaltaan, käyttäen kierroslukua 30 000 RPM. Turbiini (Planmeca Oy, Hki.,Fin) /timanttioratestiryhmien kappaleet käsiteltiin vain yhdeltä sivulta. Hiekkapaperiryhmien kappaleet käsiteltiin kauttaaltaan, kunnes pinta oli tasainen ja kiiltävä. Timanttipastakiillotus (Kohinoor) suoritettiin testikappaleiden yhdelle sivulle mikromoottorilla (Marathon, Multi 600), käyttäen kiillotusharjaa (Opra Fine, Promo Pack, Ivoclar Vivadent). Höyrypesu (Plyno, Matricola 5280-97, Modello GV, Potenza assorbita KW o KVA, Bologna, Italia) suoritettiin kiekkoille 1min./puoli ja tikuille 30sek./sivu.

9.3 Pinnankarkeusmittaus

Jokaisen testikappaleen pinnankarkeus mitattiin pinnankarkeusmittarilla (Leitz Wetzlar 601908, Germany) (kuvio 24) ja RA-arvot rekisteröitiin (RA=aritmetrinen keskiarvo) (Mitutoyo surfest 301, Japan).

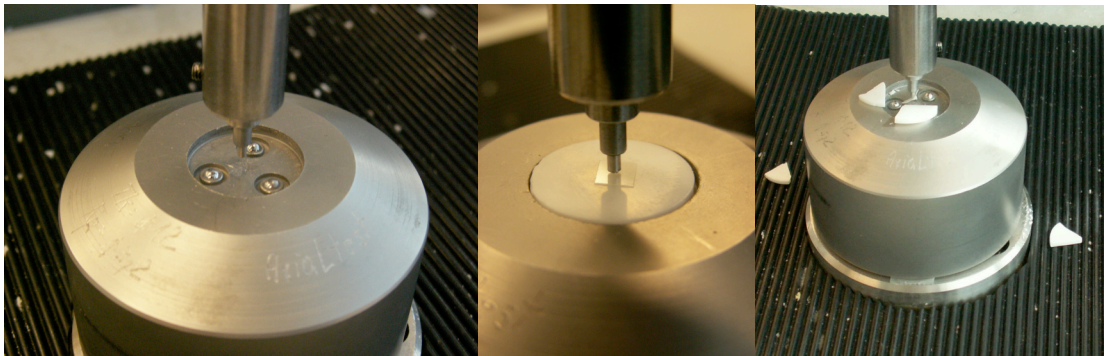


KUVIO 24. Koekappaleiden pinnankarkeuden mittauslaite sekä mittaustuloste.

9.4 Testausmenetelmät

9.4.1 Biaxiaalinen-testaus (ISO 6872 standardin mukaisesti)

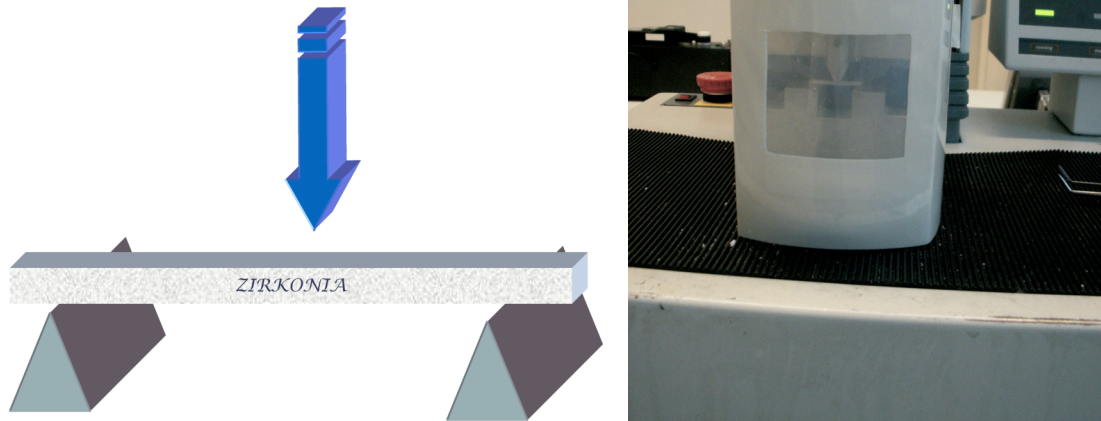
Aineenkoetuslaitteeseen (LLOYD LRX, Lloyd Instruments Ltd., Fareham, UK.) asennettiin biaxiaalista testausta varten jigi (Axial test, Tk Ø 12, Kp Ø 3,2) sekä mäntä, johon liitettiin kärki (Ø 1.6mm, kärki nro 2) (kuvio 25). Testikiekkujen paksuudet mitattiin (Mitutoyo, Japan) ennen testiä. Kiekkot asetettiin alustalle käsitelty pinta alaspäin. Testikiekkon ja kuormitusjärjen väliin laitettiin ohut muovifolion pala eliminoimaan kuormituskohtaan syntyviä jännityskeskittymiä. Mäntä kuormitti testikappaletta 1mm/min., kunnes kappaleen murtumapiste saavutettiin. Tietokone rekisteröi mittaustulokset Nexygen 4.0 software (Lloyd Instruments Ltd., Fareham, UK) -ohjelmalla.



KUVIO 25. Zirkoniakiekkot asetetaan paikoilleen, kolmen kuulan päälle, biaxiaalista testausta varten.

9.4.2 3-pistetaivutus -testaus (ISO 10477 standardin mukaisesti)

Aineenkoetuslaitteeseen asennettiin 3-piste-testausta varten soveltuva jigi sekä mäntä ja kärki (kärki nro 2). Testitikku asetettiin alustalle käsitelty pinta alaspäin (kuvio 26). Mäntä kuormitti testikappaletta 1mm/min, kunnes kappaleen murtumapiste saavutettiin. Tietokone rekisteröi mittaustulokset Nexygen 4.0 software (Lloyd Instruments Ltd., Farenham, UK) -ohjelmalla.



KUVIO 26. Zirkoniakappaleen 3-pistetaivutus.

9.5 SEM-tutkimukset

Biaxiaalisen testausarjan kustakin testiryhmästä testikiekon pala preparoitiin sputteroimalla (Sputter Coater, Bal-tec, SCD 050). Sputterissa näytteet saivat kultapinnoitteen.

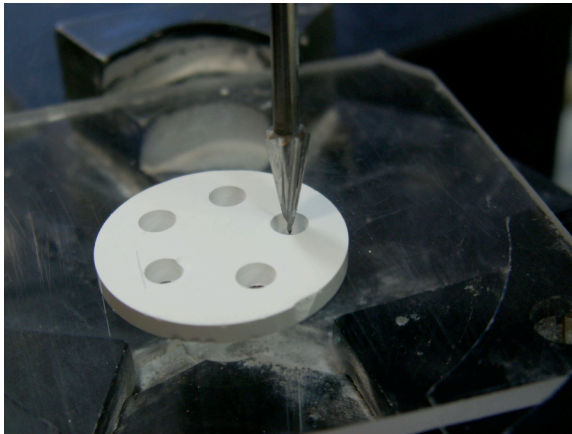
Kullattuja testikappaleita tarkasteltiin pyyhkäisyelektronimikroskoopilla (JEOL Scanning Electron Microscope JSM-5500 with PGT Prism 2000-Si(Li) EDS detector, Jeol Ltd., Tokyo, Japan). Näytteiden pinnan struktuuria tarkasteltiin käyttäen suurennoksia; 250x, 1000x ja 2000x. Suurimmalla suurennoksella näki konkreettisimmin eri pintakäsittelyjen aikaansaamien pintastruktuurien erot. Suurennoskuvat löytyvät liitteistä (liite 7).

9.6 Zirkonian ja posliinin välisen sidoslujouden testaus

9.6.1 Testikappaleiden valmistus

Ryhmän c) push out testikappaleet sahattiin (Leitz wetzlar 1600, terä: Winter D46N) zirkoniablokeista (Zirkonzahn 1, LOT ZA806B) pyöreiksi kiekkoiksi. Sahatut kappaleet (\varnothing 18mm) hiottiin tarkalleen 2,4mm paksuisiksi SiC-hiekkapaperilla, lopullinen karkeus 4000 grit (Struers A/S, Denmark). Posliinia varten jokaiseen kiekkoon porattiin

(porauslaite: Cendres & Metaux S.A. 2501 Biel-Bienne, Switzerland ja poranterä: experimental, modifioitu hiiliteräsporanterästä) viisi identtistä, koonista (tässä tutkimuksessa = katkaistu, suora ympyräkartio) reikää (kuvio 27). Reiän seinämän kaltevuus oli $8,5^\circ$. Testikappaleet sintrattiin uunissa (Zirkonofen 600, Zirkonzahn, nro BGAH 0011A70081, Italia) valmistajan ohjeiden mukaisesti. Sintrauksen jälkeen koonisen reiän suuremman aukon halkaisija oli n. 3mm ja pienemmän n. 2mm.



KUVIO 27. Zirkoniakiekkoihin sahattiin viisi samankokoista reikää.

Testaussarjaan c) valmistettiin 18 kiekkoa, jotka jaettiin 6 ryhmään. Jokaisessa ryhmässä oli kolme testiekkoa, joihin kuhunkin oli porattu viisi reikää posliinia varten.

9.6.2 Pintakäsittely

Kiekkoihin porattujen koonisten reikien seinämät pintakäsiteltiin kolmella eri menetelmällä. Kullakin pintakäsittelymenetelmällä käsiteltiin kaksi testiryhmää.

- kontrolli
- alumiinioksidi $50\mu\text{m}$
- Rocatec $30\mu\text{m}$

Kontrolliryhmät jätettiin sintrauksen jäljiltä käsittelemättä. Sekä alumiinioksidi $50\mu\text{m}$ että Rocatec $30\mu\text{m}$ hiekkapuhalluskäsittelyssä käytettiin 2,8 bar:in painetta.

9.6.3 Posliininkerrostus

Push out-testikappaleiden reikiin kerrostettiin kahden eri valmistajan posliinia. Kolmen testiryhmän (kontrolli, alumiinioksidi 50 μ m, Rocatec 30 μ m) koonisiin reikiin kerrostettiin Zirkozahnin Ice Zirkonia Keramik -posliinia (muotoiluneste: Building Up Liquid, LOT BA60002A) ja kolmen testiryhmän reikiin GC:n Initial Zr -posliinia (muotoiluneste: Modelling Liquid, LOT 200510171). Posliinit sekoitettiin ja kerrostettiin yleisten laboratorionkäytäntöjen mukaisesti (kuvio 28).



KUVIO 28. Zirconiakiekot, posliinitäytteellä. Reiät, joihin posliini on kerrostettu, ovat katkaistun, suoran ympyräkartion muotoisia. Sivukaltevuus on 8,5°.

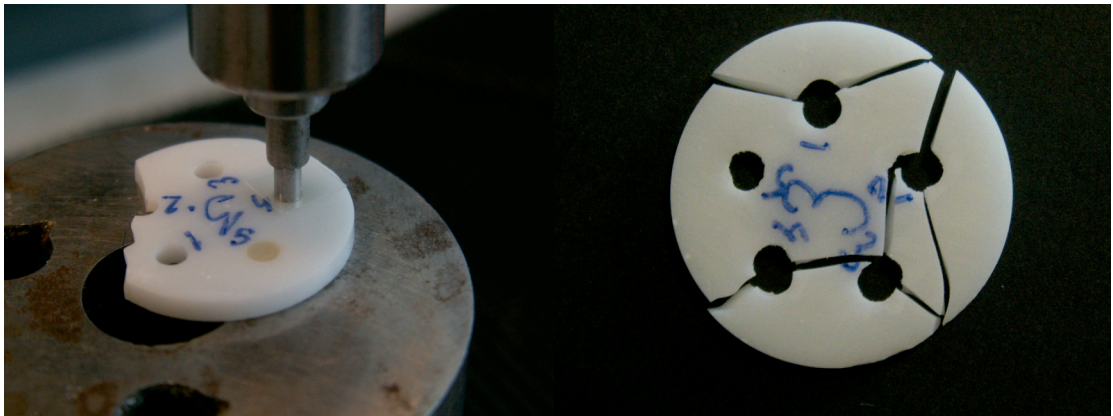
Kaikki Ice Zirkonia Keramik -posliinilla tehdyt kerrostukset tehtiin seuraavalla tavalla. Ensimmäinen kerros posliinia (Dentin Opaker, LOT KA50054A) kerrostettiin koonisen reiän seinämille. Toinen ja kolmas kerrostus tehtiin dentiinimassalla (B4 Dentin, LOT KA 50046A) ja viimeinen, neljäs kerros kärkivärillä (S4 Enamel, LOT KA50070A). Kukin kerros poltettiin erikseen valmistajan ohjeiden mukaan posliiniuunissa (Dentsply, Multimat Mach 3, nro M31573, Saksa). Posliini hiottiin samaan tasoon kiekon pinnan kanssa (SiC, lopullinen karkeus 4000 grit). Lopuksi näille kiekkoille tehtiin kiiltopoltto.

GC:n Initial Zr -posliini kerrostettiin samaan tapaan kuin Ice Zirkonia Keramik -posliini. Ensimmäinen kerros kerrostettiin käyttäen Frame Modifier:iä (FM-2, LOT 200507131), toinen ja kolmas kerros dentiinimassalla (D-A3, LOT 200412221) ja viimeinen kerros kärkivärillä (E-59, LOT 200509271). Kukin kerros poltettiin erikseen

valmistajan ohjeiden mukaan posliiniuunissa (Dentsply, Multimat Mach 3, nro M31573, Saksa). Posliini hiottiin samaan tasoon kiekon pinnan kanssa (SiC, lopullinen karkeus 4000 grit). Lopuksi näille kiekkoille tehtiin kiiltopolttu.

9.6.4 Push out -testaus

Aineenkoetuslaitteeseen asennettiin push out -testausta varten soveltuva alusta sekä mäntä ja kärki. Testikiekko asetettiin alustalle koonisen kolon kapeampi suuaukko ylöspäin (kuvio 29). Männän kärki kohdistettiin tarkasti reiän kohdalle. Testikiekon ja kuormituskärjen väliin laitettiin ohut muovifolion pala eliminoimaan kuormituskohtaan syntyviä jännityskeskittymiä. Männän kuormitusnopeus oli 0,2mm/min. Kuormitusta jatkettiin kunnes posliinisylinteri irtosi zirkoniasta. Tietokone rekisteröi mittaustulokset Nexygen 4.0 software (Lloyd Instruments Ltd., Fareham, UK) -ohjelmalla.



KUVIO 29. Push out -testauksessa oleva palikka. Osa testeissä olleista palikoista murtui (kuten kuvassa) ja osa pysyi kokonaan ehjinä. Näiden murtumamekanismien perusteella näytteet jaettiin kohesiiviseen ja adhesiiviseen murtumalajiin.

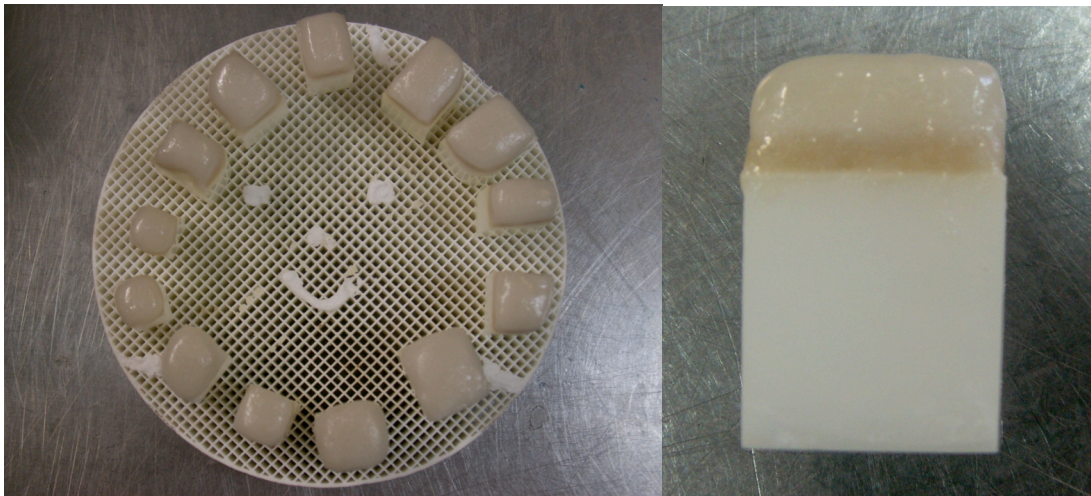
9.7 Microtensile-testaus

9.7.1 Testikappaleiden valmistus

Ryhmän d) microtensile, testausta varten zirkonia (Zirkonzahn 3, LOT ZA70011E) sahattiin (Leitz wetzlar 1600, terä: Winter D46N) kuutioiksi. Sintrauksen jälkeen testikappaleesta pintakäsiteltiin yksi sivu, seuraavia pintakäsittelymenetelmiä käyttäen: alumiinioksidi 50µm ja Rocatec 30µm. Kontrolliryhmä jätettiin käsittelemättä. Hiekkapuhallus tehtiin kohtisuoraan 1cm:n etäisyydeltä 2,8 bar:n paineella. Testaukset

tehtiin kahden eri valmistajan posliineilla (GC Initial Zr ja Zirkozahnin Ice Zirkonia Keramik). Kummassakin posliiniryhmässä yllämainitut pintakäsittelymenetelmät muodostivat testiryhmät. Yhteensä ryhmiä oli siis kuusi, jokaisessa kymmenen testikappaletta.

Zirkoniakuutioiden pintakäsitellyille pinnoille kerrostettiin posliinia kunnes vähintään 4mm:n posliinikerros oli saavutettu (kuvio 30).



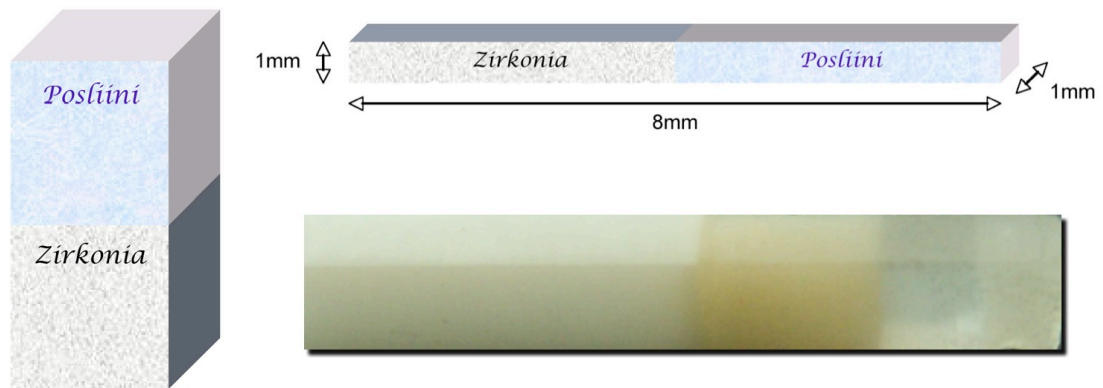
KUVIO 30. Posliinilla kerrostetut zirkoniakuutiot.

Zirkozahnin Ice Zirkonia Keramik -posliinin ensimmäinen kerros oli ohut dentiiniopaakki (Dentin Opaker, LOT KA50054A). Seuraavat kerrostukset tehtiin dentiinimassalla (B4 Dentin, LOT KA 50046A) ja viimeiset kärkivärillä (S4 Enamel, LOT KA50070A). Kukin kerros poltettiin erikseen valmistajan ohjeiden mukaan posliiniuunissa (Dentsply, Multimat Mach 3, nro M31573, Saksa).

GC:n Initial Zr -posliini kerrostettiin samaan tapaan kuin Ice Zirkonia Keramik -posliini. Ensimmäinen kerros kerrostettiin FM-2 -posliinilla (LOT 200507131), seuraavat kerrokset dentiinimassalla (D-A3, LOT 200412221) ja viimeiset kerrokset kärkivärillä (E-59, LOT 200509271). Kukin kerros poltettiin erikseen valmistajan ohjeiden mukaan posliiniuunissa (Dentsply, Multimat Mach 3, nro M31573, Saksa).

Valmiiksi kerrostetuista kuutioista sahattiin (Leitz wetzlar 1600, terä: Winter D46N) 1x1x8mm:n kokoisia tikkuja (kuvio 31). Sahauksia jatkettiin kunnes kolme timanttisahanterää oli rikkoutunut. Sintrattu zirkonia vaikutti olevan liian kova

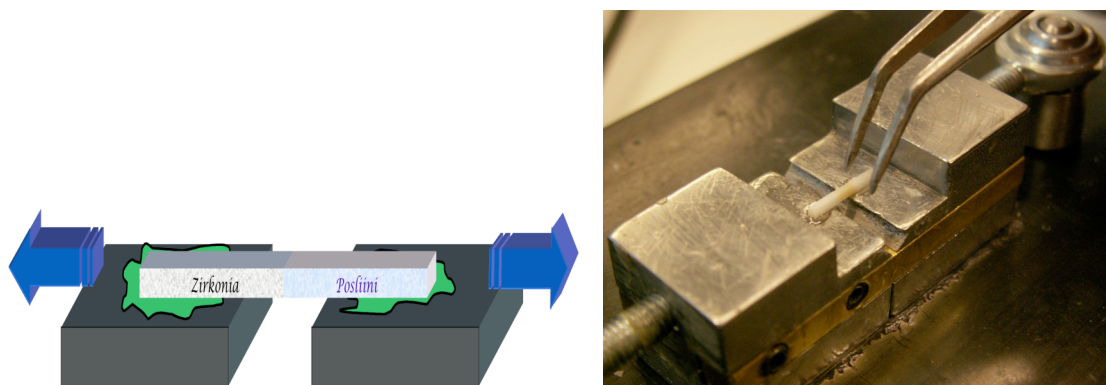
materiaali kyseiselle sahauslaitteelle, joten tämä testausmenetelmä päätettiin jättää kokeiluasteelle. Testikappaleita oli saatu valmiiksi ainoastaan kahteen ryhmään: 23kpl Rocatec 30 μ m Ice Zirkonia Keramik -posliinilla sekä 8kpl alumiinioksidi 50 μ m GC:n Initial Zr -posliinilla. Siitä huolimatta, että testausryhmiä ei saatu valmistettua, suoritimme microtensile-testaukset valmistamillemme testikappaleille.



KUVIO 31. Sintrattu zirkoniakappale, jonka päälle posliini on kerrostettu. Kappale sahattiin pienemmiksi näytekappaleiksi (1x1x8mm) posliinipolton jälkeen.

9.7.2 Sidoslujuus vetotesti (Microtensile-testi)

Jokaisesta tikusta mitattiin (Mitutoyo (U.K.) Ltd., England) zirkonian ja posliinin saumakohdan paksuus. Testitikku liimattiin pikaliimalla (syanoakrylaatti) tikun molemmista päistä vetolujuustestilaitteen (microtensile tester, Dillon Quantrol) metallisille vetolevyille (kuvio 32). Vetolevyt rasittivat testitikkuja vetämällä sitä vastakkaisiin suuntiin (1mm/min) kunnes kappale murtui. Tulokset kirjattiin muistiin käsin.



KUVIO 32. Tämä erittäin pienikokoinen koekappale liimattiin testauslaitteen kumpaankin levyyn, minkä jälkeen tehtiin vetosidoslujuustesti.

10 TULOKSET

One-way ANOVA osoitti, että 3p-taivutustesteissä eri pintakäsittelyillä on tilastollista eroa ($p < 0,001$) zirkonian lujuuden suhteen (taulukko 1).

TAULUKKO 1. 3-pistetaivutus -tulosten analysointitulokset.

lujuus

Tukey HSD

pintakäsittely	N	Subset		
		1	2	3
mikromoottori	8	1129,052		
kontrolli	7	1141,078		
höyrypesu	7	1200,581	1200,581	
timanttipasta	8	1221,843	1221,843	
turbiini	8	1315,288	1315,288	1315,288
Rocatec 105 μ m	8	1411,452	1411,452	1411,452
SiC-paperi	8	1498,898	1498,898	1498,898
alox 50 μ m	8		1543,949	1543,949
Rocatec 30 μ m	8			1615,900
Sig.		,078	,130	,266

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 57347,380.

Pinnankarkeusanalyysissä ANOVA osoitti, että vain turbiinikäsittely erosi tilastollisesti muista ryhmistä ($p < 0,001$) (LIITE 6, taulukko 2).

Biaxiaalisessa testissä Two-way ANOVA osoitti, että vesihionta ei vaikuttanut sintraamattoman zirkonian mekaanisiin ominaisuuksiin ($p < 0,266$) (LIITE 6, taulukko 3). Sen sijaan pintakäsittelyllä oli merkittävä vaikutus ($p < 0,001$).

Push out -testi: Two-way ANOVA osoitti, että kumpikaan tekijä; pintakäsittely $p = 0,434$ tai posliinin tyyppi $p = 0,796$, ei antanut tilastollisesti merkittävää eroa. Muuttujien

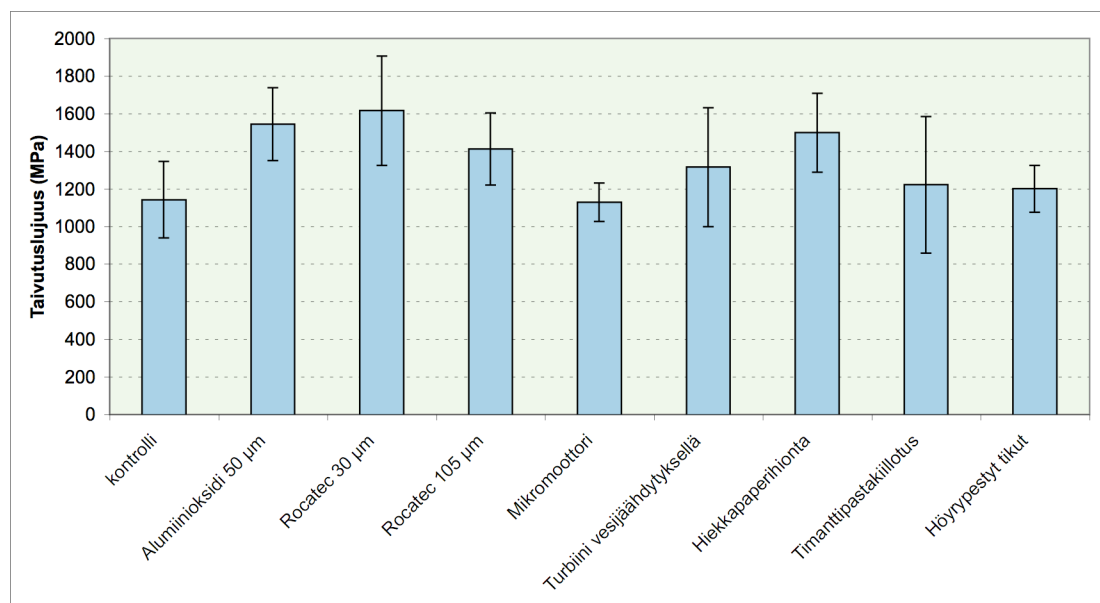
välillä esiintyi kuitenkin tilastollisesti merkittävä vuorovaikutus $p=0,003$. Push out -testin mekaanisiin arvoihin ei näyttänyt vaikuttavan onko murtuma kohesiivinen vai adhesiivinen.

Pinnan karkeudella on tilastollisesti merkittävä vaikutus lujuusarvoihin 3-piste -taivutuksessa (korrelaatiokerroin $-0,363$ ja $p=0,003$). Tämä on tulkittava niin että jos pinnan karkeus lisääntyy, niin mekaaniset lujuusarvot laskevat.

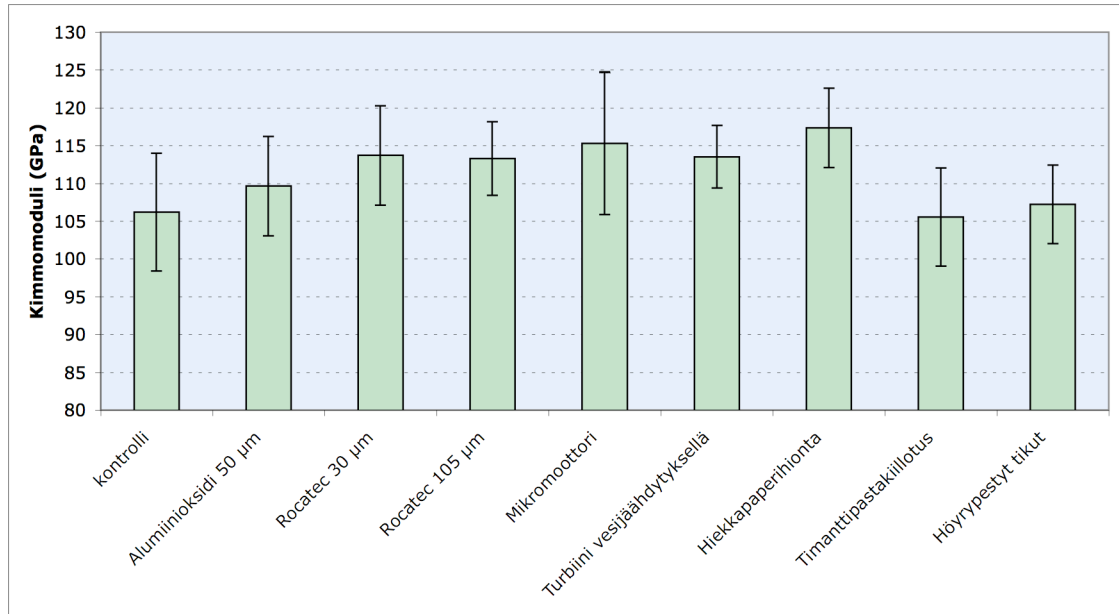
10.1 3-pistetaivutus ryhmä

Tarkasteltaessa 3-pistetaivutus ryhmän pintakäsittelyjen vaikutusta zirkonian taivutuslujuuteen havaittiin lähes kaikkien menetelmien vahvistavan materiaalia (kuvio 33). Parhaimmat tulokset saavutettiin hiekkapuhalluksella, Rocatec 30 μm ja alumiinioksidi 50 μm , sekä hiekkapaperihionnalla. Timanttipastakiillotuksella ja höyrypesulla oli lievä myönteinen vaikutus zirkonian lujuuteen. Ainoastaan mikromootorilla käsitellyt koekappaleet saavuttivat heikompia tuloksia kuin kontrolliryhmä.

Aiempien tutkimusten perusteella höyrypesun oletettiin heikentävän zirkonian lujuutta, minkä johdosta zirkonian käyttöä lonkkaproteesien materiaalina on vähennetty. Tämän tutkimuksen perusteella höyrypesun todettiin kuitenkin jopa vahvistavan zirkoniaa.



KUVIO 33. 3-pistetaivutus

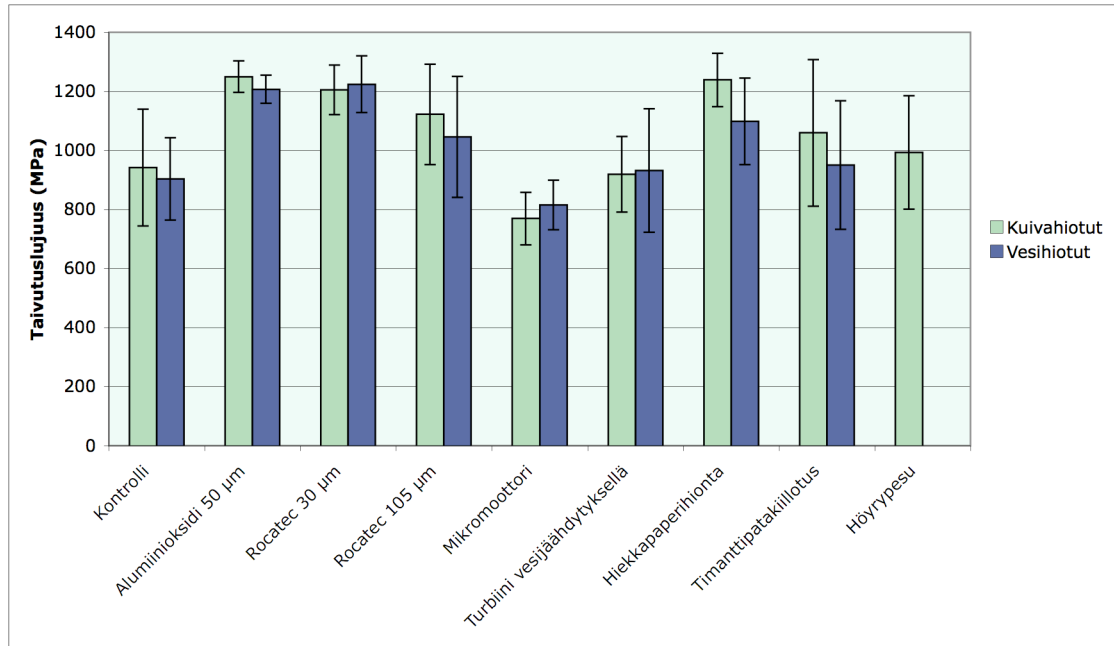


KUVIO 34. 3-pistetaivutus ryhmän kimmomoduuli.

10.2 Biaxiaalinen ryhmä

Biaxiaalisen testauksen tuloksista ilmeni, että parhaimmat kestävyudet saavutettiin hiekkapaperihionnalla sekä hiekkapuhalluksella, alumiinioksidi 50µm ja Rocatec 30µm (kuvio 35). Kontrolliryhmää heikommät lujuudet antoivat turbiini vesijähdytyksellä sekä mikromoottori. Jälkimmäinen pintakäsittely heikensi zirkonian taivutuslujuutta huomattavasti. Biaxiaalisen testauksen tulokset vahvistavat 3-pistetaivutustestin tuloksia siitä, että höyrypesulla on myönteistä vaikutusta zirkonian lujuuteen.

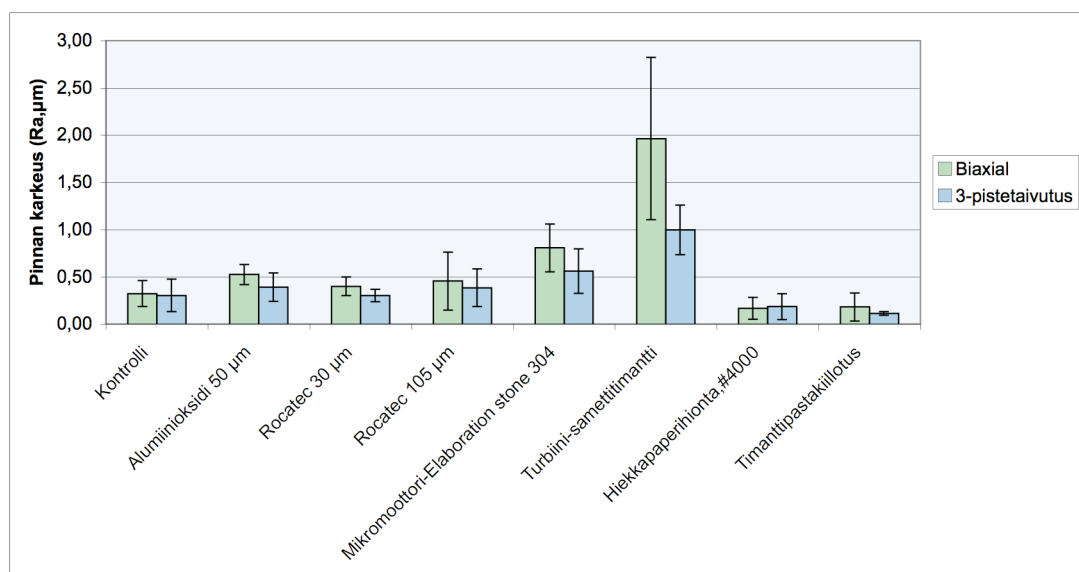
Yleisesti vallitsevan käsityksen mukaan sintraamattoman zirkonian hionta vesijähdytyksellä heikentää materiaalin lujuutta. Tämä tutkimus kumoo tällaiset oletukset. Eri pintakäsittelyryhmissä vesijähdytys ei näyttänyt heikentävän materiaalin mekaanisia ominaisuuksia siinä määrin, että sillä olisi tilastollista merkitystä. Rocatec 30µm-, mikromoottori- ja turbiini-pintakäsittelyryhmien tulokset jopa paranivat kyseisen menettelyn ansiosta.



KUVIO 35. Biaxiaalinen testi; kuiva- sekä vesihiotut ryhmät. Vesihiotut kappaleet kuivatettiin infrapuna-lampun alla ennen sintrausta.

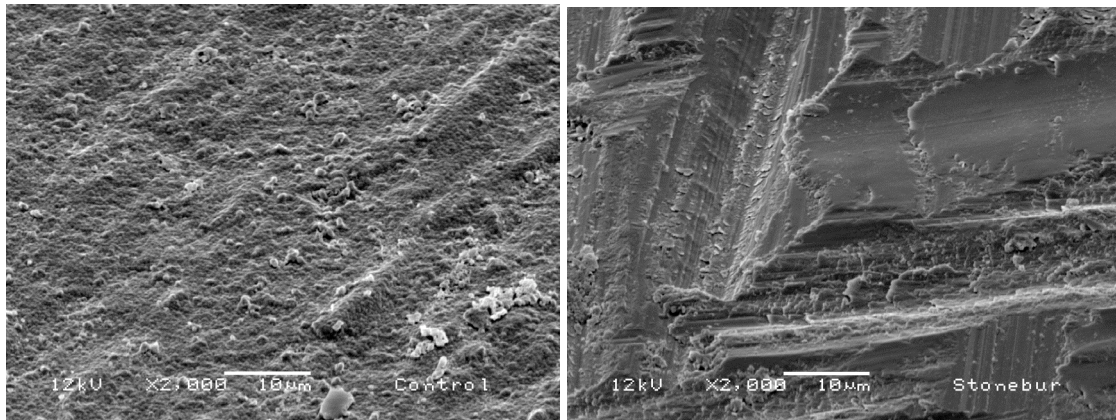
10.3 Koekappaleiden RA-tulokset

Vesijähdytteinen turbiini-samettitimanttipintakäsittely sai aikaan suurimmat pinnan karkeudet (kuvio 36). Sekä hiekkapaperihionta (4000 grit) että timanttipastakiillotus antoivat jopa kontrolliryhmää pienemmät pinnankarkeusarvot. Verrattaessa pinnan karkeutta ja zirkonian taivutuslujuutta eri pintakäsittelymenetelmillä, ei niiden välillä ole havaittavissa positiivista korrelaatiota.

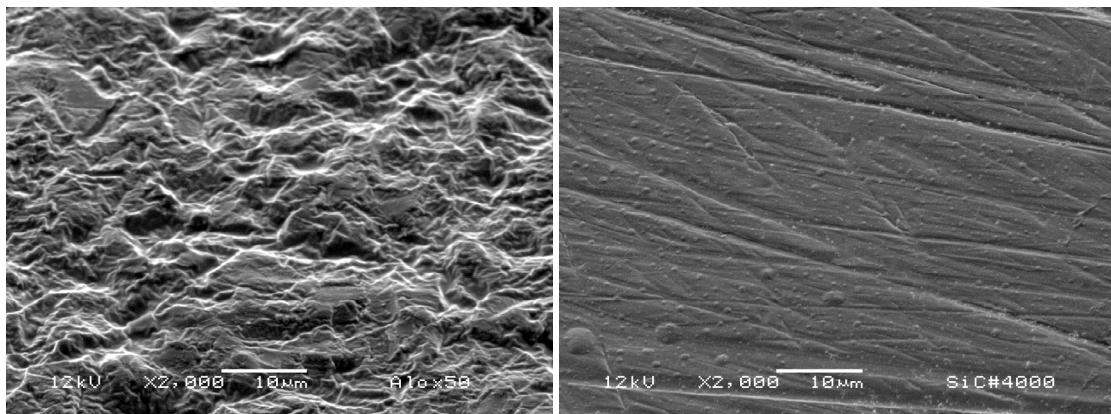


KUVIO 36. Kiekkojen ja tikkujen pinnankarkeusmittaus-tulokset.

Tässä muutama SEM-kuva eri pintakäsittelyiden antamista pintastruktuureista (kuvio 37 ja 38). Liitteissä on laajempi SEM-kuvavertailu (liite 7).



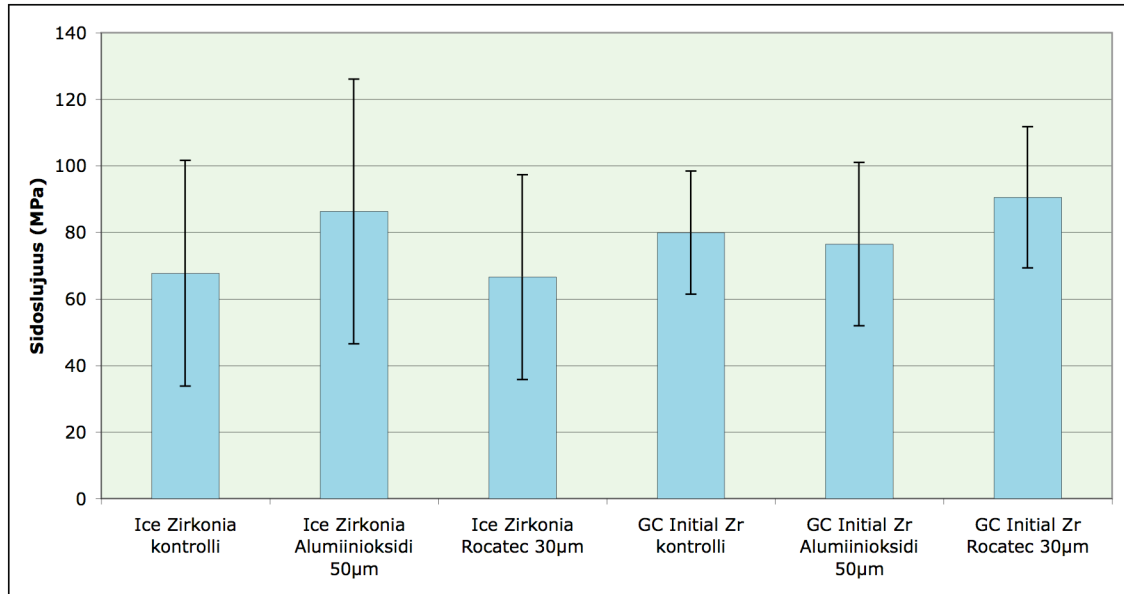
KUVIO 37. Pintakäsittelemätön zirkonia (kontrolli-ryhmä) sekä huonoimmat lujuusarvot antava mikromootorilla käsitelty pinta.



KUVIO 38. Parhaimmat lujuusarvot antoivat hiekkapuhallus (kuvassa alumiinioksidi 50µm) sekä hiekkapaperihionta.

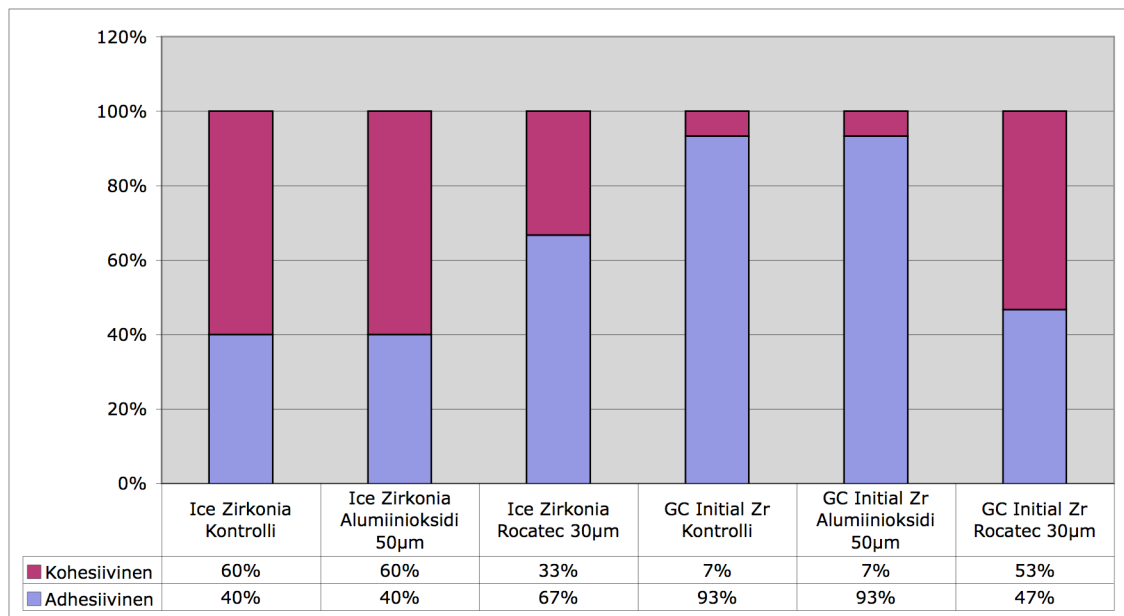
10.4 Posliinin ja zirkonian välinen sidoslujuus

Push out -testin mittaustulosten mukaan parhaimmat sidoslujuusarvot sai GC Initial Zr/Rocatec 30µm -ryhmä, kun taas samalla pintakäsittelyllä Ice Zirkonia -ryhmä sai testin huonoimmat arvot. Ice Zirkonia/alumiinioksidi 50µm -ryhmä sai keskimääräisesti toiseksi parhaimmat tulokset. Kuvioista (kuvio 39) voidaan nähdä, että käytettäessä GC Initial Zr -posliinia, saaduissa arvoissa ei ollut niin suurta hajontaa, kuin käytettäessä Ice Zirkonia -posliinia.



KUVIO 39. Push out -sidoslujuustestin mittaustulokset.

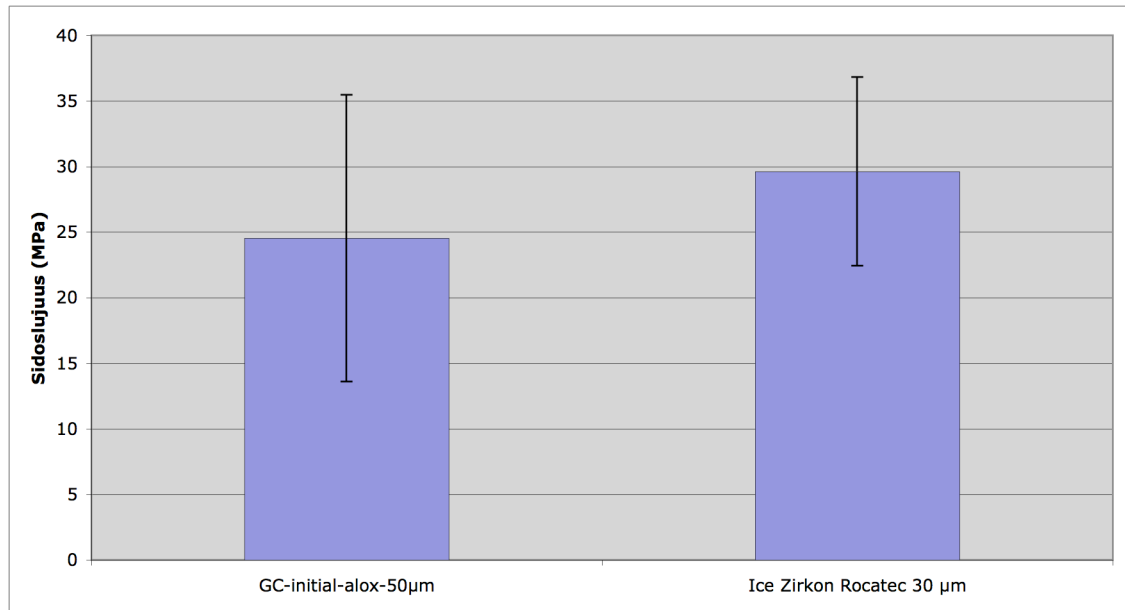
Push out -testiä tehdessä, jokaisen murtuman laji kirjattiin ylös. Jos zirkoniakiekkko halkesi posliinisylinterin kohdalta kyseessä oli kohesiivinen murtumalaji. Jos sylinterin irrotessa zirkoniakiekkko säilyi ehjänä kyseessä oli adhesiivinen murtumalaji (kuvio 40). Eniten kohesiivista murtumista tapahtui Ice Zirkonia -ryhmissä: kontrolli ja alumiinioksidi 50µm ja GC Initial/Rocatec 30µm -ryhmässä.



KUVIO 40. Push out -testien murtumalajien jakautuminen.

Microtensile-testiä varten ei voitu teknisten ongelmien vuoksi valmistaa tarpeellista määrää testiryhmiä, jotta olisi voitu tehdä johtopäätöksiä käytetyn posliinin ja

pintakäsittelyn vaikutuksesta zirkonian ja posliinin väliseen sidoslujuteen. Ainoastaan kahdesta ryhmästä saatiin testitulokset (kuvio 41). Niistä voidaan päätellä vain, että Ice Zirkonia Keramik/Rocatec 30 μm -ryhmä sai paremmat tulokset kuin GC Initial Zr/alumiinioksidi 50 μm -ryhmä. On kuitenkin otettava huomioon, että Ice Zirkonia Keramik/Rocatec 30 μm -ryhmässä oli 23 koekappaletta, kun taas GC Initial Zr/alumiinioksidi 50 μm -ryhmässä oli ainoastaan 8 koekappaletta.



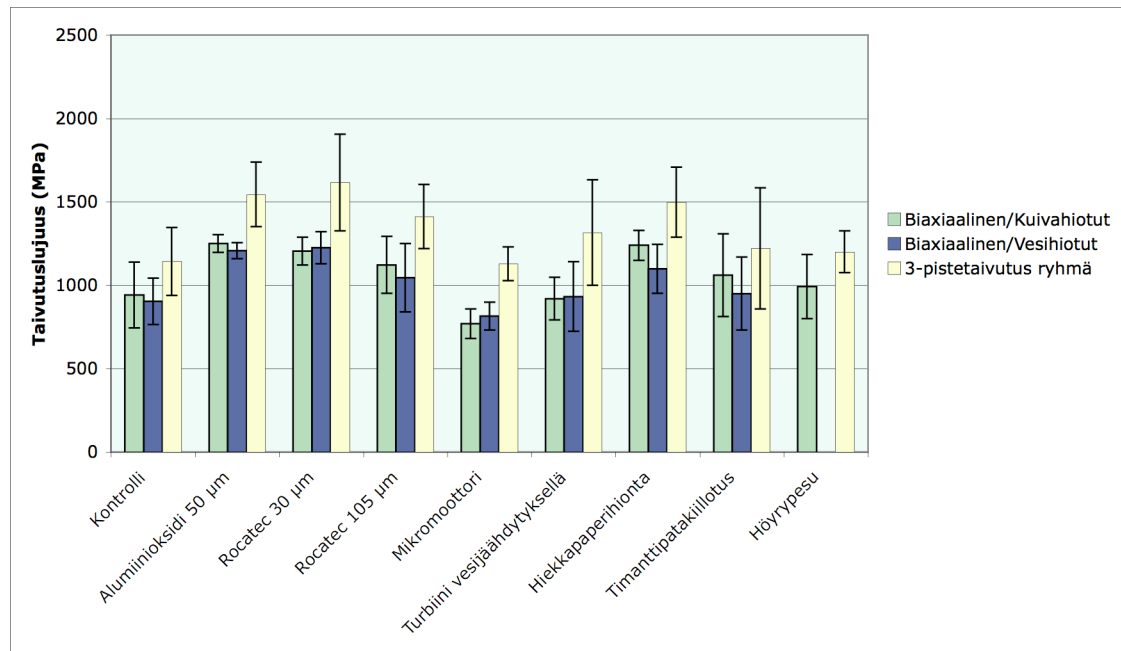
KUVIO 41. Sidoslujuustestin mittaustulokset.

11 TULOSTEN POHDINTA

11.1 Biaxiaalisen ja 3-pistetaivutus -testitulosten vertailu

3-pistetaivutustesti on herkkä säröille, jotka ovat poikkisuunnassa tikun pinnalla. 3-pistetaivutustestin koekappaleille pintakäsittely suoritettiin käytännön syistä pitkittäissuuntaisesti. Tällöin käsittelyn aikaansaama pintastruktuuri muodostui samansuuntaisesti. Koekappale ei anna niin helposti periksi, kun rasitus kohdistuu (yhdestä suunnasta) poikittain pintastruktuuriin nähden. Biaxiaalisen testin testikappaleet pintakäsiteltiin teknisistä syistä monensuuntaisesti, jolloin pintastruktuurista tuli hyvin hajanaista. Biaxiaalisessa testauksessa jännitys jakauma on kahdessa tasossa, jolloin se on herkkä säröille kaikkiin suuntiin. Tästä johtuu näiden kahden testiryhmän taivutuslujuus-eroavaisuudet (kuvio 42). 3-pistetaivutuslujuustesti

antoi noin 20–30% suuremmat kestävyystarvot, mutta tulokset kuitenkin korreloivat biaxiaalisen testin tulosten kanssa.



KUVIO 42. Taivutuslujuustestien vertailu.

Kuten jo osiossa “Tulokset” mainittin, pinnankarkeus ei ollut suoraan verrannollinen materiaalin kestävyteen. Suurin pinnankarkeus mitattiin turbiini-pintakäsittelyryhmästä. Siitä huolimatta turbiini-ryhmän taivutuslujuustulokset olivat lähes yhtä hyviä (biaxiaaliset testiryhmät), tai jopa parempia (3-pistetaivutus -ryhmä) kuin kontrolli-ryhmän tulokset. Pienin pinnankarkeus mitattiin timanttipastaryhmästä, joka ei kuitenkaan saavuttanut lähellekkään parhaita taivutuslujuusarvoja. Tästä voidaan päätellä, että pinnan karhentaminen johtaa zirkonian pinnan faasimuutossitkistymiseen. Tämä päätely kumotaan kuitenkin tarkasteltaessa mikromoottori-ryhmästä saatuja pinnankarkeusarvoja, jotka olivat toiseksi suurimmat. Tämä ryhmä saavutti huonoimmat taivutuslujuusarvot, mikä osoittaa Ra-arvojen ja taivutuslujuusarvojen välisen korrelaation olevan negatiivinen.

Tarkasteltaessa huonoimpia taivutuslujuusarvoja saaneita pintakäsittelyryhmiä (mikromoottori ja timanttipastakiillotus), huomattiin eräs yhtäläisyys. Kun kappaletta pintakäsiteltiin, tapahtui suurta kumentumista, exoterminen reaktio. Kun zirkonia on stabiloitu tietyssä lämpötilassa tetragonaaliseen faasiin, siihen on sitoutunut lämpöenergiaa. Kappaletta pintakäsiteltäessä kitkaa aiheuttavalla menetelmällä,

tapahtuu kemiallinen reaktio, joka vapauttaa sitoutunutta energiaa, jolloin kappale kuumenee. Ilmeisesti tässä vaiheessa jopa materiaalin sisällä olevat tetragonaaliset partikkelit ovat muuttuneet monokliiniseksi. Liian suuri määrä monokliinistä faasia heikentää materiaalia, kuten jo aiemmin tekstissä kerrottiin. Tämä selittää näiden kahden pintakäsittelymenetelmän heikot taivutuslujuusarvot. Vaikka turbiinikäsittely sai aikaan suurimmat Ra-arvot, eivät koekappaleet päässeet vesijähdytyksen ansiosta kuumenemaan siinä määrin, että sillä olisi ollut vaikutusta kappaleiden taivutuslujuuteen.

11.2 Vesihionnan vaikutus zirkoniaan

Aikaisempaa tutkimusta sintraamattoman zirkonian vesihionnan vaikutuksesta sen mekaanisiin ominaisuuksiin ei ole. Tämän tutkimuksen tulokset osoittivat, että vesihionnalla ei ole tilastollista merkitystä zirkonian mekaanisiin ominaisuuksiin, toisin kuin tähän asti on oletettu. Zirkoniarungon värjäämisen vaikutuksesta sen mekaanisiin ominaisuuksiin on tehty tutkimuksia, jotka ovat osoittaneet värjäämisen heikentävän materiaalia (Hjerppe – Närhi – Fröberg – Vallittu – Lassila 2008). Tutkimustulosten erot johtuvat luultavasti siitä, että värjäämiseen käytettävä neste sisältää kemikaaleja. Nähtävästi kemikaalit aiheuttavat materiaalin heikkenemisen.

11.3 Höyrypesuryhmä

Materiaaliin kohdistettava paineistettu höyrystys aiheuttaa materiaalin pintaan faasimuutosstokistymistä samoin kuin muissakin pintakäsittelyryhmissä, joiden taivutuslujuusarvot olivat korkeammat kuin kontrolliryhmässä. Näiden tutkimustulosten perusteella zirkonian vesihöyrypesu ei siis heikennä sen mekaanisia ominaisuuksia. Autoklaavisteriloinnissa mahdollisesti käytettävien kemiallisten aineiden vaikutuksesta zirkoniaan ei kuitenkaan voida tehdä päätelmiä näiden tutkimusten perusteella.

11.4 Sidoslujuustestaus

Pohdittaessa microtensile-testausmenetelmää huomattiin siinä tekijöitä, jotka vaikuttavat testistä saataviin tuloksiin. Silmämääräisesti paikoilleen asetetut kappaleet eivät välttämättä osuneet kohtisuoraan testauslaitteen vetolevyille, koska niille ei ollut

minkäänlaista suuntaohjuria. Kappaleen ollessa epätarkasti vetosuuntaan nähden, rasitus ei kohdistu pelkästään posliinin ja zirkonian väliseen liitoskohtaan vaan koekappaleen heikompaan materiaaliin, eli posliiniin. Tämä vääristää sidoslujuuksien mittaustuloksia. Tästä johtuen koettiin push out -testin antavan luotettavimmat sidoslujuusarvot. Push out -testissä rasitus kohdistui pelkästään posliinin ja zirkonian liitoskohtaan. Jotta rasitus saatiin kohdistettua juuri materiaalien väliseen sidokseen, valittiin mäntään posliinisylinterin pinta-alan kokoinen kärki. Tutkimuksessa käytettyjen materiaalien lämpölaajenemiskertoimet ovat seuraavat: zirkonia $9,8 \cdot 10^{-6}$ $1/^\circ\text{C}$, Ice Zirkon Keramik $9,8 \cdot 10^{-6}$ $1/^\circ\text{C}$, GC Initial Zr $9,4 \cdot 10^{-6}$ $1/^\circ\text{C}$. Lämpölaajenemiskertoimista voi päätellä, että materiaalien välinen sidos on lujempi, jos posliinin lämpölaajenemiskerroin on pienempi kuin zirkonian. Näin oli zirkonian ja GC Initial Zr -posliinin suhteen. Jos tarkastellaan GC Initial Zr -posliiniryhmän tuloksia ja verrataan niitä zirkonian taivutuslujuustesteihin, on nähtävissä, että Rocatec sekä vahvistaa zirkoniaa että luo vahvimman sidoksen posliiniin. Rocatec-puhalluksen muodostama silikaattikerros mahdollistaa kemiallisen sidoksen syntymisen materiaalien välille, koska posliinin pääkomponentti on SiO_2 .

12 YHTEENVETO

Yleisesti ottaen kaikki pintakäsittelymenetelmät vahvistavat Zirkozahnin zirkonian mekaanisia ominaisuuksia. Poikkeuksena oli kuitenkin laboratoriotyöskentelyssä paljon käytetty mikromoottori-pintakäsittely, joka heikensi materiaalia. Parhaimmat taivutuslujuusominaisuudet antoi Rocatec $30\mu\text{m}$, alumiinioksidi $50\mu\text{m}$ sekä hiekkapaperihionta.

Tutkimus antoi mielenkiintoisia tuloksia liittyen sintraamattoman zirkonian vesihiontaan sekä höyrypesuun pintakäsittelymenetelmänä. Oletus vesihionnan heikentävästä vaikutuksesta voitiin kumota, koska tulokset eivät eronneet tilastollisesti kuivahiottujen koekappaleiden taivutuslujuusarvoista. Ennakkokäsitykset höyrypesun haitallisuudesta kumottiin tuloksilla, mitkä osoittivat menetelmän jopa vahvistavan zirkonian mekaanisia ominaisuuksia.

Zirkonzahnin zirkonian mekaanisten ominaisuuksien sekä posliinisidoksen optimaalisin tulos saatiin Rocatec 30 μ m -pintakäsittelyllä ja GC Initial Zr posliinikerrostuksella.

13 JATKOTUTKIMUSAIHEITA

Tätä tutkimusta tehdessä syntyi ideoita aiheista, mitkä voisivat olla jatkotutkimuksen arvoisia tuleville opinnäytetyön tekijöille.

Näissä tutkimuksissa on testattu zirkonian kestävyyttä staattisessa rasituksessa. Hammasteknisistä materiaaleista, eri pintakäsittelymenetelmiä käyttäen, olisi hyvä tehdä tutkimuksia materiaalien syklisestä rasituksesta. Tämä siksi, koska aiemmissa tutkimuksissa on huomattu, että materiaali saattaa syklisesti rasitettuna hajota paljon ennen, kuin se on lähellekään saavuttanut staattisissa testeissä mitattuja kestävyysarvoja.

Zirkonian pintakäsittelyyn liittyen heräsi myös kysymys: Vahvistaako hiekkapuhallus tai hiekkapaperilla hiominen koekappaletta; jos sitä ensin porataan timanttikoralla (mikä jopa heikentää kappaleen kestävyyttä) ja lopuksi hiekkapuhalletaan tai hiotaan? Tämä tutkimus olisi hyvä siksi, että zirkoniarunkoja joutuu laboratoriossa yleensä aina työstämään sopivan kokoisiksi ja muotoisiksi poraamalla.

14 LÄHTEET

3M ESPE. Verkkodokumentti.

<<http://www.3m.com/intl/kr/medi/medi5/pdf/Rocatec.pdf>>. Luettu 3.9.2008.

Aboushelib, Moustafa N. – Kleverlaan, Cornelis J. – Feilzer, Albert J. 2008: Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *Journal of Prosthodontics* 17 (5). 401–408.

Andreiotelli, Marina 2006: Survival rate and fracture resistance of zirconium dioxide implants after exposure to the artificial mouth: An in-vitro study.

Verkkodokumentti. <http://www.freidok.uni-freiburg.de/volltexte/2609/pdf/Doktorarbeit_11.07.2006.pdf>. Luettu 5.7.2008.

Antila, Anna-Maija – Karppinen, Maarit – Leskelä, Markku – Mölsä, Heini – Pohjakallio, Maija 2005: *Tekniikan kemia*. 7.-8. painos. Helsinki: Edita Prima Oy.

Anusavice, Kenneth J. 2003: *Phillips' Science of Dental Materials*. 11. painos. USA: Saunders.

Bal-Tec AG. EM-Technology and application. Verkkodokumentti. <www.baltec.com>. Luettu 29.8.2008.

DUS Dental-U Inc. Verkkodokumentti. <http://dental-u.com/learning/metal_ceramic.pdf>. Luettu 12.9.2008.

Dynamic Ceramic. Precision engineering ceramic solutions. Verkkodokumentti. <www.dynacer.com/bioceramics.htm>. Luettu 31.8.2008.

Farlowdentistry. Verkkodokumentti.

<www.farlowdentistry.com/index.cfm?fuseaction=browse&id=601&pageid=29>. Luettu 1.9.2008.

Fischer, Jens – Grohmann, Philipp – Stawarczyk, Bogna 2008: Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dental Materials Journal* 27 (3). 448–454.

Garvie, R. C. – Hannink, R. H. – Pascoe, R.T. 1975: Ceramic steel?. *Nature* 258. 703–704.

Garvie, R. G. – Nicholson, P. S. 1972: Structure and thermomechanical properties of partially stabilized zirconia in the CaO–ZrO₂ system. *Journal of the American Ceramic Society* 55 (3). 7–152.

Geneva Smile. Verkkodokumentti. <<http://www.genevasmilecenter.ch/4.html>>. Luettu 6.9.2008

Hammasprotetiikassa käytettävien materiaalien ominaisuudet ja kestävyys. 2008. Terveysportti. Verkkodokumentti.

<www.terveysportti.fi/terveysportti/ekirjat.Naytaartikkeli?p_artikkeli=shl00141>.

Helsingin yliopiston valtiotieteellinen tiedekunta.

<<http://www.valt.helsinki.fi/atk/stat/opas/5.htm>>. Luettu 3.9.2008

Hjerppe, Jenni – Närhi, Timo – Fröberg, Kaj – Vallittu, Pekka K. – Lassila, Lippo V. J. 2008: Effect of shading the zirconia framework on biaxial strength and surface microhardness. *Acta Odontologica Scandinavica* 66 (1–6).

Information for the dentist. <www.cbiallceramic.com/files/Brochure_for_dentist-ZZ.pdf>. Esite. Zirkonzahn.

Introduction to structural materials. NTD Resource Center. <www.ndt-ed.org/index_flash.htm>

Kelly, J. Robert – Denry, Isabelle 2008: Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. *Dental Materials* 24 (3). 289–298.

Laitinen, Esko – Mäkelä, Mikko – Soininen, Lauri – Tuomola, Seppo 1986: Kaavasto: matematiikan, fysiikan, mekaniikan ja lujuusopin peruskaavoja. 6. painos. Tampere: Tammertekniikka.

Lava Crowns and bridges 2005.

<<http://multimedia.mmm.com/mws/mediawebserver.dyn?6666660Zjcf6lVs6EVs66S9JTCOrrrrQ->>. Esite. 3M Espe.

Lepistö, Toivo 2000: Oikovedos. Pyyhkäisyelektronimikroskopia ja mikroanalysointi.

Materiaalit ja niiden valinta -virtuaalikurssi. 2004. Tampereen teknillinen Yliopisto Verkkodokumentti. <www.ims.tut.fi/vmv/2004/vmv_4_3_8.php>. Luettu 26.7.2008.

Materials Design. Science & Engineering Software and Research. Verkkodokumentti. <www.materialsdesign.com/zirconia.htm>. Luettu 31.8.2008.

Moore, Drew 2003: History of Tooth Replacement and Dental Implants and Current Status of Dental Implants. Verkkodokumentti. <http://209.85.135.104/search?q=cache:S1mRINYUYasJ:medicalsevicecorps.a.medd.army.mil/leader_development/cgsc_research_papers/moore-history_of_tooth_replacement.doc+dental+prothesis+history&hl=fi&ct=clnk&cd=24&gl=fi>. Luettu 7.8.2008.

Online encyclopedia. 2008. Microsoft. <encarta.msn.com/>

Piconi, C. – Maccauro, G. 1997: Zirconia as a ceramic biomaterial. Verkkodokumentti. <<http://www1.elsevier.com/homepage/sai/biomaterials/201/201.htm>>. Luettu 6.7.2008.

Precious Stones Properties. Verkkodokumentti.

<<http://web.telia.com/~u30701010/Stones.htm>> Luettu 31.8.2008.

Refractron. Verkkodokumentti. <www.refractron.com>. Luettu 31.8.2008.

The Free Encyclopedia. Wikipedia. <en.wikipedia.org/wiki/Main_Page>

Today-ceramic. Verkkodokumentti. <<http://today-ceramic.com/index-case.htm>>. Luettu 6.9.2008.

Verkkodokumentti.

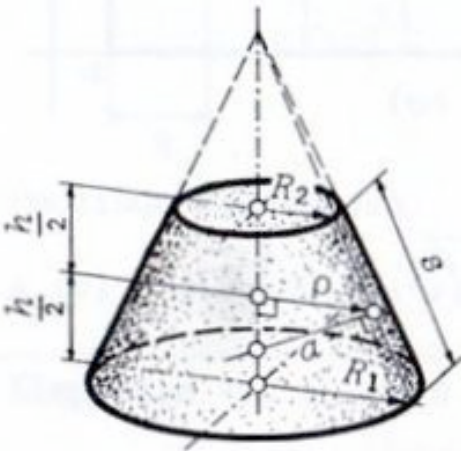
<http://dsc.discovery.com/news/2007/05/14/gallery/dentures_zoom.jpg>. Luettu 1.9.2008.

Verkkodokumentti. <<http://huguenots-france.org/france/celebrities/images/pare1.gif>>. Luettu 1.9.2008.

White, S.N et al. 2005: Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system, *The Journal of Prosthetic Dentistry* 94 (2). 125–131.

Working instructions manufacturing the crown/bridge substructures 2004–2005. Esite. Vita All-Ceramics.

Zirkoniumdioxid. Arbeitsgruppe Vollkeramik München. Verkkodokumentti. <www.zirkondioxid.de>. Luettu 29.7.2008.

adheesiivinen	kahden eri aineen välinen vetovoima
alkeiskoppi	kiderakenteen pienin osa, jota toistamalla koko kiderakenne saadaan rakennettua, koostuu molekyyleistä, atomeista ja ioneista
alumiinioksidi	Al_2O_3 , hiekkapuhalluksessa käytettävä metallioksidijauhe
amorfinen	kiteisen aineen lisäksi kiinteä aine voi esiintyä amorfisessa muodossa, aineen rakenneyksiköillä ei ole selkeää järjestystä
biomateriaali	ei tuhoa tai vaurioita siihen kosketuksessa olevien solujen ja nesteiden koostumusta ja toimintaa, ei liukene eikä reagoi (bio)kemiallisesti kehossa tai muiden aineiden kanssa, ei allergisoi, myrkytön elimistölle, lisäksi materiaalilla täytyy olla vaaditut mekaaniset jäykkyys-, jousto-, lujuus- ja lämmönkesto-ominaisuudet
dispersio	(kem.) kahden toisiinsa liukenemattoman aineen seos, jossa toinen aine on pieniksi osiksi jakaantuneena toisessa aineessa
ISO 10477 ISO 6872	hammashoitoon liittyvien materiaalien testausmenetelmiä
koekappale	testiä varten määrättyjen mittojen mukaan valmistettu kappale, testiryhmän sisällä kunkin koekappaleen tulee olla kooltaan ja koostumukseltaan identtisiä
kohesiivinen	aineen koossapitävä sisäinen vetovoima
kontrolliryhmä	(tässä) ryhmä pintakäsittelemättömiä koekappaleita
kooninen	tässä tutkimuksessa: katkaistu, suora ympyräkartio 
korrelaatio	käytetään yleiskielessä kuvaamaan kahden asian välistä yhteyttä. todennäköisyyslaskennassa ja tilastotieteessä kahden muuttujan välinen riippuvuus ilmoitetaan korrelaatiokertoimella, väliltä [-1, 1] <i>positiivinen korrelaatio</i> – toisen muuttujan arvon kasvaessa myös toisen muuttujan arvot kasvavat tai jos muuttuja saa pienen arvon myös toinen muuttuja saa pienen arvon

	lähellä nolaa oleva korrelaatiokerroin osoittaa, ettei muuttujien välillä ole juuri lineaarista yhteyttä, toisen muuttujan kasvaessa toinen muuttuja voi saada mitä tahansa arvoja <i>negatiivinen korrelaatio</i> – toisen muuttujan arvojen kasvaessa toisen muuttujan arvot pienenevät tai päinvastoin
kuutiollinen	kuutiollisen kiderakenteen alkeiskopissa (kts. alkeiskoppi) on kolme yhtä pitkää akselia, jotka ovat suorassa kulmassa toisiaan vasten
martensiittinen alkulämpötila	lämpötila, missä zirkonian t → m faasimuutos tapahtuu lämpötila laskee, kun materiaalia stabiloidaan
metastabiili	yhdiste, joka on pysyvä vain tietyllä lämpötila-alueella (kem.)
monokliininen	kiderakenne, jonka alkeiskopin yksi kulma on vino ja kaksi muuta suoraa, monokliinisessä kidejärjestelmässä on kolme eripituista akselia, joista kaksi leikkaa toisensa vinosti ja kolmas on kohtisuorassa niiden tasoa vastaan
rasitustesti	testausmenetelmä; testilaite kuormittaa koekappaleta kasvavalla voimalla ja mittaa kuormittavan voiman testikappaleen murtumahetkellä
Rocatec	Rocatec-hiekkapuhalluksella muodostetaan ohut silikaattikerros zirkonian pintaan
sintraus	sintrauksessa zirkoniajauheesta puristettu aihio ns. "Green state" saavuttaa kiinteän rakenteen, prosessissa poltetaan partikkeleita sitova kestopuovi pois ja partikkelit kylmähitsautuvat toisiinsa diffuusion vaikutuksesta, sintraus tehdään sulamispistettä alemmassa lämpötilassa, jolloin partikkelit tai niiden osat eivät sula prosessissa
stabiili	vakaa, pysyvä, muuttumaton
standardit	standardisoimisorganisaatiot laativat yhteisiä toimintatapoja, "pelisääntöjä", standardit lisäävät testausten luotettavuutta ja vertailukelpoisuutta
taivutuslujuus	(flexural strength) ilmoittaa rasitusvoiman (Pa) koekappaleen murtumahetkellä
testaussarja	(tässä) testaussarjan koekappaleet testataan samalla tavalla
tetragonaalinen	kidejärjestelmä, jossa kolmesta toisiaan kohtisuoraan olevista akseleista yksi on eri pituinen kuin kaksi muuta
vetolujuus	(tensile strength) ilmoittaa voiman, jolla materiaali murtuu tai muuttaa pysyvästi muotoaan
zirkonia	zirkoniumdioksidi ZrO ₂ , käytössä Y-TZP (yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals)

LAITE	TIEDOT
aineenkoetuslaite	LLOYD LRX, Lloyd Instruments Ltd., Fareham, UK.
hiekkapuhalluslaite, Alox	Renfert, Vario Basic, nro B01584, Saksa
hiekkapuhalluslaite, Rocatec	Combistrahler LELEUX, nro 29173, Saksa
hiiliteräsporanterä	No data
höyrypesuri	Plyno, Matricola 5280-97, Modello GV, Potenza assorbita KW o KVA, Bologna, Italia
infrapunalamppu	Zirkonzahn, Zirkonlampe 250, Bruneck, Italia
kiekkojen paksuusmittari	Mitutoyo, Japan
mikromoottori	Marathon, Multi 600, Korea
mikromoottorin poranterä	Elaboration stone for zirconia ZZ304
ohjelma jolla rekisteröitiin	Nexygen 4.0 software (Lloyd Instruments Ltd., Fareham, UK)
mittaustulokset	Leitz Wetzlar 601908, Germany
pinnankarkeusmittari	Dentsply, Multimat Mach 3, nro M31573, Saksa
posliiniuuni	Cendres & Metaux S.A. 2501 Biel-Bienne, Switzerland
pylväsporakone	JEOL Scanning Electron Microscope JSM-5500 with PGT Prism 2000-Si(Li) EDS detector, Jeol Ltd., Tokyo, Japan
RA-arvojen rekisteröinti laite	Mitutoyo surftest 301, Japan
saha	Leitz wetzlar 1600, terä: Winter D46N
sintrausuuni	Zirkonofen 600, Zirkonzahn, nro BGAH 0011A70081, Italia
sputteri	Sputter Coater, Bal-tec, SCD 050, Saksa
turbiiniporakone	Planmeca Oy, Helsinki, Finland
työntömitta	Mitutoyo (U.K.) Ltd., England
vetolujuustestilaite	micro tensile tester, Dillon Quantrol
MATERIAALI	TIEDOT
GC Initial Zr –posliini	FM-2, LOT 200507131 D-A3, LOT 200412221 E-59, LOT 200509271
GC Initial Zr –posliinin muotoiluneste	Modelling Liquid, LOT 200510171
hiekkapaperi	Struers A/S, Denmark
Ice Zirconia Keramik –posliini	Dentin Opaker, LOT KA50054A B4 Dentin, LOT KA 50046A S4 Enamel, LOT KA50070A
Ice Zirconia Keramik –posliinin muotoiluneste	Building Up Liquid, LOT BA60002A
kiillotusharjat	Optra Fine, Promo Pack, Ivoclar Vivadent
pikaliima	syanoakrylaatti
timanttipasta	Kohinoor
zirkoniablokki nro 1	Zirkonzahn 1, LOT ZA70023D Zirkonzahn 1, LOT ZA806B
zirkoniablokki nro 3	Zirkonzahn 3, LOT ZA70011E

Batch Reference	Maximum Load (N)	Maximum Bending Stress at Maximum Load (MPa)
kontrolli	254,1	1153,1
kontrolli	224,0	910,9
kontrolli	321,9	1263,4
kontrolli	307,9	1420,8
kontrolli	294,2	1131,6
kontrolli	324,5	1369,7
kontrolli	244,5	1025,4
kontrolli	200,0	865,7
Keskiarvo	271,4	1142,6
Hajonta	47,2	202,8
Alumiinioksidi 50 µm	361,6	1550,5
Alumiinioksidi 50 µm	328,5	1385,4
Alumiinioksidi 50 µm	438,9	1851,8
Alumiinioksidi 50 µm	395,4	1546,2
Alumiinioksidi 50 µm	313,6	1402,3
Alumiinioksidi 50 µm	322,0	1372,2
Alumiinioksidi 50 µm	360,3	1421,2
Alumiinioksidi 50 µm	388,7	1822,0
Keskiarvo	363,6	1543,9
Hajonta	42,7	193,4
Rocatec 30 µm	346,8	1501,0
Rocatec 30 µm	495,5	1897,8
Rocatec 30 µm	379,9	1391,7
Rocatec 30 µm	431,0	1956,6
Rocatec 30 µm	369,1	1759,3
Rocatec 30 µm	345,7	1561,5
Rocatec 30 µm	380,5	1774,6
Rocatec 30 µm	241,4	1084,7
Keskiarvo	373,8	1615,9
Hajonta	72,9	290,3
Rocatec 105 µm	341,3	1582,9
Rocatec 105 µm	369,8	1319,9
Rocatec 105 µm	338,6	1473,6
Rocatec 105 µm	367,3	1685,5
Rocatec 105 µm	267,1	1126,5
Rocatec 105 µm	258,8	1181,1
Rocatec 105 µm	318,3	1492,0
Rocatec 105 µm	342,6	1430,0
Keskiarvo	325,5	1411,5
Hajonta	42,0	191,9

Batch Reference	Maximum Load (N)	Maximum Bending Stress at Maximum Load (MPa)
Mikromoottori	274,9	1159,3
Mikromoottori	203,9	961,2
Mikromoottori	266,3	1183,4
Mikromoottori	213,9	1164,2
Mikromoottori	232,4	1077,9
Mikromoottori	272,4	1125,9
Mikromoottori	233,7	1055,1
Keskiarvo	242,5	1103,9
Hajonta	28,8	78,4
Turbiini vesijäähdytyksellä	315,3	1527,7
Turbiini vesijäähdytyksellä	140,4	695,3
Turbiini vesijäähdytyksellä	216,2	1036,1
Turbiini vesijäähdytyksellä	267,6	1281,9
Turbiini vesijäähdytyksellä	329,0	1639,7
Turbiini vesijäähdytyksellä	279,5	1339,1
Turbiini vesijäähdytyksellä	264,8	1599,1
Turbiini vesijäähdytyksellä	277,4	1403,4
Keskiarvo	261,3	1315,3
Hajonta	59,5	316,8
Hiekkapaperihionta	315,6	1570,4
Hiekkapaperihionta	270,2	1219,9
Hiekkapaperihionta	385,5	1731,9
Hiekkapaperihionta	343,0	1616,4
Hiekkapaperihionta	307,9	1305,0
Hiekkapaperihionta	348,2	1387,4
Hiekkapaperihionta	298,4	1362,3
Hiekkapaperihionta	396,1	1797,8
Keskiarvo	333,1	1498,9
Hajonta	43,3	210,1
Timanttipastakiillotus	283,0	1291,5
Timanttipastakiillotus	301,5	1376,0
Timanttipastakiillotus	137,5	595,1
Timanttipastakiillotus	184,7	779,1
Timanttipastakiillotus	422,9	1602,7
Timanttipastakiillotus	360,4	1593,2
Timanttipastakiillotus	276,6	1172,3
Timanttipastakiillotus	318,6	1364,8
Keskiarvo	285,7	1221,8
Hajonta	91,0	363,2
Höyrypesty	304,8	1265,9
Höyrypesty	298,4	1219,7
Höyrypesty	235,1	996,6
Höyrypesty	303,1	1215,2
Höyrypesty	290,1	1229,5
Höyrypesty	332,0	1385,7
Höyrypesty	260,2	1091,6
Keskiarvo	289,1	1200,6
Hajonta	31,9	124,8

Batch Reference	Height (mm)	Maximum Load (N)	Maximum Bending Stress at Maximum Load (MPa)
Kontrolli	1,621	2127,2	1285,5
Kontrolli	1,706	1699,3	927,1
Kontrolli	1,682	1808,5	1015,1
Kontrolli	1,625	1587,1	954,4
Kontrolli	1,658	1408,5	813,6
Kontrolli	1,509	1023,0	713,4
Kontrolli	1,62	1102,9	667,3
Kontrolli	1,581	1817,5	1154,6
Keskiarvo		1571,8	941,4
Hajonta		375,9	197,8
Alumiinioksidi 50 µm	1,735	2210,4	1166,0
Alumiinioksidi 50 µm	1,608	2108,2	1294,7
Alumiinioksidi 50 µm	1,597	1941,8	1209,0
Alumiinioksidi 50 µm	1,622	1975,8	1192,5
Alumiinioksidi 50 µm	1,726	2500,0	1332,6
Alumiinioksidi 50 µm	1,677	2235,1	1262,0
Alumiinioksidi 50 µm	1,639	2190,2	1294,6
Alumiinioksidi 50 µm	1,593	1993,8	1247,6
Keskiarvo		2144,4	1249,9
Hajonta		183,1	53,6
Rocatec 30 µm	1,745		0,0
Rocatec 30 µm	1,737	2188,3	1151,7
Rocatec 30 µm	1,546	1622,2	1077,7
Rocatec 30 µm	1,526	1838,7	1253,8
Rocatec 30 µm	1,679	2392,1	1347,5
Rocatec 30 µm	1,675	2186,0	1237,2
Rocatec 30 µm	1,681	2009,4	1129,2
Rocatec 30 µm	1,707	2264,6	1234,1
Keskiarvo		2071,6	1204,5
Hajonta		266,7	84,0
Rocatec 105 µm	1,644	1701,5	999,7
Rocatec 105 µm	1,598	1395,6	867,8
Rocatec 105 µm	1,698	2074,3	1142,4
Rocatec 105 µm	1,686	1588,8	887,5
Rocatec 105 µm	1,651	2309,1	1345,2
Rocatec 105 µm	1,754	2366,9	1221,7
Rocatec 105 µm	1,683	2261,0	1267,5
Rocatec 105 µm	1,587	1973,1	1244,0
Keskiarvo		1958,8	1122,0
Hajonta		361,5	169,9
Mikromoottori	1,503	1079,6	758,9
Mikromoottori	1,775	1833,3	924,0
Mikromoottori	1,721	1177,3	631,2
Mikromoottori	1,669	1364,8	778,0
Mikromoottori	1,652	1119,9	651,6
Mikromoottori	1,723	1455,9	778,7
Mikromoottori	1,685	1414,0	790,8
Mikromoottori	1,626	1398,0	839,7
Keskiarvo		1355,3	769,1
Hajonta		241,2	88,4

Batch Reference	Height (mm)	Maximum Load (N)	Maximum Bending Stress at Maximum Load (MPa)
Turbiini vesijähdytyksellä	1,713	1859,1	1006,0
Turbiini vesijähdytyksellä	1,525	1286,0	878,1
Turbiini vesijähdytyksellä	1,591	1719,5	1078,7
Turbiini vesijähdytyksellä	1,72	1233,9	662,3
Turbiini vesijähdytyksellä	1,638	1626,0	962,3
Turbiini vesijähdytyksellä	1,713	1927,0	1042,8
Turbiini vesijähdytyksellä	1,565	1422,9	922,5
Turbiini vesijähdytyksellä	1,706	1471,8	803,0
Keskiarvo		1568,3	919,5
Hajonta		256,7	128,1
Hiekkapaperihionta	1,531	1873,0	1268,9
Hiekkapaperihionta	1,656	2154,9	1247,8
Hiekkapaperihionta	1,731	2500,0	1324,9
Hiekkapaperihionta	1,668	2403,5	1371,8
Hiekkapaperihionta	1,581	1708,8	1085,6
Hiekkapaperihionta	1,755	2500,0	1288,9
Hiekkapaperihionta	1,752	2215,7	1146,2
Hiekkapaperihionta	1,688	2109,8	1175,8
Keskiarvo		2183,2	1238,7
Hajonta		287,3	89,9
Timanttipatakiillotus	1,548	1920,3	1272,5
Timanttipatakiillotus	1,66	2140,8	1233,7
Timanttipatakiillotus	1,542	1755,4	1172,3
Timanttipastakiillotus	1,578	1077,8	687,3
Timanttipastakiillotus	1,558	2087,6	1365,7
Timanttipastakiillotus	1,575	1853,7	1186,6
Timanttipastakiillotus	1,566	1183,7	766,4
Timanttipastakiillotus	1,546	1192,4	792,2
Keskiarvo		1651,5	1059,6
Hajonta		433,0	248,5
Höyrypesu	1,513	1176,8	816,3
Höyrypesu	1,522	1487,4	1019,6
Höyrypesu	1,521	1957,2	1343,4
Höyrypesu	1,5	1608,4	1135,1
Höyrypesu	1,738	1784,7	938,2
Höyrypesu	1,521	1534,9	1053,6
Höyrypesu	1,583	1747,1	1107,1
Höyrypesu	1,68	1560,6	878,0
Höyrypesu	1,672	1127,6	640,5
Keskiarvo		1553,9	992,4
Hajonta		270,4	192,1
Kontrolli (vesihiottu)	1,606	1318,4	811,7
Kontrolli (vesihiottu)	1,608	1138,7	699,3
Kontrolli (vesihiottu)	1,647	1885,7	1103,9
Kontrolli (vesihiottu)	1,633	1548,7	922,2
Kontrolli (vesihiottu)	1,632	1644,3	980,3
Keskiarvo		1507,2	903,5
Hajonta		289,5	138,9

Batch Reference	Height (mm)	Maximum Load (N)	Maximum Bending Stress at Maximum Load (MPa)
Alumiinioksidi 50 µm (vesihiottu)	1,638	2151,9	1273,6
Alumiinioksidi 50 µm (vesihiottu)	1,653	1952,8	1134,9
Alumiinioksidi 50 µm (vesihiottu)	1,701	2260,1	1240,4
Alumiinioksidi 50 µm (vesihiottu)	1,64	2012,7	1188,3
Alumiinioksidi 50 µm (vesihiottu)	1,697	2171,3	1197,2
Keskiarvo		2109,8	1206,9
Hajonta		124,7	47,3
Rocatec 30 µm (vesihiottu)	1,653	1982,2	1151,9
Rocatec 30 µm (vesihiottu)	1,652	2227,0	1295,8
Rocatec 30 µm (vesihiottu)	1,572	1666,4	1070,8
Rocatec 30 µm (vesihiottu)	1,672	2321,1	1318,4
Rocatec 30 µm (vesihiottu)	1,641	2176,7	1283,5
Keskiarvo		2074,7	1224,1
Hajonta		259,6	96,2
Rocatec 105 µm (vesihiottu)	1,61	1315,2	805,7
Rocatec 105 µm (vesihiottu)	1,682	2075,1	1164,7
Rocatec 105 µm (vesihiottu)	1,604	2070,4	1277,9
Rocatec 105 µm (vesihiottu)	1,555	1204,9	791,3
Rocatec 105 µm (vesihiottu)	1,626	1978,5	1188,3
Keskiarvo		1728,8	1045,6
Hajonta		431,4	205,3
Mikromoottori (vesihiottu)	1,5	1189,1	839,2
Mikromoottori (vesihiottu)	1,669	1277,4	728,2
Mikromoottori (vesihiottu)	1,671	1312,6	746,5
Mikromoottori (vesihiottu)	1,693	1438,3	796,8
Mikromoottori (vesihiottu)	1,59	1536,1	964,9
Keskiarvo		1350,7	815,1
Hajonta		136,9	84,4
Turbiini (vesihiottu)	1,648	2004,9	1172,2
Turbiini (vesihiottu)	1,649	1684,5	983,7
Turbiini (vesihiottu)	1,511	788,3	548,3
Turbiini (vesihiottu)	1,645	1563,3	917,3
Turbiini (vesihiottu)	1,622	1717,0	1036,4
Keskiarvo		1551,6	931,6
Hajonta		456,4	209,2
Hiekkapaperihionta (vesihiottu)	1,631	2179,1	1300,8
Hiekkapaperihionta (vesihiottu)	1,649	1548,0	904,0
Hiekkapaperihionta (vesihiottu)	1,648	1691,2	988,8
Hiekkapaperihionta (vesihiottu)	1,679	2177,0	1226,3
Hiekkapaperihionta (vesihiottu)	1,729	2015,7	1070,7
Keskiarvo		1922,2	1098,1
Hajonta		288,5	146,9
Timanttipastakiillotus (vesihiottu)	1,63	1857,7	1110,3
Timanttipastakiillotus (vesihiottu)	1,66	1566,1	902,5
Timanttipastakiillotus (vesihiottu)	1,816	1234,7	594,5
Timanttipastakiillotus (vesihiottu)	1,7	2247,9	1235,1
Timanttipastakiillotus (vesihiottu)	1,648	1552,3	907,6
Keskiarvo		1691,7	950,0
Hajonta		381,1	217,9

Batch Reference	Sample	Height (mm)	Maximum Load (N)	MPa
zirkonice_control	1.1	1,91	792,2	54,7
zirkonice_control	1.2	1,88	884,4	62,0
zirkonice_control	1.3	1,87	1587,8	111,8
zirkonice_control	1.4	1,94	639,3	43,5
zirkonice_control	1.5	1,99	226,6	15,0
zirkonice_control	2.1	1,97	832,8	55,8
zirkonice_control	2.2	1,94	414,4	28,2
zirkonice_control	2.3	1,9	1776,4	123,2
zirkonice_control	2.4	1,91	883,2	61,0
zirkonice_control	2.5	1,98	942,1	62,8
zirkonice_control	3.1	1,98	1006,1	67,1
zirkonice_control	3.2	1,97	1433,9	96,1
zirkonice_control	3.3	1,93	1641,9	112,2
zirkonice_control	3.4	1,9	230,1	16,0
zirkonice_control	3.5	1,93	1544,7	105,6
Keskiarvo		1,93	989,0	67,7
Hajonta		0,04	490,5	33,9
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	1.1	1,86	1747,2	123,7
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	1.2	1,86	2012,1	142,4
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	1.3	1,88	2096,8	146,9
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	1.4	1,88	1257,9	88,1
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	1.5	1,87	1411,0	99,4
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	2.1	1,92	936,6	64,3
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	2.2	1,9	122,6	8,5
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	2.3	1,9	1628,5	113,0
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	2.4	1,93	1713,4	117,1
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	2.5	1,93	692,5	47,3
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	3.1	1,9	1337,1	92,8
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	3.2	1,93	1262,5	86,3
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	3.3	1,87	1044,9	73,6
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	3.4	1,81	1073,8	78,0
zirkonice_Alumiinioksidi50µm	3.5	1,82	182,5	13,2
Keskiarvo		1,88	1234,6	86,3
Hajonta		0,04	567,2	39,8
zirkonice_Rocatec30µm	1.1	1,87	1017,0	71,6
zirkonice_Rocatec30µm	1.2	1,94	965,1	65,6
zirkonice_Rocatec30µm	1.3	2,02	706,6	46,2
zirkonice_Rocatec30µm	1.4	1,96	1319,8	88,9
zirkonice_Rocatec30µm	1.5	1,89	515,7	36,0
zirkonice_Rocatec30µm	2.1	1,85	1379,0	98,1
zirkonice_Rocatec30µm	2.2	1,85	1117,6	79,5
zirkonice_Rocatec30µm	2.3	1,9	1284,2	89,1
zirkonice_Rocatec30µm	2.4	1,89	760,5	53,0
zirkonice_Rocatec30µm	2.5	1,87	121,7	8,6
zirkonice_Rocatec30µm	3.1	1,85	1182,9	84,2
zirkonice_Rocatec30µm	3.2	1,91	896,4	61,9
zirkonice_Rocatec30µm	3.3	1,9	1932,8	134,1
zirkonice_Rocatec30µm	3.4	1,9	898,5	62,3
zirkonice_Rocatec30µm	3.5	1,92	283,5	19,5
Keskiarvo		1,90	958,8	66,6
Hajonta		0,04	440,0	30,8

Batch Reference	Sample	Height (mm)	Maximum Load (N)	MPa
GC_Initial_Zr_Control	1.1	1,86	1309,0	92,7
GC_Initial_Zr_Control	1.2	1,9	1111,6	77,1
GC_Initial_Zr_Control	1.3	1,97	1047,1	70,2
GC_Initial_Zr_Control	1.4	1,94	1194,0	81,2
GC_Initial_Zr_Control	1.5	1,89	732,3	51,1
GC_Initial_Zr_Control	2.1	1,97	1321,4	88,6
GC_Initial_Zr_Control	2.2	1,94	1057,9	72,0
GC_Initial_Zr_Control	2.3	1,95	1838,7	124,4
GC_Initial_Zr_Control	2.4	1,96	1013,9	68,3
GC_Initial_Zr_Control	2.5	1,98	1099,7	73,4
GC_Initial_Zr_Control	3.1	1,95	813,6	55,1
GC_Initial_Zr_Control	3.2	1,89	1051,8	73,3
GC_Initial_Zr_Control	3.3	1,84	1537,9	110,0
GC_Initial_Zr_Control	3.4	1,89	1019,7	71,1
GC_Initial_Zr_Control	3.5	1,94	1335,4	90,8
Keskiarvo		1,92	1165,6	79,9
Hajonta		0,04	266,8	18,5
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	1.1	1,95	1151,9	81,9
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	1.2	1,94	947,4	65,7
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	1.3	1,91	989,7	67,6
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	1.4	1,9	1228,6	83,6
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	1.5	1,93	1410,7	98,4
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	2.1	1,93	994,2	69,0
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	2.2	1,95	1882,0	136,7
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	2.3	1,93	884,4	64,2
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	2.4	1,91	1422,7	98,2
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	2.5	1,91	274,9	18,9
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	3.1	1,91	1342,5	93,6
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	3.2	1,91	948,9	65,8
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	3.3	1,9	895,7	62,8
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	3.4	1,88	965,0	68,3
GC_Initial_Zr_Alumiinioksidisi50µm	3.5	1,88	1037,5	72,7
Keskiarvo		1,92	1091,7	76,5
Hajonta		0,02	341,5	24,6
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	1.1	1,85	888,3	60,1
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	1.2	1,9	1794,3	122,0
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	1.3	1,93	1127,4	77,8
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	1.4	1,94	1709,0	118,6
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	1.5	1,89	1178,5	80,6
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	2.1	1,9	1301,4	88,9
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	2.1	1,81	1670,3	113,1
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	2.3	1,81	1547,3	105,8
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	2.4	1,91	912,3	63,0
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	2.5	1,92	1392,4	96,1
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	3.1	1,89	1586,0	109,5
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	3.2	1,9	1037,6	71,6
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	3.3	1,88	1612,2	111,8
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	3.4	1,86	1155,5	81,0
GC_Initial_Zr_Rocatec30µm	3.5	1,88	841,1	58,9
Keskiarvo		1,88	1316,9	90,6
Hajonta		0,04	311,8	21,2

TAULUKKO 1. 3-pistetaivutus –tulosten analysointitulokset.

lujuus

Tukey HSD

pintakasittely	N	Subset		
		1	2	3
mikromoottori	8	1129,052		
kontrolli	7	1141,078		
höyrypesu	7	1200,581	1200,581	
timanttipasta	8	1221,843	1221,843	
turbiini	8	1315,288	1315,288	1315,288
Rocatec 105um	8	1411,452	1411,452	1411,452
SiC-paperi	8	1498,898	1498,898	1498,898
alox 50um	8		1543,949	1543,949
Rocatec 30um	8			1615,900
Sig.		,078	,130	,266

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 57347,380.

TAULUKKO 2. Pinnanakarkeusmittauksien analyysitulokset.

		Ra		
		N	Subset	
pintakäsittely			1	2
Tukey HSD ^a	timanttipasta	8	,1412	
	SiC-paperi	8	,1838	
	kontrolli	7	,2743	
	Rocatec 30um	8	,3012	
	Rocatec 105um	8	,3838	
	alox 50um	8	,3900	
	mikromoottori	8	,5600	
	turbiini	8		1,3638
	Sig.		,489	1,000
	Scheffe ^a	timanttipasta	8	,1412
SiC-paperi		8	,1838	
kontrolli		7	,2743	
Rocatec 30um		8	,3012	
Rocatec 105um		8	,3838	
alox 50um		8	,3900	
mikromoottori		8	,5600	,5600
turbiini		8		1,3638
Sig.			,774	,057

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = ,172.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 7,860.

--	--	--

TAULUKKO 3. Veden vaikutus zirkonian lujuteen.

Tests of Between-Subjects Effects

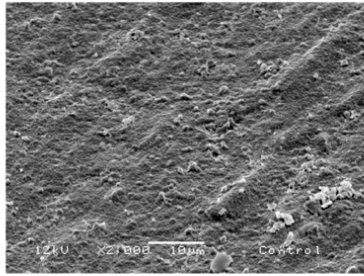
Dependent Variable:lujuus

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	8,179E6	15	545269,081	5,544	,000
Intercept	3,090E8	1	3,090E8	3141,566	,000
pintakasittely	7145452,126	7	1020778,875	10,378	,000
ajrsinta	123310,449	1	123310,449	1,254	,266
pintakasittely * ajrsinta	269764,521	7	38537,789	,392	,905
Error	8557204,435	87	98358,672		
Total	3,442E8	103			
Corrected Total	1,674E7	102			

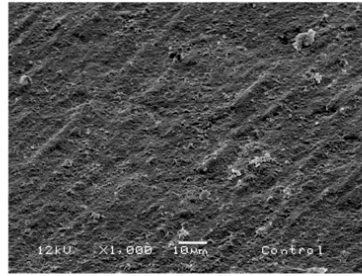
a. R Squared = ,489 (Adjusted R Squared = ,401)

SEM -kuvat
pintakäsittelyryhmittäin

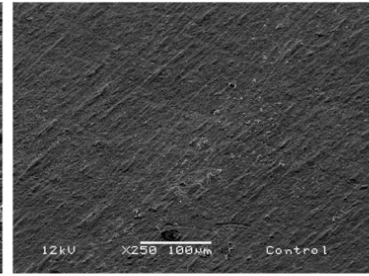
LIITE 7
1(2)



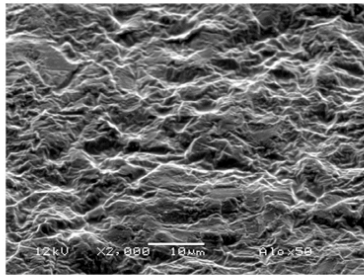
Kontrolli x2000



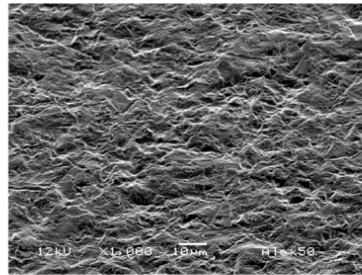
Kontrolli x1000



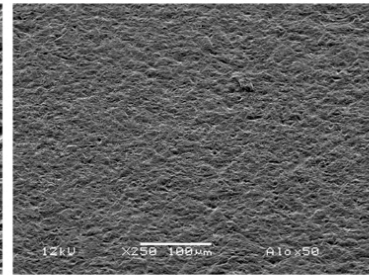
Kontrolli x250



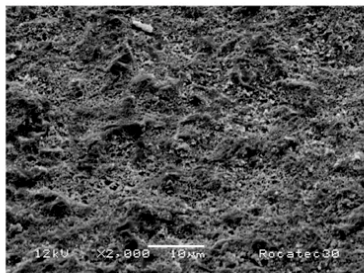
Alumiinioksidin 50µm x2000



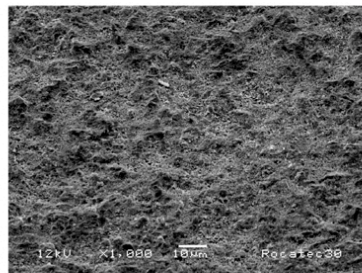
Alumiinioksidin 50µm x1000



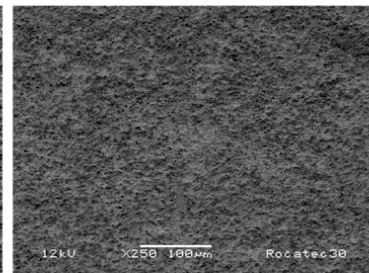
Alumiinioksidin 50µm x250



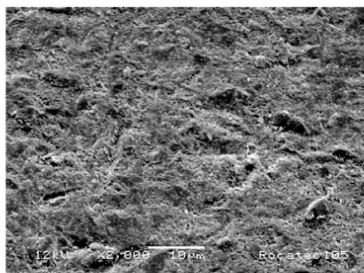
Rocatec 30µm x2000



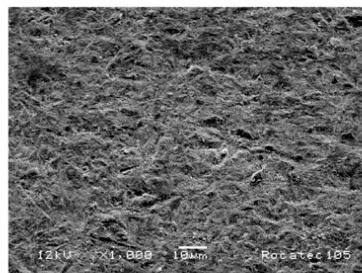
Rocatec 30µm x1000



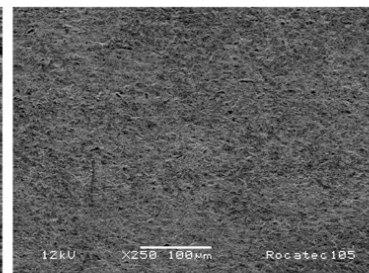
Rocatec 30µm x250



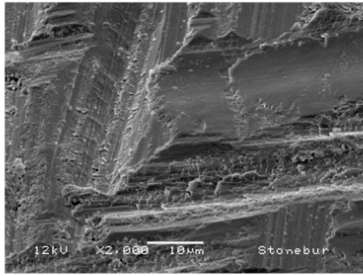
Rocatec 105µm x2000



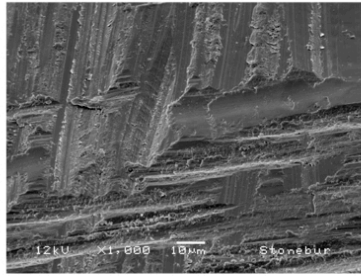
Rocatec 105µm x1000



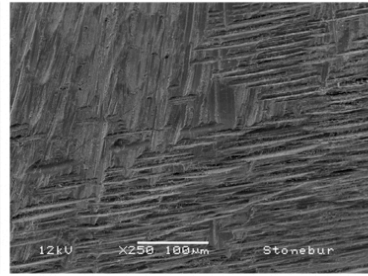
Rocatec 105µm x250



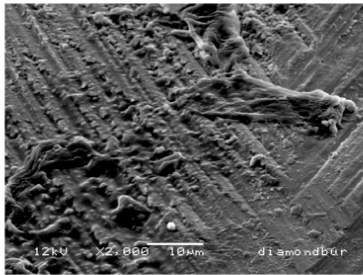
Mikromoottori/kivipora x2000



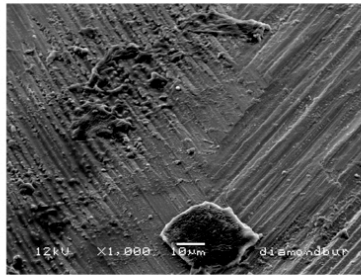
Mikromoottori/kivipora x1000



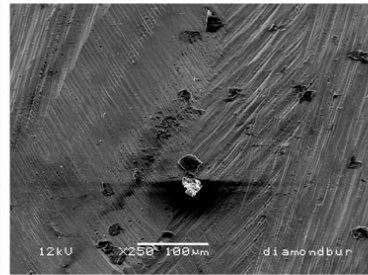
Mikromoottori/kivipora x250



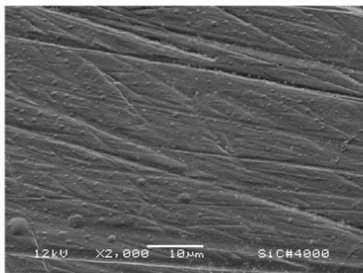
Turbiini/timanttipora x2000



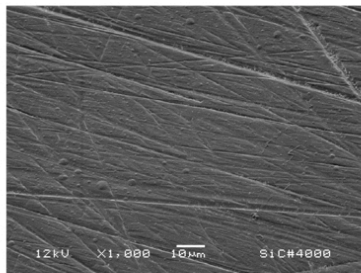
Turbiini/timanttipora x1000



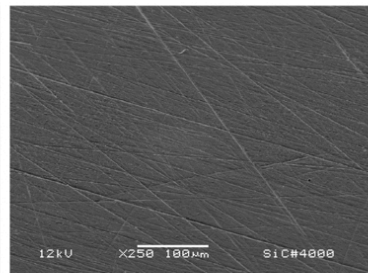
Turbiini/timanttipora x250



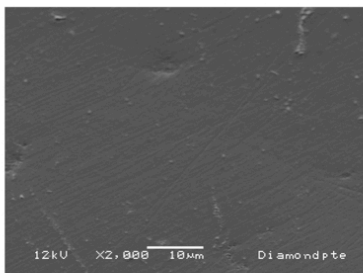
Hiekkapaperi SiC4000 x2000



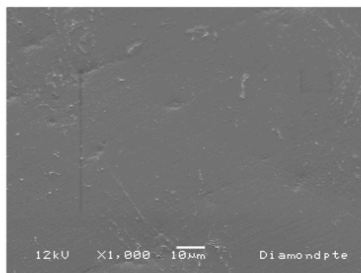
Hiekkapaperi SiC4000 x1000



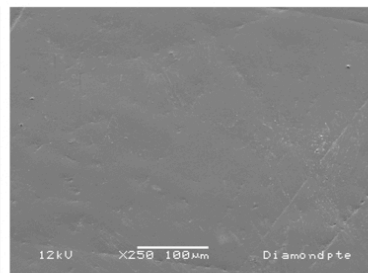
Hiekkapaperi SiC4000 x250



Timanttipastakiillotus x2000



Timanttipastakiillotus x1000



Timanttipastakiillotus x250

Haasteita löytyi jatkuvasti. Etenkin englanninkieliset tutkimukset ja artikkelit olivat kovin työläitä ja hitaita. Niissä käytettävä terminologia oli melko vierasta ja erittäin vaikea ymmärtää, saati sitten kääntää suomeksi.

Alustavien suunnitelmien mukaan tarkoituksena oli sahata kolmenlaisia zirkoniatestikappaleita; pyöreitä kiekkoja paksuudeltaan 1.6mm, tulitikkumaisia 2x2x25mm palikoita ja hieman pienempiä 1x1x8mm kokoisia tikkuja (koot sintrauksen jälkeen). Näille testikappaleille oli tarkoitus tehdä pintakäsittelymenetelmät seuraavasti: alumiinioksidi 50µm 15kpl, rocatec 30µm 15kpl, rocatec 105µm 15kpl, CoJet 15kpl, hiekkapaperihionta 15kpl, mikromoottori 15kpl, turbiini 15kpl, timanttipastakiillotus 15kpl. Lisäksi valmistettiin vielä 15 kpl:n kontrolliryhmä, joita ei sintrauksen jälkeen pintakäsiteltäisi lainkaan. Yhteensä kiekkoja tuli sahata 135kpl, tulitikkuja 135kpl ja pikkutikkuja 135kpl eli kaiken kaikkiaan zirkoniatestikappaleita tuli alunperin olla 405kpl. Myöhemmin testikappalemäärä pieneni 8kpl:seen/pintakäsittelyryhmä. Pintakäsittelymenetelmistä CoJet diskattiin ja pikkutikkujen pintakäsittelyryhmiä vähennettiin radikaalisti. Lopullinen näytekappaleiden määrä aleni kaikenkaikkiaan noin puolella 244:n kappaleeseen.



KUVIO 2. Zirkonian sahaus vesihionnalla.

Näytekappaleet sahattiin ennen sintrausta, jolloin materiaalin käsittely oli vaivattomampaa. Sahan käyttö vaati alussa harjoitusta, jotta kiekot ja tikut saataisiin mahdollisimman lähelle oikeaa kokoa. Ensimmäiset 40 kiekkoa saatiin sahatuiksi ja hiekkapaperilla hiotuiksi neljässä tunnissa vesijäähdytystä käyttäen (kuvio 2). Lippo Lassilan pistäytyessä paikalle katsomaan kuinka työt edistyivät, ilmoitti hän,

että vesijäähdytystä ei saa käyttää sintraamattomien zirkoniakappaleiden työstämiseen. Tämä tarkoitti sitä, että työt jouduttiin aloittamaan alusta. 2x2x25mm –kokoisten testikappaleiden (tulitikkujen) työstäminen osoittautui hyvin ongelmalliseksi, sillä materiaali ei kestänyt koneellista sahaamista kuin yhteen suuntaan. Loput jouduttiin työstämään käsin laikalla.

Sintraus osoittautui erittäin hitaaksi, sillä uuneja oli vain yksi ja kerrallaan siihen mahtui vain rajallinen määrä näytekappaleita. Sintrauksen jälkeen huomattiin muutaman tikun hieman vääntyneen ja kiekkoista osan kellertyneen päällipuolelta. Syyksi todettiin, että kappaleet olivat olleet uunin lämpövastusten lähellä.

Testikappaleiden sintrauksien ja eri pintakäsittelyiden jälkeen aloitettiin posliinin kerrostus pikkutikkuja varten. Tämän tutkimuksen tarkoituksena oli tutkia zirkonian ja posliinin välistä sidosta vetolujuustestillä. Suurimpana huolenaiheena tässä vaiheessa oli, että kestääkö zirkonian ja posliinin välinen sidos sahausesta johtuvaa rasitusta. Turun yliopiston biomateriaalien tutkimuslaboratoriossa



suoritettu sahausoperaatio epäonnistui. Vaikka posliinin sahaus onnistuikin, zirkonia osoittautui niin kovaksi, että timanttisahanteriä hajosi 3kpl:ta (kuvio 3). Testikappaleita yritettiin seuraavaksi sahata hiomasahalla, joka osoittautui hermoja raastavan hitaaksi ja yhtä hyödyttömäksi menetelmäksi. Kuudesta testiryhmästä onnistuttiin sahaamaan ja testaamaan ainoastaan kahden testiryhmän koepalikat. Tämän vuoksi päädyttiin tekemään Lippo Lassilan ehdotuksen pohjalta näytekappaleet

KUVIO 3. Rikkoutunut timanttisahanteriä.

vielä yhtä tutkimusmenetelmää varten, eli push out -testiin. Push out -testiin tehtiin jälleen kiekkoja. Kuhunkin kiekkoon porattiin 5 reikää, joihin oli tarkoitus kerrostaa posliinia. Posliini puolestaan oli tarkoitus työntää ulos testilaitteella. Tämä testausmenetelmä vaati jonkin verran kekseliäisyyttä, sillä kiekkoihin tulevat kooniset reiät vaativat oikeanlaisen kulman. Sintraamattomana zirkoniakiekkoihin oli vaikea saada 5 reikää, niin että testikappale pysyisi ehjänä.

Koekiekkoja yritettiin valmistaa ensin jyrsimällä. Tämä metodi hylättiin jo alkumetreillä. Kekseliäisyydestään tunnettu opettajamme Heimo Lehtimäki valmisti hiiliteräksistä poranterää muokkaamalla juuri oikeanlaisen terän. Se osoittautui hyvin toimivaksi. Kerrostaminen ja kiekkojen käsinhiominen hiekapaperilla oli hidasta, mutta kaikki kiekot saatiin valmiiksi laaditun aikataulun mukaisesti. Matkalla Turkuun spekulointiin testausten onnistumisesta. Tietoisina, että tämäkin testi

saattaisi epäonnistua, olimme hiukan huolissamme jäisikö posliinin ja zirkonian välinen sidos kokonaan testaamatta. Onneksi testikappaleiden testaus onnistui toivotulla tavalla! Kun Turku ja turkulaiset olivat osoittautuneet kaikin puolin miellyttäväksi, saavuttuamme viidennen kerran Suomen läntiseen pääkaupunkiin, pelkäsimme matkan jäävän viimeiseksi. Mielessä kävi jo ettemme enää koskaan pääsisi näin useasti käymään Turussa... 😊

Turun Yliopiston kanssa oli ilo tehdä yhteistyötä. Siitä kiitokset Lippo Lassilalle, Milla Lahdenperälle sekä kaikille meitä auttaneille.

LOPPU HYVIN, KAIKKI HYVIN!



Helena Oksa, Marietta Gaez Caceres ja Miia Berg-Määttä