**Univerzita Karlova Praha**

**1. lékařská fakulta**

# Bakalářská práce

# Srovnání halogenových a LED dentálních polymeračních lamp

**Autor: Jan Froněk**

**Vedoucí bakalářské práce: RNDr. Pavel Bradna, CSc.**

**Praha 2008**

## Poděkování:

Za všestrannou pomoc, užitečné připomínky a za čas, který mi věnoval, děkuji vedoucímu bakalářské práce RNDr. P. Bradnovi, CSc. Zvláštní dík pak patří prof. MUDr. J. Duškové, DrSc.

## Prohlášení:

Prohlašuji, že bakalářskou práci na téma Srovnání halogenových a LED dentálních polymeračních lamp jsem vypracoval samostatně za použití uvedené literatury.

V Praze dne Jan Froněk

……..

## Obsah:

**1. Úvod ..... 6**

1.1 Typy polymeračních lamp ..... 9

1.2 Vliv polymeračního režimu na vlastnosti kompozitních materiálů ..... 14

1.3 Současné trendy ve vývoji nových typů kompozitních materiálů ..... 14

**2. Materiál a metodika ..... 15**

2.1 Polymerační lampy ..... 15

2.2 Kompozitní materiály ..... 19

2.3 Měření tvrdosti dle Knoopa ..... 21

2.4 Statistické vyhodnocení ..... 26

**3. Výsledky a diskuse ..... 27**

3.1 Charakterizace výkonu polymeračních lamp ..... 27

3.2 Vliv polymerační doby a zatížení při měření tvrdosti ..... 28

3.3 Vliv typu polymerační lampy na tvrdost kompozitních materiálů ..... 30

3.4 Změny tvrdosti kompozitního materiálu po 24 hodinách ..... 32

3.5 Srovnání soft-start a 20 s polymerace ..... 34

**4. Závěr ..... 37**

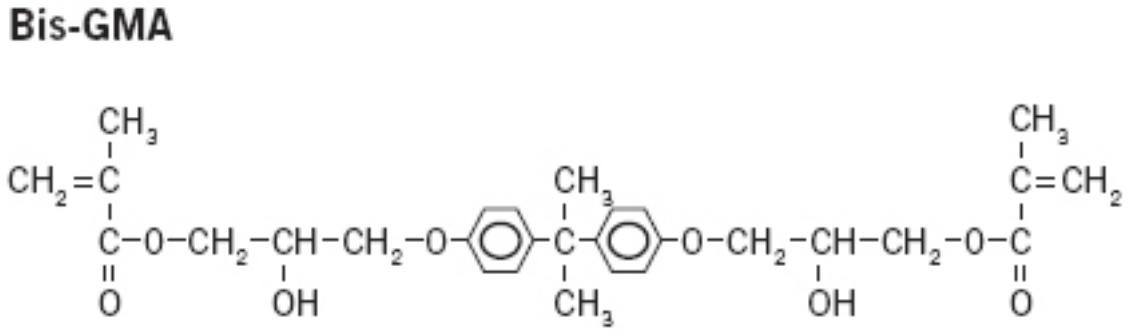
**5. Literatura ..... 38**

# Abstrakt

Stupeň vytvrzení může významným způsobem ovlivnit životnost výplní z kompozitních materiálů. Kromě celkového složení kompozitního materiálu rozhoduje o stupni vytvrzení i typ použité polymerační lampy, zejména shoda absorpčního spektra použitého iniciačního systému kompozitu a emisního spektra lampy. Ke světelné polymeraci se používají především halogenové a LED (Light Emitting Diode) lampy, lišící se celkovým výkonem a šířkou emisního spektra, vyvinuté zejména pro iniciátory kafrchinonového typu radikálově iniciované polymerace. Tyto lampy jsou doporučovány nejenom pro polymeraci dimetakrylátových, radikálově polymerovaných kompozitních materiálů, ale i nových typů nízkokontrahujících kompozitů s jinými typy monomerů. **Cíl:** Porovnat účinnost několika typů halogenových a LED polymeračních lamp při vytvrzení epoxidových a dimetakrylátových kompozitních materiálů měřením povrchové tvrdosti bezprostředně po polymeraci a s odstupem 24 hodin. **Materiál a metodika:** Sledováno bylo 6 typů polymeračních lamp pro polymeraci epoxidového a dimetakrylátového kompozitního materiálu. Hodnocení lamp bylo provedeno na základě měření povrchové tvrdosti horní – ozářené a spodní strany modelových výplní tloušťky 2 mm. Použit byl standardní 20 sekundový cyklus polymerace a soft-start program pro snížení polymeračního pnutí u lamp vybavených tímto programem. Tvrdost byla měřena 10 – 15 minut po polymeraci a u vybrané halogenové a LED lampy i po 24 hodinách po polymeraci. **Výsledky:** U obou skupin materiálů byl pozorován významný vliv typu polymerační lampy na stupeň vytvrzení kompozitního materiálu. Nejvyšší povrchová tvrdost byla nalezena při použití halogenových lamp a multispektrální LED lampy. V porovnání s kontrolní skupinou (dimetakrylátový kompozit) byla povrchová tvrdost epoxidového typu výrazně vyšší. **Závěr:** I přes omezený rozsah hodnocených polymeračních lamp a kompozitních materiálů se ukázalo, že nejvyšší stupeň vytvrzení byl dosažen s použitím především klasických halogenových polymeračních lamp. Vytvrzení epoxidového kompozitního materiálu s kationtově iniciovanou polymerací je rychlé a jeho povrchová tvrdost vyšší než u kontrolního materiálu.

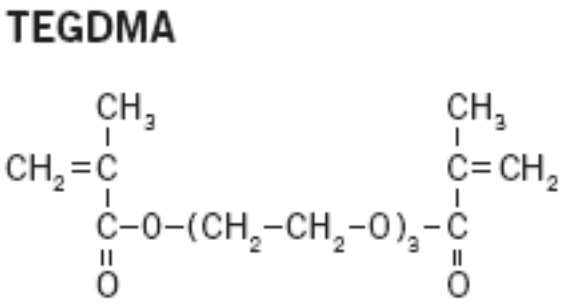
# 1. Úvod

Potřeba zařadit polymerační lampy do technického vybavení stomatologické ordinace přišla s rozvojem světlem tuhnoucích kompozitních materiálů ve 2. polovině 20. století. Předpokladem jejich zavedení byl objev málo kontrahující pryskyřice (dvoufunkčního monomeru) Bis-GMA, **Obr. 1**, (2,2-bis-4-(2-hydroxy-3-metakryloxy-propyloxy)-fenyl-propan) Bowenem v roce 1962 [1], která je v kompozitních materiálech používána dodnes.




Obrázek 1. Monomer Bis-GMA

Základem ve stomatologii rozšířených kompozitních materiálů je chemicky vázaná kombinace zesíťovaného dimetakrylátového polymeru (matrice) a anorganického plniva, tvořeného nejčastěji povrchově upraveným sklem. Většina kompozitních materiálů obsahuje vysoké procento Bis-GMA, který vzniká reakcí bisphenolu A a glycidylmetakrylátu nebo reakcí diglycidylether bisphenolu A a metakrylové kyseliny. Kromě monomeru Bis-GMA se používají i další typy, např. UDMA (uretandimetakrylát) a zejména monomery alifatického charakteru, které slouží ke snížení viskozity základních monomerů Bis-GMA a UDMA. Patří sem hlavně trietylenglykoldimetakrylát (TEGDMA), **Obr. 2**, 1,6-hexandioldimetakrylát (HDDMA) a další.



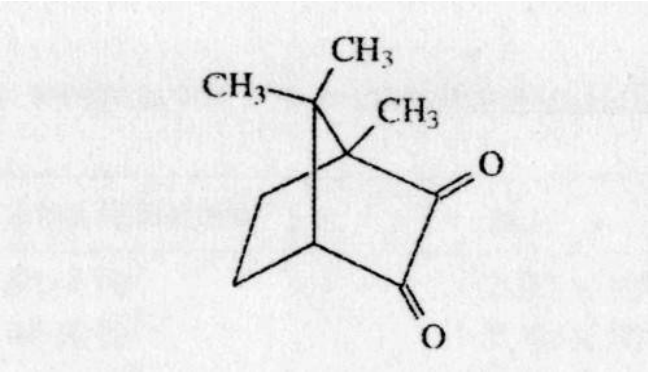

Obrázek 2. Monomer TEGDMA

Povrch plniva je upravován silany, které zabezpečují chemické spojení plniva a matrice. V závislosti na typu iniciační reakce obsahuje směs pojiv iniciátory polymerace (kafrchinon pro světlem tuhnoucí systémy, či dibenzoylperoxid pro chemicky tuhnoucí kompozity), aktivátory polymerace (aromatické či alifatické aminy), inhibitory samovolné polymerace (hydrochinon, 4-metoxyfenol, 2, 4-diterc-butylhydroxytoluen), pigmenty a další složky [2].

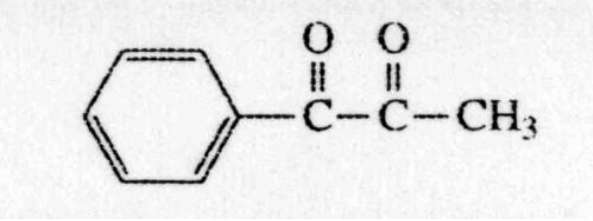
Prvním typem kompozitních materiálů byly chemicky tuhnoucí / samopolymerující kompozity, jejichž iniciační systém byl odvozen od chemie metakrylátových plastů, používaných od roku 1937 v oblasti materiálů pro stomatologickou protetiku [3]. Jedná se o dvousložkové systémy, kdy jedna složka ve formě pasty nebo prášku obsahovala iniciátor (dibenzoyl peroxid) a druhá urychlovač aminového typu. Jejich smísením došlo k iniciaci polymerace a ztuhnutí směsi. Především obtížné promíchání viskózních past doprovázené vznikem nehomogenit a defektů typu vzduchových bublinek (porozita), spolu s pomalou polymerací a náchylností ke změně barvy, vedly k vývoji fotopolymerujících kompozitních materiálů.

Fotopolymerace je dnes nejrozšířenějším způsobem polymerace kompozitních materiálů v zubním lékařství. Tyto kompozitní materiály jsou dodávány jako jednosložkové viskózní pasty balené ve stříkačkách či jednorázových kompulích v optimálním složení namíchaném přímo u výrobce. Jejich tuhnutí probíhá již po krátkém, několikasekundovém ozáření modrým světlem. Z hlediska mechanismu polymerace se jedná o radikálově iniciovanou polymeraci, kdy účinkem světelného záření dojde v přítomnosti světelného iniciátoru a aminového urychlovače k tvorbě radikálů, které spustí řetězovou polymerační reakci. Při dané době ozáření (doba

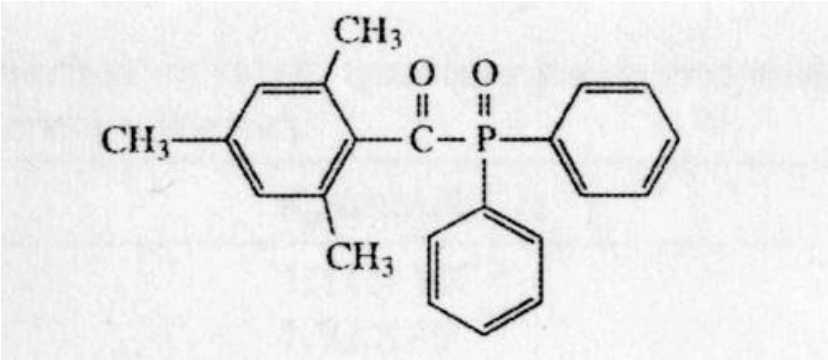
polymerace) a intenzitě světla záleží stupeň vytvrzení kompozitu a tedy konverze monomerů na tloušťce vrstvy kompozitu, jeho barevném odstínu a charakteru plniva [4]. Jedním z hlavních předpokladů úspěšné polymerace se u těchto systémů tudíž stává další technologický prvek postupu – polymerační lampa. Podobně jako na kompozitní materiály, jsou i na polymerační lampy, zařazené mezi zdravotnické prostředky třídy I, kladeny požadavky specifikované v mezinárodních normách ISO [5]. Polymerační lampy musí emitovat světlo v oblasti 400 – 515 nm, která odpovídá absorpčnímu pásu světelných iniciátorů – modré světlo s maximem pro nejčastěji používaný kafrchinon (dále CQ) 468 nm, **Obr. 3**, propandion (dále PPD) 420 nm, **Obr. 4**, Lucirin TPO (dále TPO) 382 nm, **Obr. 5**, s intenzitou lepší než cca 400 mW/cm$^2$.




Obrázek 3. Kafrchinon (CQ)




Obrázek 4. Propandion (PPD)




Obrázek 5. Lucirin TPO

Minimalizováno má být škodlivé tepelné záření, které by mohlo poškodit pulpu. Na druhou stranu, nedostatečná polymerace může mít zásadní vliv nejenom na sníženou povrchovou tvrdost [6] a mechanickou odolnost kompozitní výplně, ale zvyšovat i únik nezpolymerovaných složek z kompozitního materiálu s toxickým či iritačním vlivem [7, 8].

Mezi nejčastěji používané metody hodnocení účinnosti polymeračních lamp patří měření povrchové tvrdosti zpolymerovaného kompozitního materiálu metodou Knoopa [9, 10]. Povrchová tvrdost záleží na stupni konverze monomerů [11]. Dosavadní výsledky řady srovnávacích prací nejsou zcela jednoznačné a liší se podle typu lampy a použitého kompozitního materiálu.

## 1.1 Typy polymeračních lamp

V současné době jsou pro polymeraci světlem tuhnoucích materiálů v zubním lékařství používány 4 typy polymeračních lamp – halogenové, diodové (dále LED, Light Emitting Diodes), plazmové a laserové.

### 1.1.1 Halogenové lampy

Halogenové polymerační lampy jsou na trhu již více než 20 let [12]. Nahradily dříve používané UV polymerační lampy, které byly ve své době velmi oblíbené. Záhy se ale přišlo na to, že mohou poškozovat zrak a sliznici dutiny ústní. Proto bylo jejich používání v klinické praxi zakázáno [13].

Halogenová žárovka generuje světlo po zahřátí wolframového vlákna elektrickou energií na extrémně vysokou teplotu. Většina energie v halogenové

žárovce se proto přemění na teplo a jen malá část je vyzářena v podobě světelného záření [14]. Selektivní filtry propustí vlnové délky odpovídající modrému světlu (400 – 500 nm) [15]. Molekuly fotoiniciačního systému, které jsou citlivé na modré spektrum světla, vytvoří volné radikály iniciující polymerační proces. Výstupní světelná energie je menší než 1 % spotřebované elektrické energie. Přesto se halogenové lampy těší stále velké oblibě a jsou zatím v klinické praxi nejpoužívanější. Jejich výhodou je především široké emisní spektrum, které pokrývá absorpční spektrum všech běžně užívaných iniciátorů.

Největším nedostatkem halogenových polymeračních lamp je teplo generované halogenovou žárovkou, které po určité době degraduje její jednotlivé komponenty. Životnost halogenové žárovky je v průměru 100 hodin [16].

### 1.1.2 LED lampy

LED polymerační lampy se objevily v polovině 90. let minulého století. LED lampy jsou založeny na technologii polovodičů, většinou se jedná o Gallium nitridové polovodiče. Tyto typy polymeračních lamp jsou vysoce účinné a vykazují nízkou spotřebu energie. Emitované spektrum je úzké (cca 430 – 490 nm), odpovídající vlnovým délkám modrého světla, čímž odpadá nutnost použití filtrů jako v případě halogenových polymeračních lamp. Jako zdroj energie může sloužit nabíjecí akumulátor přímo v tělese lampy, takže tyto lampy mohou pracovat i bez připojení síťovým kabelem, což přispívá k lepší manipulovatelnosti s lampou. Velkou nevýhodou LED lamp je však úzké emisní spektrum, které nemusí zasahovat do oblasti absorpce všech používaných iniciátorů. To může snižovat jejich účinnost při polymeraci.

První generace LED lamp měla problémy s nízkou světelnou intenzitou a s nedostatečným vytvrzením kompozitních materiálů s iniciátory s maximem absorpce menším než 450 nm [17]. Dnes jsou však již k dispozici LED polymerační lampy, které mají vysoký světelný výkon a při použití iniciátoru zejména CQ typu se plně vyrovnají halogenovým lampám. Životnost LED diod je vzhledem k nízké produkci tepla větší než 10 000 hodin provozu [18]. U nových vysoce výkonných LED lamp je však produkce tepla o něco vyšší a výrobci tak předcházejí přehřátí lampy použitím vestavěného větráčku.

### 1.1.3 Plazmové lampy

Plazmové polymerační lampy byly vyvinuty na základě technologie používané americkým Národním úřadem pro aeronautiku a kosmický prostor (NASA). Plazmové lampy obsahují 2 elektrody s velkým potenciálovým spádem, které jsou schopny ionizovat inertní plyn, ve většině případů xenon, do stavu plazmatu emitujícího světlo. Spektrum emitovaného světla je široké a je proto nutné několika filtry odstranit jeho infračervené a ultrafialové složky. Výsledkem je široké spektrum 380 – 500 nm. Lampy jsou velice výkonné a tomu odpovídá i potřebné výkonné chlazení, nejlépe vodní. Polymerační doba dosahuje vzhledem k velkému výkonu velmi krátkých časů. Masovému rozšíření toho druhu polymeračních lamp zabraňuje vysoká cena, náročný provoz a nebezpečí velkého zahřívání tkání v ústní dutině.

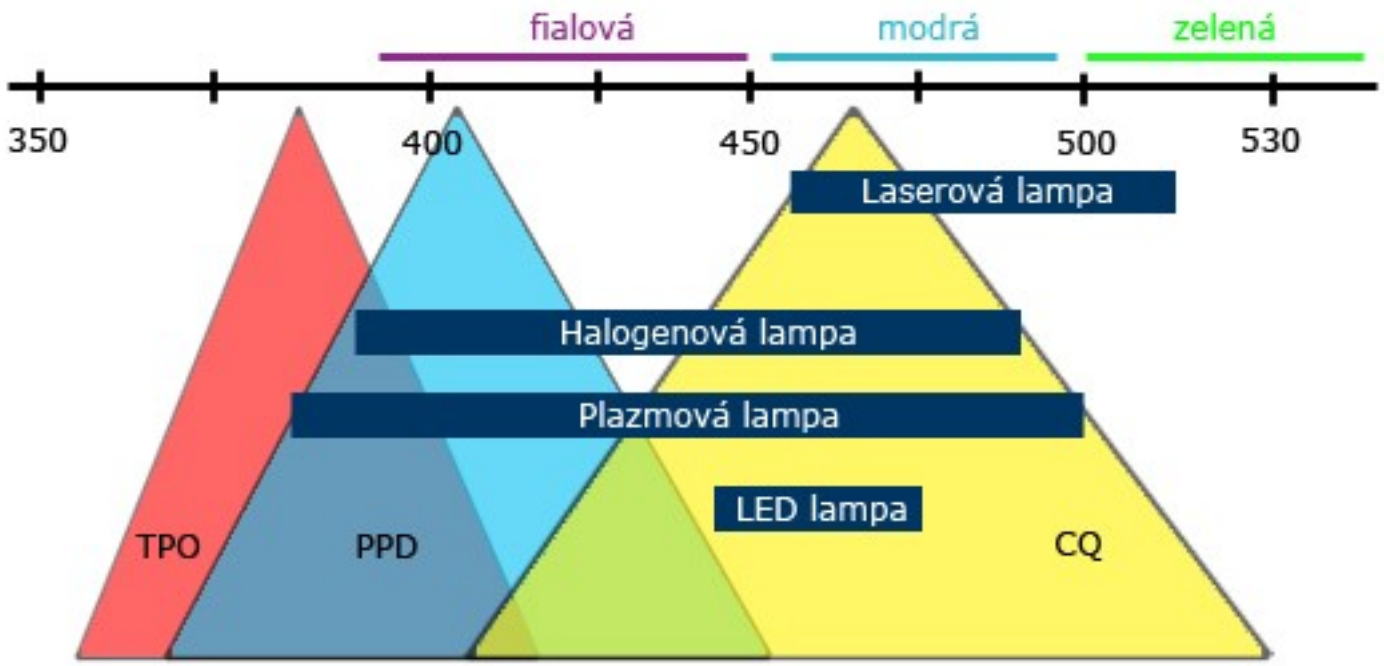
### 1.1.4 Laserové lampy

Laserové polymerační lampy pracují na principu argonového laseru, který emituje světlo o vysoké energii. Argonový laser je monochromatický a výsledné světelné spektrum je velmi úzké, pohybující se kolem hodnoty 488 nm. Vysoký výkon laserových polymeračních lamp zkracuje obvyklou polymerační dobu o 75 %.

Stejně jako v případě plazmových polymeračních lamp zabraňuje většímu rozšíření laserových lamp velmi vysoká cena samotného přístroje i dalšího provozu. Problémem je i velikost a hmotnost celého zařízení, zahřívání tkání v ústní dutině a nároky na chlazení. Velkou nevýhodou laserových lamp je, stejně jako u LED polymeračních lamp, úzké emisní spektrum, **Tab. 1**, které nemusí zasahovat do oblasti absorpce všech používaných iniciátorů, **Obr. 6**.

| | Halogenové | LED | Plazmové | Laserové |
|---|---|---|---|---|
| **Výhody** | široké světelné spektrum | nízké zahřívání tkání | široké světelné spektrum | velmi krátká polym. doba |
| | nízké zahřívání tkání | dlouhá životnost | velmi krátká polym. doba | |
| | zaběhnutá technologie | nízká hmotnost | | |
| | nízká cena | malá velikost | | |
| | levná údržba | bezdrátové | | |
| | | levná údržba | | |
| | | | | |
| **Nevýhody** | napájecí kabel | úzké světelné spektrum | zahřívání tkání | úzké světelné spektrum |
| | zahřívání při dlouhodobějším používání | nutnost hlídat nabití baterií | náročné chlazení | zahřívání tkání |
| | | | velké rozměry a hmotnost | náročné chlazení |
| | omezená životnost | | napájecí kabel | velké rozměry a hmotnost |
| | | | drahá údržba | vysoká cena |
| | | | | drahá údržba |

Tabulka 1. Výhody a nevýhody jednotlivých typů polymeračních lamp




Obrázek 6. Přehled emisních a absorpčních spekter jednotlivých typů lamp a fotoiniciátorů

## 1.2 Vliv polymeračního režimu na vlastnosti kompozitních materiálů

Světelná polymerace kompozitních materiálů se běžně provádí při konstantním světelném výkonu po dobu doporučenou výrobcem materiálu. Ukázalo se, že vhodným režimem polymerace může být snížena polymerační kontrakce kompozitních materiálů, která dosahuje podle typu kompozitu obvykle 2,5 – 5,0 obj. %. Aby se snížilo vnitřní pnutí na rozhraní kavity a výplně a následně nebezpečí vzniku okrajové spáry, některé práce doporučují polymerovat na začátku s nižší intenzitou a poté s maximální [19]. Tento typ polymerace se nazývá polymerace s „měkkým startem“ (soft-start polymerization) a od druhé poloviny 90. let jsou některé lampy tímto polymeračním programem vybaveny.

## 1.3. Současné trendy ve vývoji nových typů kompozitních materiálů

Riziko vzniku okrajové spáry, která limituje životnost kompozitních výplní, lze snížit zvýšením obsahu plniva a tedy snížením obsahu polymerizujících složek, anebo vývojem nových monomerů s menší polymerační kontrakcí. Mezi materiály tohoto typu se řadí i kompozity, které namísto metakrylátových monomerů obsahují jako monomery ormocery nebo epoxidové pryskyřice [20]. Zatímco u prvních dvou skupin monomerů je polymerace iniciována radikálově s použitím standardních typů iniciátorů, u epoxidových monomerů je radikálová polymerace nahrazena kationtovou polymerací s odlišným mechanismem iniciace. Jelikož polymerační kontrakce u tohoto kompozitu dosahuje pouze 1 obj. % [20], a rovněž jeho biologické vlastnosti jsou srovnatelné s předchozími typy, jedná se o velmi perspektivní materiál. Ačkoliv se uvádí, že tyto kompozity jsou iniciovány v podstatě podobnými fotoiniciátory jako klasické radikálově polymerované kompozity, dosud chybí detailnější informace o vlivu různých typů polymeračních lamp na rozsah polymerace tohoto typu kompozitních materiálů.

**Cíl práce:**

Porovnat účinnost několika typů halogenových a LED polymeračních lamp při vytvrzení epoxidových a dimetakrylátových kompozitních materiálů měřením povrchové tvrdosti bezprostředně po polymeraci a s odstupem 24 hodin.

# 2. Materiál a metodika

## 2.1 Polymerační lampy

Ve studii bylo použito celkem 6 polymeračních lamp různých výrobců (obrázky v Příloze 1).

### 2.1.1. Halogenové typy

**Heliolux DLX 1**

Prvním zástupcem halogenových lamp je typ Heliolux DLX 1 (dále jen Heliolux) od firmy Ivoclar Vivadent. Lampa je osazena 100 W halogenovou žárovkou s emisním spektrem o vlnové délce 400 – 500 nm. Výrobcem udaná maximální světelná intenzita je 750 mW/cm$^2$. Lampa kromě klasické polymerace již nenabízí žádné další polymerační režimy a je napájena přímo síťovým kabelem.

**Megalux Fast-Cure**

Výrobcem halogenové polymerační lampy Megalux Fast-Cure (dále jen Megalux) je německá firma Mega Physik. Lampa je osazena 75 W halogenovou žárovkou s emisním spektrem o vlnové délce 400 – 500 nm. Výrobce udává, že lampa dosahuje světelné intenzity přes 1000 mW/cm$^2$. Lampa nabízí 4 režimy polymerace – fast-cure, soft-start, bělení a ortho.

- fast-cure: 12 s polymerační doba
- soft-start: 10 sekundová předpolymerace s redukovanou energií, po 10 sekundách se zvyšuje na plný výkon, po celkem 20 sekundách se světlo automaticky vypne
- bělení: slouží k aktivaci bělícího materiálu po 30 sekundách se světlo automaticky vypne
- ortho: slouží k fixaci ortodontických zámků duálně tuhnoucími adhezivy, přístroj pracuje bez přerušení, každých 5 s zazní akustický signál [21]

Napájení lampy je řešeno síťovým kabelem.

### 2.1.2 LED polymerační lampy

**DioPower**

Prvním zástupcem LED polymeračních lamp je lampa DioPower (CMS Dental, Dánsko). Lampa obsahuje dva nástavce – DioCure a DioLight. DioCure se skládá z jedné LED diody o vlnové délce emitovaného světla 450 – 490 nm. Zajímavostí této lampy je použití transparentního plastového světlovodu. Výrobce udává maximální světelnou intenzitu větší než 1000 mW/cm$^2$. Lampa nabízí dva polymerační režimy – režim se stoprocentním výkonem a s možností volby vytvrzovací doby 5 s, 10 s a 15 s a soft-start, kdy lampa poskytuje desetiprocentní výkon po dobu 4 s a poté po dobu 8 nebo 12 s stoprocentní výkon. O napájení se stará nabíjecí akumulátor.

**Translux Power Blue**

LED polymerační lampa Translux Power Blue (dále jen Translux) od německé firmy Heraeus Kulzer obsahuje LED diodu o vlnové délce emitovaného světla 440 – 480 nm. Maximální světelná intenzita udávaná výrobcem je 1000 mW/cm$^2$. Lampa nabízí dva polymerační režimy – Fast a Slow Rise.

- Fast – osvěcování s konstatním výkonem, volba doby vytvrzování 10 s nebo 20 s
- Slow Rise – polymerace s pomalu rostoucím výkonem, vytvrzovací doba 20 s [22]

O provoz lampy se stará nabíjecí akumulátor.

**G-Light**

LED polymerační lampa G-Light (GC America) obsahuje jednu diodu emitující krátkovlnné fialové světlo (vlnová délka 390 – 465 nm) a sedm diod s emisí modrého světla (vlnová délka 465 – 475 nm). Výrobce udává maximální světelnou intenzitu až 1200 mW/cm$^2$. Lampa nabízí polymerační režimy lišící se délkou vytvrzovací doby 5 s, 10 s, 20 s a nepřetržitá (max. 5 minut). O napájení se stará nabíjecí akumulátor.

**BluePhase C8**

Zdrojem světla polymerační lampy BluePhase C8 (dále jen BluePhase) od firmy Ivoclar Vivadent je 5 W modrá LED dioda emitující světlo o vlnové délce 430 – 490 nm a minimální světelné intenzitě 800 mW/cm$^2$. Lampa umožňuje výběr ze tří polymeračních režimů – HIP, LOP a SOF, u kterých je ještě možno měnit výrobcem udanou dobu vytvrzování.

- HIP (high power) – 800 mW/cm$^2$ – vytvrzovací doba 20 s
- LOP (low power) – 650 mW/cm$^2$ – vytvrzovací doba 10 s
- SOF (soft-start) – start 650 mW/cm$^2$, po 5 sekundách 800 mW/cm$^2$ – vytvrzovací doba 30 s [23]

Lampa je napájena síťovým kabelem.

| Lampa | Výrobce | LED/Halogen | Vlnová délka [nm] | Světel. výkon udaný [mW/cm$^2$] | Max. světel. výkon změřený [mW/cm$^2$] | Polymerační režimy |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Heliolux | Ivoclar Vivadent | 100W halogen. | 400 – 500 | 750 | 935 (1020) | jen základní polymerace |
| Megalux | Mega Physik | 75W halogen. | 400 – 500 | >1000 | 2000 (2500) | fast-cure, soft-start, bělení, ortho |
| DioPower | CMS Dental | 1 LED | 450 – 490 | 1000 | 530 (NA) | soft-start |
| Translux | Heraeus Kulzer | 1 LED | 440 – 480 | >1000 | 1140 (740) | fast, slow rise |
| G-Light | GC America | 1 fialová a 7 modrých LED | 390 – 465 (fialová), 465 – 475 (modrá) | 1200 | 1680 (1560) | jen základní polymerace |
| BluePhase | Ivoclar Vivadent | 5W LED | 430 – 490 | 800 | 1750 (1450) | high a low power, soft-start |

Tabulka 2. Shrnutí vlastností použitých polymeračních lamp.

### 2.1.3 Radiometry

Pro měření světelného výkonu lampy byly použity 2 radiometry různých výrobců. Prvním z nich byl analogový tester EVT 460 (Preciosa, Turnov), druhým digitální BluePhase Meter (Ivoclar Vivadent), **Tab. 3**.

| | **Radiometr** | |
|---|---|---|
| | EVT 460 | BluePhase Meter |
| **Spektrální rozsah [nm]** | 400 – 520 | 380 – 520 |
| **Rozsah indikace [mW/cm$^2$]** | 0 – 1999 | 300 – 2500 |

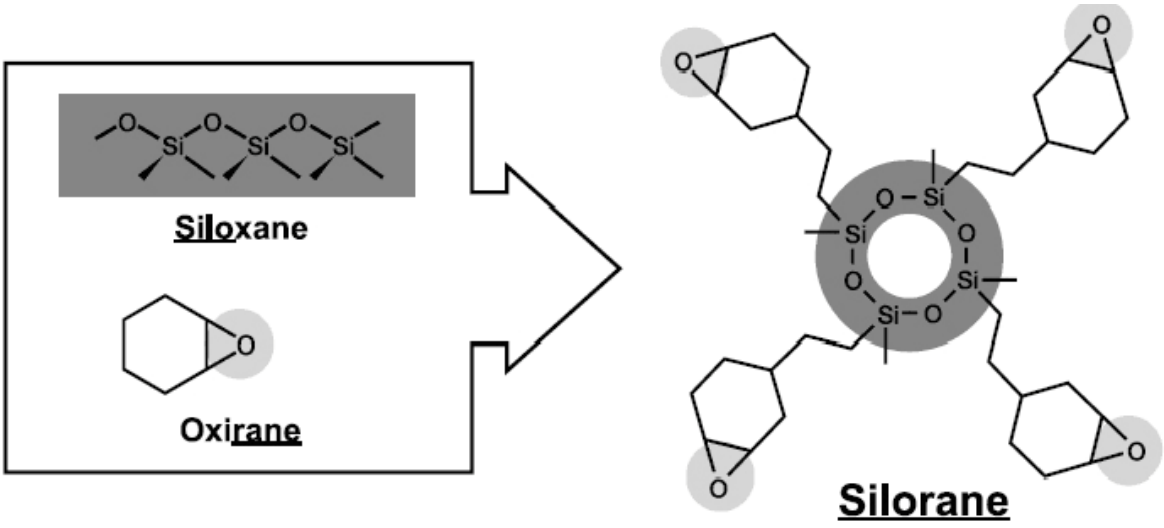
Tabulka 3. Parametry použitých radiometrů

## 2.2 Kompozitní materiály

V bakalářské práci byly použity kompozitní materiály Charisma a Filtek Silorane světlých odstínů A2.

**Filtek Silorane**

Kompozitní materiál Filtek Silorane (3M ESPE, Německo) je nový typ materiálu. Název Silorane pochází z názvu chemických sloučenin, ze kterých je Silorane složen – Siloxan a Oxirane, **Obr. 7**.

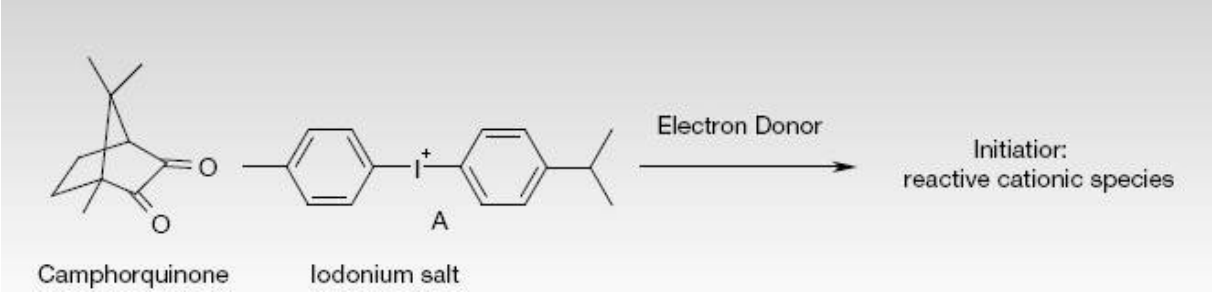



Obrázek 7. Schéma molekuly Silorane

Polysiloxany jsou v průmyslu známy svými výraznými hydrofobními vlastnostmi. Oxirane (epoxid) je používán v mnoha technických odvětvích, kde je zapotřebí velká pevnost a odolnost fyzikálním vlivům, jako například v letectví, automobilovém průmyslu a jiných. Polymery na bázi epoxidů jsou známy pro své nízké objemové smrštění a výbornou odolnost chemickým a fyzikálním vlivům. Kombinace těchto dvou chemických sloučenin poskytuje siloranům biokompatibilitu, hydrofobní vlastnosti a především nízkou objemovou smrštitelnost.

Polymerace Filtek Silorane se liší od polymeračního procesu metakrylátových kompozitních materiálů. Během iniciační fáze vzniká aktivní centrum s kladným nábojem, na rozdíl od radikálů u polymerace metakrylátů. Během polymerace se oxiranové skupiny ve tvaru kruhu otevírají, adují na další oxiranový kruh s aktivním centrem nesoucím kladný náboj, za postupného vzniku polymeru. Objemová změna při této polymeraci je významně nižší než objemové smrštění kompozitů na bázi metakrylátových či dimetakrylátových monomerů polymerujících radikálovým mechanismem.

Iniciační systém polymeračního procesu je v případě Filtek Silorane tvořen kafrchinonem, který má maximum absorpce při vlnové délce 468 nm. Dalšími komponenty iniciačního systému jsou koiniciátor na bázi jodoniové soli a donory elektronů – etyl-dimetylaminoetylbenzoát, které generují reaktivní kationaktivní látky iniciující polymerační proces, **Obr. 8**.




Obrázek 8. Schéma iniciace polymeračního procesu u Filtek Silorane

Polymerační doba pro LED polymerační lampy s vlnovou délkou 430 – 480 nm a světelnou intenzitou 500 – 1000 mW/cm$^2$ je 40 s. Pro LED polymerační lampy se světelnou intenzitou 1000 – 1500 mW/cm$^2$ je polymerační doba 20 s. Polymerační doba 40 s platí také pro halogenové polymerační lampy s vlnovou délkou 400 – 500 nm a světelnou intenzitou 500 – 1400 mW/cm$^2$.

**Charisma**

Kompozitní materiál Charisma (Heraeus Kulzer, Německo) patří mezi submikrohybridní kompozity s částicemi plniva o velikosti menší než 1 μm. Charisma přišla na trh v roce 1991 a byla tak jedním z prvním submikrohybridních kompozitů. Základní stavební složkou Charismy jsou monomery Bis-GMA a TEGDMA.

Jako plniva jsou užity barnaté sklo s obsahem hlinitých a fluoridových iontů (průměrná velikost částic 0,7 μm) a vysoce disperzní oxid křemičitý (velikost částic 0,01 – 0,07 μm). Iniciačním systémem polymeračního procesu je CQ. Polymerační doba je standardně 20 s pro světlé odstíny. Pro tmavé odstíny se používá polymerační doba 40 s. Tyto časy platí pro halogenové nebo LED polymerační lampy s minimálním výkonem 400 – 500 mW/cm$^2$.

## 2.3 Měření tvrdosti dle Knoopa

### 2.3.1 Příprava tělísek pro měření tvrdosti

K přípravě tělísek byly použity kruhové teflonové formičky s válcovou dutinou vnitřního průměru 4 mm a výšky 2 mm, což odpovídá doporučované tloušťce polymerované vrstvy kompozitního materiálu. Formičky, umístěné spodní stranou na

skleněném podložním mikroskopickém sklíčku pokrytém transparentní plastovou folií, byly naplněny zvolenými kompozitními materiály v mírném přebytku. Plnění formiček bylo provedeno pomocí běžně užívaných zubařských nástrojů (cpátka, hladítka). Stejná kombinace transparentní plastové fólie a krycího sklíčka byla přiložena i na horní stranu zaplněné teflonové formičky a mírným tlakem prstů na podložní sklíčko bylo dosaženo rovnoměrného rozložení kompozitního materiálu ve formičce a jejím povrchu. Použití ochranné fólie jednak zaručuje hladký povrch tělíska a dále zmenšuje tloušťku inhibované vrstvy vznikající v důsledku reakcí radikálů s kyslíkem.

### 2.3.2 Polymerace

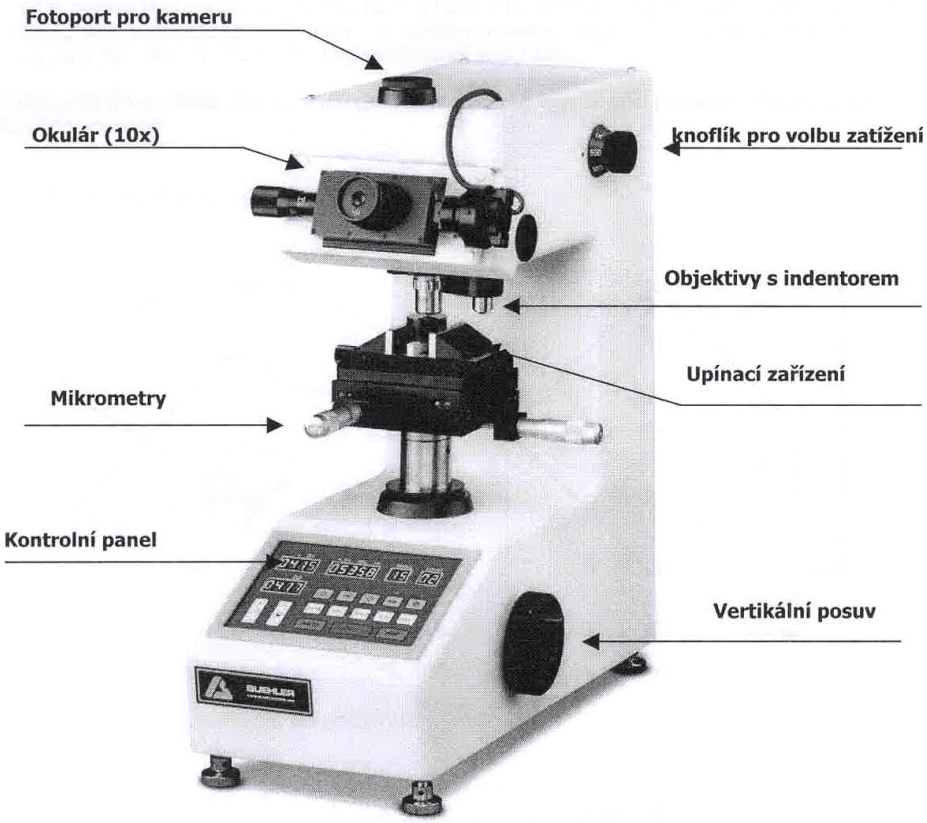
Standardně byla použita doba polymerace 20 s, která odpovídala nejkratší polymerační době podle doporučení výrobce kompozitního materiálu v návodu k použití. V některých návodech výrobců kompozitních materiálů se vyskytuje i polymerační doba 40 s pro polymerační lampy s menším výkonem. Tato doba však neúměrně zvyšuje nebezpečí vzniku přehřívání pulpy a prodlužuje pracovní čas výkonu. Při použití soft-startu odpovídala polymerační doba a světelná intenzita výrobcem nastaveným hodnotám, viz. **Tab 2**. Při polymeraci bylo ústí světlovodu polymerační lampy přiloženo těsně na krycí sklíčko a zahájila se polymerace. Ozáření probíhalo vždy z jedné strany tělíska. Po skončení polymerace bylo odstraněno jak podložní sklíčko, tak i ochranná fólie.

### 2.3.3 Broušení a leštění povrchu tělísek

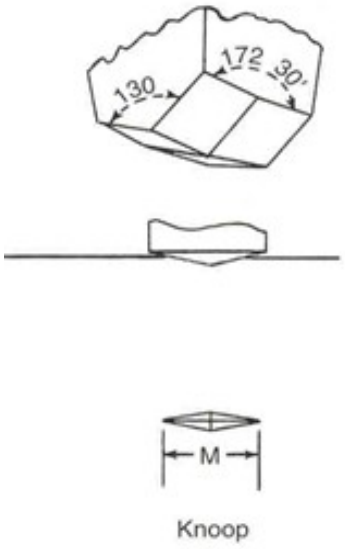
Reakcí monomerních radikálů s molekulami kyslíku dochází k zastavení polymerace v tenké povrchové vrstvě tloušťky cca 10 – 20 μm. Tato vrstva má pak zcela odlišné vlastnosti od zpolymerovaného kompozitního materiálu uvnitř tělíska. I když bylo riziko jejího vzniku sníženo použitím krycí fólie při polymeraci, nebylo možné její vznik zcela vyloučit. Proto bylo nutné inhibovanou vrstvu odstranit zbroušením a následně vyleštěním. Tělíska byla ručně obroušena a vyleštěna po obou stranách krouživým pohybem a postupným otáčením o 90°. Broušení probíhalo na brusném papíru P 1200 (Buehler, střední velikost částic 15 μm). Poté následovalo leštění vzorku za použití vodné suspenze diamantové leštící pasty MetaDi II (velikost částic 6 μm) na nylonové leštící látce a konečné zaleštění suspenzí oxidu hlinitého MicroPolish II (velikost částic 1 μm) na leštící látce MicroCloth, vše Buehler, USA.

### 2.3.4 Postup měření tvrdosti

Tvrdost byla měřena na mikrotvrdoměru IndentaMet 1600-1105D (Buehler, USA), **Obr. 9**. Použita byla metoda měření tvrdosti dle Knoopa (HK). Při této metodě se do povrchu materiálu vtlačuje pod zatížením silou F (působí kolmo na povrch vzorku) čtyřboký diamantový jehlan – indentor, **Obr. 10**, (poměr úhlopříček 7:1, úhly 130° a 172,5°, poměr délky úhlopříčky k hloubce je 30) [24]. Změřením délky vtisku, tedy dlouhé úhlopříčky kosodélníkového vtisku, lze vypočítat tvrdost povrchu v bezrozměrných stupních Knoopa.




Obrázek 9. Mikrotvrdoměr IndentaMet 1600-1105D



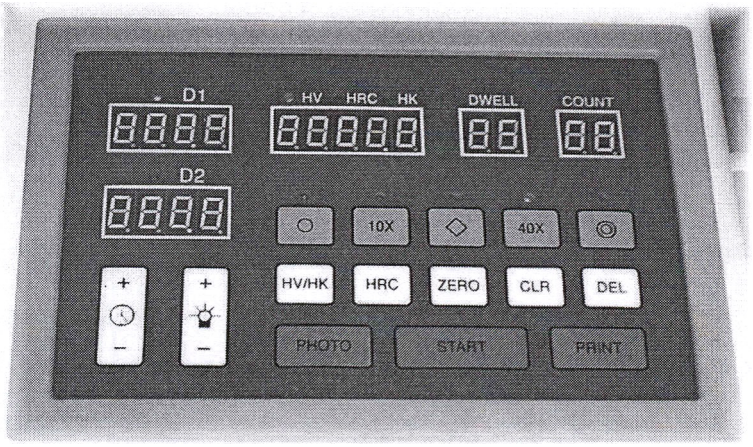

Obrázek 10. Tvar diamantového jehlanu pro měření tvrdosti dle Knoopa

Výpočet tvrdosti se provede podle vzorce:

**$HK = (1{,}4509 \cdot F) / l^2$**

kde F je zatížení (působící síla) v N a l je délka delší úhlopříčky vtisku v mm. 1,4509 je konstanta přístroje vycházející z rozměrů indentoru.

Po zapnutí je nutno nejprve nastavit měřicí mikrometr tvrdoměru na nulovou polohu. Toto se provede posunem pravé a levé měřící čáry v hledáčku tak, aby se dotýkaly a na ovládacím panelu je třeba stisknout tlačítko ZERO, **Obr. 11**. Dále je třeba tlačítkem HV/HK zvolit zkoušku podle Knoopa (HK), nastavit dobu přítlaku tlačítkem s hodinami na 10 s, tlačítkem 10x zvolit 10x zvětšující objektiv a přepínačem pro volbu zatížení vybrat zátěž.




Obrázek 11. Schéma ovládacích prvků Mikrotvrdoměru IndentaMet 1600-1105D

Postup práce:

Teflonové tělísko se položí na upínací zařízení tak, aby světelný kužel z objektivu s 10 násobným zvětšením směřoval doprostřed vzorku. Při 40 násobném zvětšení se provede zaostření na povrchu vzorku, kde se nalezne vhodné místo k provedení zkušebního vtisku. Takové místo by mělo být hladké, bez stop rýh po brusivu a bez vzduchových bublinek. Samotný vtisk udělá přístroj automaticky a poté provede měřící cyklus (vtisk / zkouška) v následujících krocích [25]:

- 40 x zvětšující objektiv je umístěn nad zkoušeným vzorkem
- Karusel se otočí a nad zkoušený vzorek najede indentor
- Indentor se přitlačí na vzorek pod zkušební silou (zátěž). Zkušební síla je na vzorek aplikována po nastavenou dobu přítlaku. Po provedení vrypu indentor vyjede zpět nahoru
- 40 x zvětšující objektiv se vrátí nad zkoušený vzorek

Na každé straně tělíska bylo změřeno vždy 5 vtisků. První vtisk byl proveden přibližně uprostřed tělíska, další vtisky po obvodu v přibližně 75 % poloměru nad a pod a vlevo a vpravo od prvního vrypu. Proměřován byl horní ozářený povrch a poté spodní povrch tělíska. Pro každou polymerační lampu byla připravena a proměřena vždy 3 tělíska. U všech lamp byla tělíska měřena po 15 minutách od polymerace. Několik tělísek bylo změřeno po uplynutí 24 hodin pro ověření změny hodnoty výsledku v závislosti na čase.

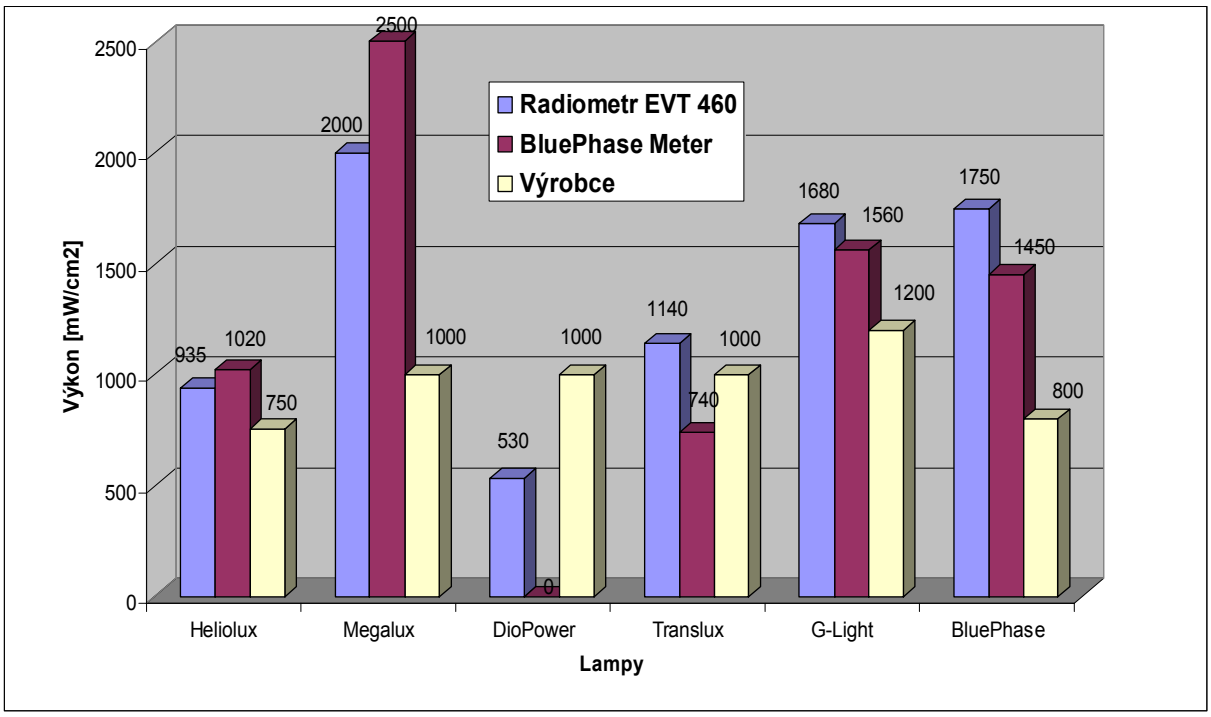
## 2.4 Statistické vyhodnocení

Statistické hodnocení shody výsledků mezi jednotlivými tělísky bylo provedeno metodou analýzy rozptylu 1-faktorové ANOVA na hladině významnosti 0,05. Testy rozdílů horního a spodního povrchu tělísek byly provedeny za pomocí t-testů. Tímto testem byla porovnávána i data získaná měřením po 15 minutách a s odstupem 24 hodin, a rovněž výsledky získané při soft-startu a standardním 20 sekundovém režimu při konstantní intenzitě světla. K testování významnosti rozdílů mezi skupinou halogenových a LED lamp a dále mezi jednotlivými lampami byla použita 1-faktorová ANOVA a Tukeyho post-hoc testy při $\alpha=0,05$. Všechny statistické výpočty byly provedeny s programem STATISTICA 7.1 (StatSoft Inc., Tulsa, USA).

# 3. Výsledky a diskuse

## 3.1 Charakterizace výkonu polymeračních lamp

Minimální hodnotu výkonu polymerační lampy je výrobce povinen uvádět v návodu k použití lampy. Skutečné hodnoty byly měřeny na analogovém, pravidelně ověřovaném testeru EVT 460 a digitálním radiometru BluePhase Meter. Jak ukazuje **Obr. 12**, ne vždy naměřené hodnoty odpovídaly údajům výrobce, většina hodnot byla vyšších, než jaké výrobce uváděl. Výjimky byly dvě – LED polymerační lampa DioPower, u které byla hodnota výkonu na analogovém radiometru téměř o polovinu nižší než výrobcem udaná hodnota a na digitálním radiometru BluePhase Meter nebylo možné hodnotu světelného výkonu vůbec změřit. Druhou výjimkou s nižším než požadovaným výkonem byla lampa Translux při měření radiometrem BluePhase Meter. Ostatní lampy splňovaly podmínku danou v příslušné ISO normě [5].




Obrázek 12. Výkon polymeračních lamp

## 3.2 Vliv polymerační doby a zatížení při měření tvrdosti

Při hledání optimálních podmínek měření byly nejprve vyzkoušeny různé polymerační časy od 5, 10, 20 až do 40 s a halogenová polymerační lampa Heliolux. Tato měření byla provedena s kompozitním materiálem Filtek Silorane, u něhož nezávislá data v literatuře dosud chybí a bylo proto vhodné ověřit hodnotu udávanou výrobcem. Z výsledků v **Tab. 4** je patrné, že při 5 sekundovém osvitu vzorek téměř nezpolymeroval a dokonce bylo možné udělat hladítkem do tělíska zářez. Měřit u takového tělíska tvrdost tedy nepřipadalo v úvahu.

Polymerační doba 10 s již byla použitelná pro měření tvrdosti. Horní strana tělíska téměř dosahovala hodnot standardní 20 sekundové polymerace, tj. 48,9 KHN. O poznání hůře zpolymerovala spodní strana tělíska, která dosahovala jen 71 % hodnoty horní strany.

Doba polymerace 40 s přinesla podle očekávání nejvyšší hodnoty tvrdosti. Rozdíl mezi horními stranami tělísek při polymerační době 20 a 40 s již ale nebyl tak velký. Narostla však hodnota tvrdosti u spodní strany tělísek a vystoupala až na 93 % hodnoty horní strany tělíska. I přes nejvyšší dosahované hodnoty tvrdosti u 40 sekundové polymerace byla pro samotné měření zvolena jako standardní doba polymerace 20 s, která i u výkonných lamp snižuje riziko příliš silného tepelného zatížení pulpy a je standardně doporučována při polymeraci světlých odstínů lampami s vyšším výkonem.

Výběr zatížení při měření tvrdosti vycházel ze tří hodnot – 25, 50 a 100 gramové zátěže indentoru. V našem případě se nejlépe jevila zátěž 50 gramů, **Tab. 4**. Při použití zátěže 25 gramů byla měřená úhlopříčka vtisku malá, což by v případě některých více výkonných polymeračních lamp mohlo komplikovat změření hodnoty tvrdosti s dostatečnou přesností. Opačný problém nastal při volbě 100 gramové zátěže. Výsledný vtisk byl příliš velký a v některých případech přesahující rozsah měřícího mikrometru.

| Závaží [g] | Polymerační čas [s] | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 5 | | 10 | | 20 | | 40 | |
| | Horní strana | Spodní strana | Horní strana | Spodní strana | Horní strana | Spodní strana | Horní strana | Spodní strana |
| 25 | téměř nepolymeruje | | 48,9 | 35,1 | 51,0 | 40,6 | 57,2 | 53,4 |
| 50 | | | 46,3 | 27,3 | 47,7 | 37,7 | 55,0 | 51,1 |
| 100 | | | velký vtisk na hranici rozsahu mikrometru | | | | | |

Tabulka 4. Vliv polymerační doby a zatížení při měření

## 3.3 Vliv typu polymerační lampy na tvrdost kompozitních materiálů

Pro horní povrch tělíska kompozitu Charisma byly nalezeny statisticky významné rozdíly mezi halogenovými a LED lampami, **Tab. 5**. S halogenovými lampami bylo dosaženo tvrdosti 32,1 – 34,9 jednotek Knoop (dále KHN). Skupina LED polymeračních lamp dosahovala hodnot 20,7 – 26,6 KHN. Stejná situace panuje u spodního povrchu tohoto kompozitu, kde však povrchová tvrdost oproti hornímu povrchu signifikantně klesala. Halogenové lampy dosáhly nejvyšších hodnot 26,2 – 27,6 KHN, odpovídajících 79,1 – 81,7 % tvrdosti horního povrchu. Výsledky LED polymeračních lamp byly opět o něco nižší, v rozmezí 22,9 – 23,8 KHN, což představuje pokles na 89,6 – 95,9 % tvrdosti horního povrchu. Nejnižší tvrdost 18,7 KHN vykazovala stejně jako u horního povrchu lampa DioPower.

U kompozitu Filtek Silorane byly hodnoty povrchové tvrdosti zhruba o polovinu větší než u kompozitu Charisma a vliv lamp komplikovanější, **Tab 5**. Pro horní povrch tělíska byly nalezeny opět statisticky významné rozdíly mezi halogenovými a většinou LED lamp. Hodnoty tvrdosti při použití halogenových lamp se pohybovaly mezi 49,2 – 50,1 KHN. LED polymerační lampy dosáhly hodnot 41,4 – 43,1 KHN. Výjimku tvořila LED lampa G-Light s hodnotou tvrdosti 54,2 KHN, což byla i nejvyšší hodnota mezi všemi lampami. U spodního povrchu tělíska došlo k poklesu tvrdosti, přičemž se zmenšily rozdíly mezi jednotlivými lampami. S halogenovými lampami bylo dosaženo hodnot 40,1 – 42,3 KHN, tj. 79,9 – 86,1 % poklesu tvrdosti. Mezi tyto hodnoty se poněkud nečekaně zařadila i LED polymerační lampa DioPower s KHN 40,1. Pro zbylé LED lampy, vyjma G-Light, byly nalezeny mírně nižší hodnoty povrchové tvrdosti 37,1 – 37,5 KHN, které odpovídaly poklesu tvrdosti na 87,1 – 89,6 %. Jednoznačně nejvyšších hodnot tvrdosti a tedy stupně vytvrzení, podobně jako u horního povrchu tělísek, dosáhla lampa G-Light s hodnotou 45,7 KHN, což odpovídá poklesu na 84,3 %.

| Kompozit | Povrch | Lampa/výkon [mWcm$^2$] | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Halogenová | | LED | | | |
| | | Heliolux (935/1020) | Megalux (2000/2500) | DioPower (530/NA) | Translux (1140/740) | G-Light (1680/1560) | BluePhase (1750/1450) |
| **Charisma** | Horní | 32,1±0,3$^a$ | 34,9±0,4$^b$ | 20,7±0,2$^c$ | 24,5±0,3$^d$ | 23,9±0,4$^d$ | 26,6±0,4$^e$ |
| | Spodní | 26,2±0,3$^a$ | 27,6±0,3$^a$ | 18,7±0,4$^b$ | 23,3±0,3$^c$ | 22,9±0,4$^c$ | 23,8±0,5$^c$ |
| | Pokles [%] | 81,7 | 79,1 | 90,4 | 94,9 | 95,9 | 89,6 |
| | | | | | | | |
| **Filtek Silorane** | Horní | 50,1±0,4$^a$ | 49,2±0,3$^a$ | 41,4±0,2$^b$ | 43,1±0,3$^d$ | 54,2±0,3$^c$ | 41,5±0,3$^b$ |
| | Spodní | 40,1±0,2$^a$ | 42,3±0,2$^c$ | 40,1±0,3$^a$ | 37,5±0,2$^b$ | 45,7±0,2$^d$ | 37,1±0,3$^b$ |
| | Pokles [%] | 79,9 | 86,1 | 96,9 | 87,1 | 84,3 | 89,6 |

Tabulka 5. Vliv typu polymerační lampy na tvrdost kompozitních materiálů. Rozdílná písmena v řádcích indikují signifikantní rozdíly, v závorkách jsou uvedeny hodnoty výkonu [mW/cm$^2$] pro radiometr EVT 460 a BluePhase Meter. NA – nelze změřit.

## 3.4 Změny tvrdosti kompozitního materiálu po 24 hodinách

Pro sledování změn tvrdosti kompozitu po 24 hodinách od polymerace bylo vybráno po jednom zástupci z řad halogenových (Heliolux) a LED (G-Light) polymeračních lamp. Výsledky v **Tab. 6** jen potvrdily fakt známý u většiny kompozitních materiálů a sice, že povrchová tvrdost kompozitních materiálů vzrůstá během prvních dnů po polymeraci. U kompozitu Charisma byl nárůst pro lampu Heliolux a horní stranu tělíska 10,5 KHN, pro spodní stranu tělíska 11,6 KHN. Pro kompozit Filtek Silorane a horní stranu tělíska narostla tvrdost o 7,8 KHN, spodní o 7,9 KHN. Podobné rozdíly platily i v případě lampy G-Light, **Tab. 6**. Pro kompozit Charisma vzrostla hodnota pro horní stranu tělíska o 11,8 KHN, pro spodní stranu 11,5 KHN. U kompozitu Silorane a horní strany tělíska byl nárůst 6,4 KHN, u spodní strany 7,5 KHN. Z těchto výsledku vyplývá, že i po 24 hodinách zůstaly rozdíly v povrchové tvrdosti obou kompozitních materiálů obdobné.

| Kompozit | Povrch/čas | Lampa | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | Halogenová | | LED | |
| | | Heliolux | | G-Light | |
| | | 15 min | 24 hod | 15 min | 24 hod |
| **Charisma** | Horní | 32,1[a] ±0,3 | 42,6[b] ±0,8 | 23,9[c] ±0,4 | 35,7[d] ±0,4 |
| | Spodní | 26,2[a] ±0,3 | 37,8[b] ±0,6 | 22,9[c] ±0,4 | 34,4[d] ±0,4 |
| | Pokles [%] | 81,7 | 88,8 | 95,9 | 96,3 |
| | | | | | |
| **Filtek Silorane** | Horní | 50,1[a] ±0,4 | 57,9[b] ±1,5 | 54,2[c] ±0,3 | 60,6[d] ±2,5 |
| | Spodní | 40,1[a] ±0,2 | 48,0[b] ±0,8 | 45,7[c] ±0,2 | 53,2[d] ±1,9 |
| | Pokles [%] | 79,9 | 82,9 | 84,3 | 87,7 |

Tabulka 6. Vliv doby stárnutí kompozitního materiálu na povrchovou tvrdost. Rozdílná písmena v řádcích indikují signifikantní rozdíly.

## 3.5 Srovnání soft-start a 20 s polymerace

Režim soft-start nabízela z halogenových polymeračních lamp pouze lampa Megalux. U LED polymeračních lamp byla situace poněkud lepší, soft-start nabízely všechny zkoušené lampy vyjma G-Light, **Tab. 2**. Kromě lamp BluePhase a DioPower byla délka trvání soft-start u ostatních typů 20 s, **Tab. 7**, jako při běžné polymeraci. Lampa BluePhase má režim soft-start nastaven na 30 s a lampa DioPower na 12 nebo 18 s, v tomto případě bylo použito 18 s.

U horního povrchu tělíska z kompozitu Charisma dosahovaly lampy DioPower a Translux podobných hodnot jako v případě klasické polymerace bez použití soft-startu. Naproti tomu v případě lampy Megalux došlo ke snížení povrchové tvrdosti o 7,1 KHN na horní a o 4,2 KHN na spodní straně tělíska. Důvodem nižších tvrdostí u lampy Megalux by mohl být fakt, že snížený výkon u soft-start módu trvá 10 s a teprve zbylých 10 s lampa pracuje na plný výkon. Ostatní lampy mají snížený výkon kratší dobu, jen několik sekund. Lampa BluePhase u kompozitu Charisma zaznamenala i přes 30 s trvající polymeraci signifikatní pokles hodnot povrchové tvrdosti.

U kompozitu Filtek Silorane byly výsledky méně konzistentní. Zatímco pro horní stranu tělíska byl u halogenové lampy Megalux zaznamenán mírný nárůst tvrdosti při soft-start polymeraci, u spodní strany tvrdost mírně poklesla. U LED lampy DioPower došlo na horním i dolním povrchu k poklesu tvrdosti. LED lampa Translux dosáhla na horním povrchu nižších a na spodním povrchu vyšších hodnot povrchové tvrdosti než u klasické polymerace. U typu BluePhase byl na rozdíl od kompozitu Charisma zaznamenán nárůst tvrdosti u horního i dolního povrchu.

| Kompozit | Povrch/čas | Lampa | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | Halogenová | LED | | |
| | | Megalux (10+10 s) | DioPower (4+12 s) | Translux (20 s rost. výkon) | BluePhase (5+25 s) |
| Charisma | | soft-start/20 s | soft-start/20 s | soft-start/20 s | soft-start/20 s |
| | Horní | 27,8±0,7/34,9±0,4 | 18,5±0,2/20,7±0,2 | 24,4±0,4/24,5±0,3 | 23,8±0,3/26,6±0,4 |
| | Spodní | 23,4±0,4/27,6±0,3 | 17,4±0,2/18,7±0,4 | 22,5±0,8/23,3±0,3 | 21,9±0,3/23,8±0,5 |
| | Pokles [%] pro soft-start | 84,1 | 94,0 | 92,3 | 92,2 |
| | | | | | |
| Filtek Silorane | Horní | 52,0±0,3/49,2±0,3 | 40,7±0,2/41,4±0,2 | 41,6±0,2/43,1±0,3 | 46,5±0,2/41,5±0,3 |
| | Spodní | 40,6±0,4/42,3±0,2 | 35,5±0,2/40,1±0,3 | 38,2±0,2/37,5±0,2 | 43,3±0,3/37,1±0,3 |
| | Pokles [%] pro soft-start | 78,1 | 87,4 | 91,8 | 93,1 |

Tabulka 7. Srovnání soft-start a 20 s polymerace. Údaj v závorce charakterizuje výkon lamp v režimu soft-start.

I přes výrazně vyšší povrchovou tvrdost Filtek Silorane ukazují tyto výsledky, že při světelné polymeraci se tento epoxidový kompozit chová podobně jako klasický dimetakrylátový typ. Při polymeraci výkonnými halogenovými lampami poskytuje povrchovou tvrdost vyšší, než při polymeraci LED lampami s úzkým emisním spektrem. Kromě možného pozitivního vlivu tepla, generovaného halogenovými lampami, se na vyšších hodnotách tvrdosti a stupně konverze monomerů zřejmě podílí iniciační systém citlivý na světlo krátké vlnové délky. O tom svědčí výsledky získané s LED lampou G-Light, vybavenou diodami emitujícími i v oblasti kratšího světla 390 – 465 nm (fialová). Při jejím použití byly povrchové tvrdosti nejvyšší. Výkonnost obou lamp přitom dostačuje na zpolymerování vrstvy 2 mm s účinností větší než 79,9 %.

Zajímavým faktem se ukazuje být i menší vliv světelného výkonu lampy na polymeraci zkoušených kompozitů. Podobné hodnoty povrchové tvrdosti dosahovaly halogenové lampy s výkony 935 – 2000 mW/cm$^2$ a stejně tak LED polymerační lampy s výkony 530 – 1750 při úzkém emisním spektru.

V literatuře se uvádí, že tvrdost povrchu kompozitního materiálu polymerovaného při součinu výkonu lampy a doby ozařování (energy density, ED) přesahujícím 17 J/cm$^2$, se již nemění [26]. Naměřené výsledky, zdá se, tuto teorii potvrzují. Halogenové lampy dosáhly 18,7 – 40 J/cm$^2$, LED polymerační lampy s úzkým spektrem 22,8 – 35 J/cm$^2$ a DioPower 10,6 J/cm$^2$. Další zvyšování výkonu lamp je tedy nepodstatné, spíše lze jejich polymerační účinnost zvýšit rozšířením jejich emisního spektra.

# 4. Závěr

Výsledky práce ukazují, že:

1. Pro polymeraci dimetakrylátových a epoxidových kompozitních materiálů jsou nejvhodnější halogenové polymerační lampy, které mají oproti většině LED polymeračních lamp širší emisní spektrum. Jejich úlohu však mohou zastat i některé širokospektré LED polymerační lampy, jejichž emisní spektrum by mohlo lépe vyhovovat absorpčnímu spektru použitých fotoiniciátorů. Mimo klasické 20 sekundové polymerace se osvědčil i režim soft-start.

2. U nového epoxidového kompozitního materiálu Filtek Silorane bylo dosaženo významně vyšších hodnot povrchové tvrdosti oproti klasickému dimetakrylátovému typu Charisma, a to u halogenových i LED polymeračních lamp.

3. U Filtek Silorane a rovněž u klasického dimetakrylátového kompozitu neklesala tvrdost spodního povrchu při 2 mm tloušťce vrstvy a při 20 s a soft-start polymeraci světlého odstínu A2 pod 80 % tvrdosti horního, ozářeného povrchu.

4. I přes omezený počet zkoušených lamp je patrné, že pro adekvátní polymeraci dostačuje výkon halogenových a LED polymeračních lamp okolo 1000 mW/cm$^2$. Další zvyšování výkonu nepřináší vyšší konverzi monomerů. Naopak vyšší výkon může tepelně zatěžovat pulpu.

5. Ne všechny lampy svým výkonem vyhovují požadavkům platných norem. Proto je třeba výkon polymeračních lamp pravidelně kontrolovat ověřovaným radiometrem.

# 5. Literatura


1. Bowen, R.L., *Dental filling material comprinsing vinyl silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bis fenol and glycidyl acrylate.* U S Pat, 1962:3,066,112.

2. Stansbury, J.W., *Curing Dental Resins and Composites by Photopolymerization*. J Esthet Dent, 2000. 12:300-308.

3. Anusavice, K.J., *Philip's Science of Dental Materials 11th edition*. Saunders comp. 2003:40.

4. Mazánek, J., Urban, F., a kol., *Stomatologické repetorium*. Grada, 2003: 200.

5. ČSN EN ISO 10650-1, *Stomatologie – Aktivní aktivátory polymerace – část 1: Křemenné a halogenové světelné zdroje*, 2006.
   ČSN EN ISO 10650-2, *Stomatologie – Aktivní aktivátory polymerace – část 2: Diodové (LED) světelné zdroje*, 2008.

6. Ferracanel, J.L., Mitchem, J.C., Condon, J.R., Todd, R. *Wear and Marginal Breakdown of Composites with Various Degrees of Cure*. J Dent Res, 1997. 76(8):1508-1516.

7. Sideridou, I.D., Achilias, D.S., *Elution study of unreacted Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, and Bis-EMA from light-cured dental resins and resin composites using HPLC*. J Biomed Mater Res B Appl Biomater, 2005. 74(1):617-626.

8. Michelsen, V.B., et al., *Identification of organic eluates from four polymer-based dental filling materials*. Eur J Oral Sci, 2003. 111(3):263-71.

9. Price, R.B., Felix, C.A., Andreou, P., *Knoop hardness of ten resin composites irradiated with high-power LED and quartz-tungsten-halogen lights*. Biomaterials, 2005. 26(15):2631-2641.

10. Uhl, A., et al., *Knoop hardness depth profiles and compressive strength of selected dental composites polymerized with halogen and LED light curing technologies.* J Biomed Mater Res, 2002. 63(6):729-738.

11. Rueggeberg, F.A., Craig, R.G., *Correlation of Parameters used to Estimate Monomer Conversion in a Light-cured Composite*. J Dent Res, 1988. 67(6):932-937.

12. Wendl, B., Droschl, H., Kern, W., *A comparative study of polymerization lamps to determine the degree of cure of composites using infrared spectroscopy*. European Journal of Orthodontics, 2004. 26:545-551.

13. Radzi, Z., Yahya, N.A., Zamzam, N., Wood, D.J., *Light curing units: Tips for orthodontists.* Annal Dent Univ Malaya, 2004. 11:13-23.

14. Althoff, O., Hartung, M., *Advances in light curing*. Am J Dent, 2000. 13 (special no.):77D-81D.

15. Stahl, F., Ashworth, S.H., Jandt, K.D., Mills, R.W., *Light emitting diode (LED) polymerization of dental composites: flexural properties and polymerisation potential*. Biomaterials, 2000. 21:1379-85.

16. Rueggeberg, F.A., Twiggs, S.W., Caughman, W.F., Khajotia, S., *Lifetime intensity profiles of 11 light-curing units*. J Dent Res, 1996. 75:380.

17. Powers, J.M., Sakaguchi, R.L., *Craig´s restorative dental materials*. Mosby, 2006:207.

18. Dunn, W.J., Bush, A.C., *A comparison of polymerization by light-emitting diode and halogen-based light-curing units*. J Am Dent Assoc, 2002.133,335-341.

19. Watts, D.C., Hindi, A., *Intrinsic 'soft-start' polymerisation shrinkage-kinetics in an acrylate-based resin-composite*. Dent Mater, 1999. 15(1):39-45.

20. Weinmann, W., Thalacker, C., Guggenberger, R., *Siloranes in dental composites*. Dent Mater, 2005. 21(1):68-74.

21. Mega Physik, *Návod pro polymerační lampu Megalux fast-cure*.

22. Heraeus Kulzer, *Návod pro polymerační lampu Translux Power Blue*.

23. Ivoclar Vivadent, Návod *pro polymerační lampu BluePhase C8*.

24. Web conVERTER, *http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-knoop.htm*.

25. Ústav lékařské biochemie 1. LF UK, *Návod na obsluhu laboratorního zkušebního zařízení NL 01*.

*26.* Torno, V., et al*., Effects of Irradiance, Wavelenght, and Thermal Emission of Different Light Curing Units on the Knoop and Vickers Hardness of Composite Resin.* J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater 85B, 2008. 166-171.

# Přílohy bakalářské práce

# Příloha 1 – Obrázky použitých polymeračních lamp

Heliolux

Megalux

DioPower

Translux

G-Light

BluePhase