

---

# Srovnání účinnosti halogenových a LED polymeračních lamp při vytvrzování kompozitních materiálů s odlišným mechanismem polymerace

Bradna P.<sup>1</sup>, Froněk J.<sup>2</sup>, Comba L.<sup>1</sup>, Houšová D.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Výzkumný ústav stomatologický 1. LF UK a VFN, Praha,

<sup>2</sup>Student 1. LF UK Praha, obor zdravotnická technika a informatika

## SOUHRN

Cílem práce bylo porovnat účinnost několika typů halogenových a LED polymeračních lamp při vytvrzování různých typů kompozitních materiálů. Sledovány byly halogenové lampy Heliolux DLX1 (Ivoclar Vivadent) a Megalux Fast Cure (Mega Physik), LED lampy zahrnující DioPower (CMS Dental), Translux Power Blue (Heraeus Kulzer), BluePhase C8 (Ivoclar Vivadent) s úzkým emisním spektrem (skupina LED 1) a LED lampy G-Light (GC) a BluePhase G2 (Ivoclar Vivadent) s emisí v širší oblasti světla (skupina LED 2). Hodnocení lamp bylo provedeno měřením tvrdosti horní ozářené a spodní neozářené strany tělísek tloušťky 2 mm, zhotovených z radikálně iniciovaného dimetakrylátového kompozitního materiálu Charisma (Heraeus Kulzer) a epoxidového kompozitu Filtek Silorane (3M ESPE) s kationtovým mechanismem polymerace. U obou materiálů byl pozorován významný vliv polymerační lampy na tvrdost, a tedy i stupeň vytvrzení kompozitního materiálu. Nejvyšší tvrdost pro kompozit Charisma byla nalezena při jeho polymeraci halogenovými lampami a lampou BluePhase G2. V případě epoxidového kompozitu Filtek Silorane bylo nejvyšších hodnot tvrdosti dosaženo s oběma LED 2 lampami a s halogenovými typy lamp. I přes omezený rozsah hodnocených polymeračních lamp se ukázalo, že nejvyšší účinnosti polymerace lze dosáhnout s lampami se širokým emisním spektrem, především výkonnými halogenovými typy a LED lampami s diodami emitujícími světlo i v oblasti kratších vlnových délek.

**Klíčová slova:** kompozitní materiály - kationtová polymerace - epoxidy - polymerační lampy - tvrdost

## SUMMARY

### Bradna P., Franěk J., Comba L., Houšová D.: Comparison of Curing Efficacy of Halogen and LED Polymerization Lamps Using Composite Materials of Different Polymerization Mechanism

The objective was to compare efficacy of several types of halogen and LED polymerization lamps in curing restorative composite materials. Halogen lamps Heliolux DLX1 (Ivoclar Vivadent) and Megalux Fast Cure (MegaPhysik) and LED lamps DioPower (CMS Dental), Translux Power Blue (Heraeus Kulzer), BluePhase C8 (Ivoclar Vivadent) of a narrow spectral emission (group LED 1) and G-Light (GC, USA) and BluePhase G2 (Ivoclar Vivadent) of a broad spectral emission (group LED 2) were used. Curing efficacy was evaluated by measuring the composite hardness on the top irradiated and bottom not-irradiated surfaces of 2 mm thick specimens prepared from radically initiated dimethacrylate-based composite material Charisma (Heraeus Kulzer) and epoxy-based cationically polymerized composite material Filtek Silorane (3M ESPE). In curing of both composite materials a significant effect of the polymerization lamp on composite hardness and hence, polymerization degree was observed. The highest hardness of the composite material Charisma was found after polymerization with the halogen lamps and also BluePhase G2 of a broad spectral emission. With the epoxy-based Filtek Silorane the highest surface hardness was reached with both LED 2 and halogen lamps. In spite of limited number of polymerization lamps tested it seems obvious that the highest polymerization degree can be reached with polymerization lamps of broad spectral emission, such as high-power halogen lamps or LED lamps equipped with diodes emitting light in a short wavelength range.

**Key words:** composite materials – cationic polymerization – epoxide – polymerization lamps – hardness

## 1. ÚVOD

I přes významný pokrok při vývoji kompozitních materiálů zůstává jejich slabým článkem polymerační kontrakce, dosahující 2-5 obj. % a s ní spojené riziko vzniku okrajové spáry. Snížení tohoto rizika mohou přinést monomery s omezenou polymerační kontrakcí, jež umožní snížit napětí na rozhraní výplně a kavity, a tím zlepšit dlouhodobou stabilitu okrajového uzávěru [11]. Mezi první prakticky použitelné monomery tohoto typu se řadí silorany, které namísto dvojných vazeb metakrylátových nebo akrylátových skupin obsahují reaktivní epoxidové skupiny, vázané na hydrofobní křemičitý skelet [31]. U siloranů je radikálová řetězová polymerace nahrazena kationtovým mechanismem, při kterém dochází k růstu polymerního řetězce otevíráním tříčlenného epoxidového kruhu, což je spojeno s menší objemovou změnou, než v případě polymerace dimetakrylátových monomerů. Uvádí se, že polymerační kontrakce siloranových kompozitů dosahuje pouze 1 obj. % [26, 31]. Na rozdíl od radikálové polymerace, iniciované po absorpci světla rozpadem komplexů  $\alpha$ -diketonů, nejčastěji kafrchinonu a 1-fenyl-1,2-propandionu (PPD) s koiniciátory typu alifatických nebo aromatických terciálních aminů, či iniciované rozpadem monoacylfosfinoxidu (MAPO) a bisacylfosfinoxidu (BAPO) [21], kationtová polymerace epoxidů vyžaduje odlišný fotoiniciální systém. Z různých aplikací je pro kationtovou fotopolymeraci epoxidů známé použití komplexních sulfoniových nebo jodoniových solí typu aryljodonium hexafluoroantimonátu [3]. Maximum světelné absorpce těchto fotoiniciátorů je však v UV oblasti a pro polymeraci dentálních materiálů proto vhodné nejsou. Pro polymeraci modrým světlem, jehož zdrojem jsou běžné polymerační lampy, je nutná jejich fotosenzibilizace. U siloranových kompozitů byl jako fotosenzibilizátor použit systém kafrchinon-amin, [5, 31], uvolňující po ozáření modrým světlem radikály, které stimulují rozpad jodoniových solí do té míry, že kationtová reakce proběhne s dostatečnou rychlostí. Podle doporučení výrobce lze díky tomuto tříložkovému iniciačnímu systému siloranové kompozity polymerovat běžnými typy polymeračních lamp při obdobné polymerační době, jako u klasických dimetakrylátových kompozitů [26]. Nezávislé a detailní informace o možném vlivu polymeračních lamp na rozsah polymerace tohoto nového typu kompozitního materiálu však dosud chybí.

Na polymerační lampy, zařazené mezi zdravotnické prostředky třídy I, jsou kladeny požadavky specifikované v mezinárodních technických normách [1, 2]. Lampy musí emitovat světlo v rozmezí

400-515 nm, přičemž světelný výkon lamp v této oblasti musí být vyšší, než výkon uváděný výrobcem. Současně je požadováno minimalizovat tepelné záření, které by mohlo poškodit pulpu. Mezi nejčastěji používané lampy patří halogenové a diodové typy (LED, Light Emitting Diode). Halogenové lampy, u nichž je zdrojem světla rozžhavené wolframové vlákno, se vyznačují širokým emisním spektrem a i přes použití filtrů poskytují dostatek světelné energie pro aktivaci většiny fotoiniciátorů, používaných ve světle tuhnoucích dentálních materiálech [21]. Odlišná situace může nastat u LED lamp. Řada těchto lamp emituje světlo v úzkém rozsahu viditelného světla, přibližně 440-480 nm, což dobře odpovídá absorpčnímu spektru kafrchinonu s maximem absorpce při 468 nm. Vyšším podílem využitelného světla LED lamp je vysvětlována i jejich vyšší účinnost oproti halogenovým typům, pozorovaná v některých studiích [9, 20, 27]. Emisní spektrum LED lamp ale nepokrývá zcela absorpční spektrum nekafrchinonových fotoiniciátorů, zejména PPD s maximem absorpce při 410 nm [22] a fosfinoxidových typů MAPO a BAPO s maximem absorpce pod 400 nm [8, 13]. Ty se používají zejména u světelných odstínů pro odstranění nežádoucího žlutého zbarvení kompozitních materiálů způsobené přítomností kafrchinonu [21]. Pro polymeraci kompozitních materiálů s těmito iniciátory nemusí být proto LED lampy optimální. Důsledkem může být neúplné vytvrzení kompozitního materiálu, jeho snížená odolnost vůči mechanickému zatížení [6], ale i zvýšený únik neopolymerovaných složek z výplně [19, 10], často s iritačním nebo toxickým efektem. Novější typy LED lamp jsou proto vybavovány kombinací LED diod s emisí světla různé vlnové délky, které pokrývají širší rozsah světelného spektra. Účinnost polymeračních lamp lze hodnotit sledováním stupně konverze dvojných vazeb spektrálními metodami, zejména infračervenou spektroskopií. Alternativně lze obsah volných neopolymerovaných monomerů, které působí v kompozitu změkčujícím efektem, charakterizovat měřením tvrdosti [18]. Přestože tato nepřímá metoda poskytuje pouze relativní údaje, je pro svoji rychlost často používána zejména pro srovnání různých polymeračních lamp [16, 29].

Cílem práce bylo ověřit metodou měření tvrdosti účinnost několika typů halogenových a LED polymeračních lamp při vytvrzování standardního dimetakrylátového a siloranového kompozitu v režimu konstantního výkonu. Nulová hypotéza předpokládala, že účinnost polymeračních lamp není závislá na jejich typu a značce a rovněž nezávisí na charakteru polymerační reakce, vedoucí k vytvrzení kompozitního materiálu.

## 2. MATERIÁL A METODIKA

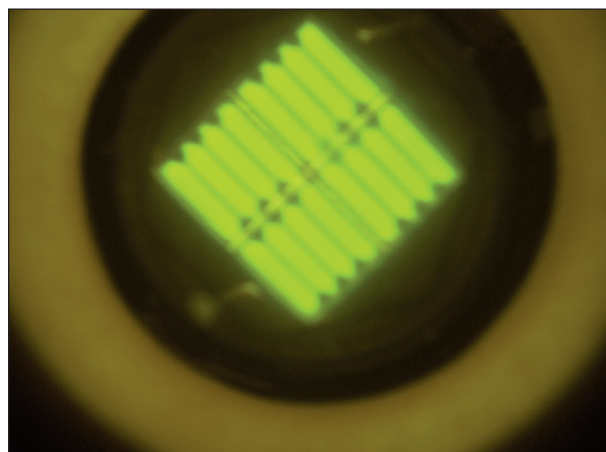
### 2.1 Kompozitní materiály

Testovacími materiály byly epoxidový kompozit Filtek Silorane (3M ESPE, Německo) odstínu A3 a klasický mikrohybridní dimetakrylátový kompozit Charisma (Heraeus-Kulzer, Německo) odstínu A2. Filtek Silorane kromě siloranové pryskyřice obsahuje 76 hmotn. % křemenného silanizovaného plniva se střední velikostí částic 0,47  $\mu\text{m}$ , rentgenkontrastní yttrium fluorid a stabilizátory. Iniciační systém sestává ze směsi kafrchinonu, etyldimetylaminoetylbenzoátu a jodoniové soli [5, 26, 31]. Pro polymeraci vrstvy o tloušťce 2,5 mm LED lampami s emisí světla v rozsahu vlnových délek 430-480 nm a světelnou intenzitou 500-1000  $\text{mW/cm}^2$  je doporučována polymerační doba 40 s, kterou lze při světelné intenzitě 1000-1500  $\text{mW/cm}^2$  snížit na 20 s. Pro halogenové polymerační lampy s vlnovou délkou 400-500 nm a světelnou intenzitou 500-1400  $\text{mW/cm}^2$  je doporučována polymerační doba 40 s [26]. Kompozitní materiál Charisma patří mezi mikrohybridní kompozity s částicemi plniva menšími než 1  $\mu\text{m}$  a dimetakrylátovými monomery Bis-GMA, TEGDMA, jejichž polymerace je iniciována klasickým iniciačním systémem kafrchinon-amin [25]. Plnivem je barnaté sklo s obsahem hlinitých a fluoridových iontů o průměrné velikosti částic 0,7  $\mu\text{m}$  a vysoce disperzní oxid křemičitý o velikosti částic 0,01-0,07  $\mu\text{m}$ . Doporučená doba polymerace 20 s platí pro 2mm vrstvu kompozitu světlých odstínů a halogenové nebo LED polymerační lampy s minimálním výkonem 400-500  $\text{mW/cm}^2$  [25]. Vzhledem k jednotné tloušťce zkušebních tělísek 2 mm a potřebě snížit tepelné zatížení vzorků při použití zejména výkonných halogenových lamp, byla pro oba materiály zvolena stejná polymerační doba 20 s.

### 2.2 Polymerační lampy

Hodnoceno bylo 7 polymeračních lamp různých

výrobců, reprezentujících současný stav technologické a vývojové úrovně (tab. 1). Jednalo se o halogenové typy Heliolux DLX 1 (Ivoclar Vivadent, Lichtenštejnsko) s deklarovaným výkonem okolo 750  $\text{mW/cm}^2$  a Megalux Fast Cure (Mega Physik, Německo) s výkonem přes 1000  $\text{mW/cm}^2$ . LED polymerační lampy zahrnovaly skupinu lamp s úzkým emisním spektrem v rozsahu 430-490 nm (LED 1): DioPower (CMS Dental, Dánsko) v modu DioCure 470 s deklarovaným světelným výkonem 1400  $\text{mW/cm}^2$ , Translux Power Blue (Heraeus Kulzer, Německo) o světelné intenzitě přes 1000  $\text{mW/cm}^2$  (obr. 1) a BluePhase C8 (Ivoclar Vivadent, Lichtenštejnsko), u které výrobce uvádí minimální světelnou intenzitu 800  $\text{mW/cm}^2$ . Druhou skupinu LED lamp (LED 2) tvořily typy vybavené několika odlišnými diodami s emisí v širší oblasti světla: G-Light (GC, USA), emitující krátkovlnné fialové a modré světlo, které při maximální světelné intenzitě 1200  $\text{mW/cm}^2$  pokrývá oblast 390-550 nm (obr. 2). BluePhase G2 (Ivoclar Vivadent, Lichtenštejnsko) je vybavena diodami s emisí světla v rozsahu 380-515 nm při celkovém maximálním výkonu 1200  $\text{mW/cm}^2$  [23].

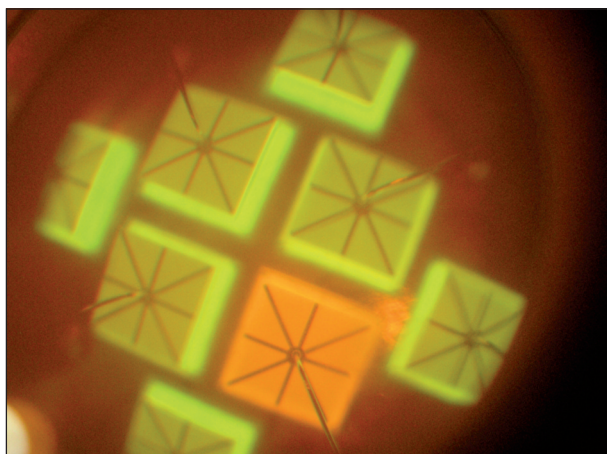


**Obr. 1.** Typický obraz diodového pole lampy osazené jedním typem diod s emisí v úzké oblasti světla. Lampa Translux Power Blue, oranžový filtr.

**Tab. 1.** Základní parametry použitých polymeračních lamp. Měření radiometrem <sup>1</sup>EVT 400, <sup>2</sup>BluePhase Meter.

| Lampa                  | Typ        | Výrobce          | Vlnová délka emitovaného světla [nm] | Světelný výkon [ $\text{mW/cm}^2$ ] |                      |
|------------------------|------------|------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|----------------------|
|                        |            |                  |                                      | Dle výrobce                         | Změřený              |
| Heliolux DLX 1         | Halogenová | Ivoclar Vivadent | 400-500                              | 750                                 | 840±7 <sup>1</sup>   |
| Megalux Fast Cure      |            | Mega Physik      | 400-500                              | cca 1000                            | 1515±3 <sup>1</sup>  |
| DioPower (DioCure 470) | LED 1      | CMS Dental       | 450-490                              | 1400                                | <400 <sup>2</sup>    |
| Translux Power Blue    |            | Heraeus Kulzer   | 440-480                              | cca 1000                            | 648±16 <sup>2</sup>  |
| BluePhase C8           |            | Ivoclar Vivadent | 430-490                              | 800±10 %                            | 820±28 <sup>2</sup>  |
| G-Light                | LED 2      | GC America       | 390-550                              | 1200                                | 910±19 <sup>2</sup>  |
| BluePhase G2           |            | Ivoclar Vivadent | 380-515                              | 1200±10 %                           | 1170±29 <sup>2</sup> |





**Obr. 2.** Diodové pole lampy osazené dvěma typy diod s emisí v různých oblastech spektra. Lampa G-Light, oranžový filtr.

### 2.3 Charakterizace výkonu polymeračních lamp

Světelný výkon halogenových lamp byl ověřován analogovým testerem EVT 460 (Preciosa, Turnov, Česká republika), kalibrovaným v rozsahu 400-520 nm. Světelný výkon LED lamp byl měřen testerem BluePhase Meter (Ivoclar Vivadent), kalibrovaným pro tento typ lamp v rozsahu 380-515 nm a vybaveným automatickým snímáním průměru ústí světlovodu. Pro každý typ lampy bylo provedeno pět měření světelného výkonu a vypočten aritmetický průměr a směrodatná odchylka.

### 2.4 Měření tvrdosti

Tvrdot byla měřena na zkušebních vzorcích připravených v teflonových formičkách s válcovou dutinou vnitřního průměru 4 mm a výšky 2,1-2,2 mm, což odpovídalo doporučené tloušťce polymerované vrstvy kompozitního materiálu. Horní i spodní povrch naplněné formičky byl pro snížení rizika vzniku inhibované vrstvy překryt transparentní plastovou fólií a podložním mikroskopickým sklem a polymerován proti bílému filtračnímu papíru při 23 °C. Při polymeraci bylo ústí světlovodu přiloženo těsně na mikroskopické sklo. Ozáření probíhalo vždy jen z jedné strany zkušebních tělísek. Po polymeraci byla tělíska obroušena po obou stranách na brusném papíru P 1200 (Buehler, USA, střední velikost částic 15 µm) pod vodou a vyleštěna diamantovou leštící pastou MetaDi II (velikost částic 6 µm) na nylonové leštící látce. Konečné zaleštění bylo provedeno vodnou suspenzí oxidu hlinitého MicroPolish II (velikost částic 1 µm) na látce MicroCloth (vše Buehler, USA). Tímto postupem bylo odstraněno z každé strany tělíska přibližně 0,05-0,1 mm kompozitu, včetně zbytků inhibované vrstvy, a dosaženo hlad-

kosti povrchu požadované pro měření tvrdosti mikrotvrdoměrem IndentaMet 1600 až 1105D (Buehler, USA). Použita byla metoda dle Knoop s dobou přitlaku 10 s a zatížením indentoru 50 g. Výsledky byly udávány ve stupních KHN (Knoop Hardness Number). S každou polymerační lampou byla připravena a proměřena 3 zkušební tělíska z obou testovacích kompozitních materiálů. Pro stanovení tvrdosti horního ozářeného a spodního neozářeného povrchu tělíska bylo provedeno vždy 5 zkušebních vtisků, z nichž byl vypočten aritmetický průměr. První vtisk byl přibližně uprostřed tělíska, další pravidelně po obvodu ve vzdálenosti  $\frac{3}{4}$  poloměru. Měření tvrdosti byla provedena po 15 minutách od konce polymerace a u vybraných lamp po 24 hodinách. Před tímto měřením byla tělíska uložena ve tmě při teplotě 23 °C.

### 2.5 Statistické vyhodnocení

Významnost rozdílů tvrdosti horního a spodního povrchu tělísek pro každý typ kompozitního materiálu a danou polymerační lampu byla porovnáována pomocí t-testů. Vliv typu a značky lampy byl hodnocen metodou hierarchické analýzy rozptylu ANOVA a Fisherovými LSD post-hoc testy. Statistické výpočty byly provedeny na hladině významnosti 0,05 s pomocí programu STATISTICA 7.1 (StatSoft Inc., Tulsa, USA).

## 3. VÝSLEDKY A DISKUSE

### 3.1 Světelný výkon polymeračních lamp

Minimální světelný výkon polymerační lampy je výrobce povinen uvádět v návodu k použití. Ze změřených hodnot (tab. 1) je patrné, že požadavkům norem [1, 2], podle kterých má být světelný výkon lampy vyšší než deklarovaná hodnota, vyhověly obě halogenové lampy a ze skupiny LED lamp pouze typy BluePhase C8 a BluePhase G2. U ostatních LED lamp byl změřený světelný výkon významně nižší, než hodnoty uváděné výrobcí, a to i při zahrnutí vyšší nepřesnosti ručních radiometrů, dosahující u typu BluePhase Meter 20 % [24], u typu EVT 10 %. V tomto směru se naše výsledky shodují s dalšími autory [14], popisující častý výskyt sníženého světelného výkonu LED lamp oproti deklarovaným hodnotám.

### 3.2 Vliv polymeračních lamp na tvrdost kompozitních materiálů

U klasického dimetakrylátového kompozitu Charisma byly 15 minut od konce polymerace nalezeny statisticky významné rozdíly tvrdosti nejenom mezi skupinami halogenových LED 1 a LED 2 lamp, ale i mezi jednotlivými lampami

**Tab. 2.** Vliv typu polymerační lampy na tvrdost (průměr ± SD kompozitních materiálů. Rozdílná písmena v řádcích indikují signifikantní rozdíly, v závorkách jsou uvedeny hodnoty výkonu [mW/cm<sup>2</sup>].

| Kompozit        | Povrch     | Lampa/(výkon mWcm <sup>2</sup> ) |                       |                       |                       |                       |                       |                       |
|-----------------|------------|----------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
|                 |            | Halogenová                       |                       | LED                   |                       |                       |                       |                       |
|                 |            | Heliolux                         | Megalux               | LED 1                 |                       |                       | LED 2                 |                       |
|                 |            |                                  |                       | DioPower              | Translux              | BluePhase C8          | G-Light               | BluePhase G2          |
|                 |            | (840)                            | (1515)                | (<400)                | (648)                 | (820)                 | (910)                 | (1170)                |
| Charisma        | Horní      | 32,1±0,3 <sup>a</sup>            | 34,9±0,4 <sup>b</sup> | 20,7±0,2 <sup>c</sup> | 24,5±0,3 <sup>d</sup> | 26,6±0,4 <sup>e</sup> | 23,9±0,4 <sup>d</sup> | 27,9±2,3 <sup>f</sup> |
|                 | Spodní     | 26,2±0,3 <sup>a</sup>            | 27,6±0,3 <sup>b</sup> | 18,7±0,4 <sup>c</sup> | 23,3±0,3 <sup>d</sup> | 23,8±0,5 <sup>d</sup> | 22,9±0,4 <sup>d</sup> | 28,1±2,9 <sup>b</sup> |
|                 | Pokles [%] | 81,7                             | 79,1                  | 90,4                  | 94,9                  | 89,6                  | 95,9                  | 100,7                 |
| Filtek Silorane | Horní      | 50,1±0,4 <sup>a</sup>            | 49,2±0,3 <sup>a</sup> | 41,4±0,2 <sup>b</sup> | 43,1±0,3 <sup>d</sup> | 41,5±0,3 <sup>b</sup> | 54,2±0,3 <sup>c</sup> | 53,5±4,8 <sup>c</sup> |
|                 | Spodní     | 40,1±0,2 <sup>a</sup>            | 42,3±0,2 <sup>b</sup> | 40,1±0,3 <sup>a</sup> | 37,5±0,2 <sup>c</sup> | 37,1±0,3 <sup>c</sup> | 45,7±0,2 <sup>d</sup> | 49,3±3,1 <sup>e</sup> |
|                 | Pokles [%] | 79,9                             | 86,1                  | 96,9                  | 87,1                  | 89,6                  | 84,3                  | 90,5                  |

v těchto skupinách (tab. 2). Na horním povrchu bylo dosaženo nejvyšší tvrdosti 32,1 a 34,9 KHN, a tedy i nejvyššího stupně polymerace s halogenovými lampami. Signifikantně nižší tvrdost byla pozorována při polymeraci LED lampami jak s úzkým tak širším emisním spektrem, kdy tvrdost dosahovala 20,7-27,9 KHN. Ve všech skupinách byl patrný mírný nárůst tvrdosti se zvyšujícím se výkonem lampy. V důsledku absorpce a rozptylu světla při jeho průchodu kompozitním materiálem byla tvrdost spodního povrchu u většiny lamp signifikantně nižší, než tvrdost horního ozařovaného povrchu (tab. 2). V případě halogenových lamp došlo k poklesu tvrdosti na 26,2-27,6 KHN, což odpovídalo 79,1-81,7 % tvrdosti horního povrchu. U LED lamp byl pokles tvrdosti spodního povrchu menší, 18,7-23,8 KHN, což indikovalo pokles tvrdosti pouze na 89,6-95,9 % horního ozářeného povrchu. U lampy BluePhase G2 bylo nalezeno odlišné chování, neboť i při opakovaných měřeních nebyl pokles tvrdosti spodního povrchu oproti hornímu zaznamenán (tab. 2). Proměření tvrdosti po 24 hodinách od konce polymerace potvrdilo ve shodě s literárními údaji [30], že polymerační reakce v tomto časovém období stále pokračuje. Oproti výsledkům získaným po 15 minutách od konce polymerace vzrostla tvrdost horního i spodního povrchu pro lampy Heliolux DLX 1 a G-Light, vybraných pro tento experiment, o 10 až 12 jednotek KHN, přičemž trend vyšší tvrdosti při polymeraci halogenovou lampou zůstal zachován (tab. 3). Tyto výsledky ukazují, že při

světelné polymeraci dimetakrylátového kompozitu Charisma byly mezi testovanými lampami nejúčinnější halogenové typy. Malé rozdíly v tvrdosti pro lampy BluePhase C8, G-Light a BluePhase G2 s podobným světelným výkonem potvrzují, že u kompozitních materiálů s kafrchinonovým iniciačním systémem se emise krátkovlnného světla LED 2 lampami příliš neuplatní [17].

Zajímavé chování bylo nalezeno u epoxidového kompozitu Filtek Silorane. Tvrdost tohoto kompozitu po polymeraci byla téměř o 30-50 % vyšší než u kompozitu Charisma a vliv polymeračních lamp komplikovanější (tab. 2). Pro horní ozařovaný povrch byly 15 minut od konce polymerace nalezeny statisticky významné rozdíly mezi všemi skupinami lamp. Pro halogenové lampy dosahovala tvrdost 49,2 a 50,1 KHN, pro LED 1 lampy významně menších hodnot 41,4-43,1 KHN a nejvyšší tvrdost 53,5 a 54,2 KHN naznačující i nejvyšší stupeň polymerace pro LED 2 lampy BluePhase G2 a G-Light se širším emisním spektrem. Rozdíly mezi jednotlivými lampami v těchto skupinách byly jen malé či nevýznamné (tab. 2). Podobné chování bylo nalezeno na spodním povrchu, kdy u všech lamp došlo k signifikantnímu poklesu tvrdosti na 79,9-96,9 % hodnoty ozařovaného povrchu, což podobně jako u typu Charisma většinou přesahovalo hranici 80 %, která je často uváděna jako minimální hodnota pro adekvátní polymeraci kompozitních materiálů tloušťky 2 mm [4, 16, 28]. Nejmenší tvrdost 37,5 a 37,1 KHN byla opět pozorována při polymeraci LED 1 lam-

**Tab. 3.** Tvrdost (průměr ± SD) vybraných kompozitních materiálů 15 minut a 24 hodin po polymeraci.

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

pami Translux Power Blue a BluePhase C8. Mírně, avšak signifikantně vyšší tvrdost 40,1 KHN byla překvapivě nalezena pro lampu DioPower s nejmenším světelným výkonem ze skupiny LED 1, ale i pro halogenovou lampu Heliolux DLX 1. Výrazně vyšší výkon halogenové lampy Megalux Fast Cure oproti typu Heliolux DLX 1 se projevil opět malým, byť signifikantním, zvýšením tvrdosti z 40,1 na 42,3 KHN. Vysoká účinnost LED 2 lamp pro polymeraci Filtek Silorane se potvrdila i na spodním povrchu, kdy tvrdost nabývala hodnot 45,7 a 49,3 KHN a vzrůstala s výkonem lampy. Rovněž u tohoto kompozitu byl pozorován nárůst tvrdosti s časem, přibližně 6 až 8 jednotek KHN na horním a spodním povrchu, přičemž nejvyšší tvrdosti bylo dosaženo opět s LED 2 lampou G-Light (tab. 3). Vývoj tvrdosti s časem indikuje, že i v tomto epoxidovém kompozitu, podobně jako u klasických dimetakrylátových typů, zůstávají po polymeraci nezreagované funkční skupiny, které postupně polymerují a zvyšují celkovou konverzi epoxidových skupin. Vyšší tvrdost epoxidového kompozitu Filtek Silorane oproti klasickému mikrohybridnímu kompozitu Charisma zdánlivě naznačuje vyšší konverzi monomerů po polymeraci. Avšak s ohledem na odlišné chemické složení matric obou kompozitů, přítomnost tuhých křemičitých domén ve struktuře siloranů, ale i díky použitým velmi tvrdým částicím křemenného plniva nelze vyloučit, že nalezená vysoká tvrdost epoxidového kompozitu je důsledkem těchto chemických a strukturních parametrů a nikoliv vyššího stupně polymerace.

Tyto výsledky jednoznačně ukazují, že mezi testovanými lampami dosahovaly nejvyšší účinnosti výkonné halogenové typy a též nové typy LED lamp se širším emisním spektrem. Vysoká účinnost halogenových lamp, především při polymeraci klasického dimetakrylátového kompozitu, nemusí souviset pouze se spektrální charakteristikou těchto lamp, ale může být důsledkem emise tepelného záření, generovaného těmito lampami, a to i přes použití ochranných tepelných filtrů. V důsledku zahřátí kompozitního materiálu při polymeraci těmito lampami [29] může docházet k podstatnému urychlení polymerační reakce, projevující se vyšší tvrdostí kompozitního materiálu [28]. Odlišná situace nastává u epoxidového systému, kde nejvyšší tvrdost byla nalezena u LED 2 lamp. Komplikovanost iniciačního systému kompozitu Filtek Silorane, o němž dosud chybí detailní informace, činí obtížným vysvětlit příčinu tohoto chování. Nicméně vysoká účinnost LED 2 lamp by mohla být i důsledkem přímé aktivace jedionového fotoiniciátoru světlem krátké vlnové délky, které je v rozsahu 390 a 385 nm emitováno LED

lampami G-Light a zejména BluePhase G2 (tab. 1).

Překvapivým zjištěním se ukazuje malý vliv světelného výkonu lampy ve skupině halogenových a LED 1 lamp na tvrdost zkoušených kompozitních materiálů. Při téměř dvojnásobném zvýšení světelného výkonu halogenových lamp z 840 na 1515 mW/cm<sup>2</sup> a u LED 1 lamp z méně než 400 na 820 mW/cm<sup>2</sup> se tvrdost kompozitu Charisma na horním a spodním povrchu zvýšila pouze o několik jednotek. Podobně i u Filtek Siloranu lze v těchto skupinách lamp pozorovat na obou površích sice signifikantní, ale jen velmi malé změny tvrdosti. V literatuře se uvádí, že po překročení určité hodnoty hustoty dodané světelné energie, která je definována součinem výkonu lampy a doby ozařování, se pro lampy obdobných spektrálních charakteristik tvrdost a další mechanické vlastnosti kompozitního materiálu mění málo [12, 15]. Dosažené výsledky, zdá se, tuto teorii potvrzují. Hustota světelné energie se za podmínek měření měnila v rozsahu 16,8-30,3 J/cm<sup>2</sup> pro halogenové a s výjimkou lampy DioPower, mezi 13,0-16,4 J/cm<sup>2</sup> pro LED 1 lampy, což u většiny lamp přesahuje nejčastěji publikovanou hodnotu 16,0 J/cm<sup>2</sup> pro 2mm vrstvu kompozitního materiálu [7, 28].

#### 4. ZÁVĚR

##### Výsledky této práce dovolují učinit následující závěry:

1. Pro polymeraci dimetakrylátových kompozitů, ale i epoxidového kompozitu Filtek Silorane se sníženou polymerační kontrakcí, jsou vhodné zejména výkonné halogenové polymerační lampy, které mají oproti většině LED polymeračních lamp široké emisní spektrum, blížící se absorpčnímu spektru většiny používaných fotoiniciátorů. Svojí univerzálností představují tyto lampy kvalitní standard. Jejich postavení však mohou převzít nové typy LED lamp s diodami emitujícími světlo i v oblasti kratších vlnových délek, čímž se dostávají do oblasti absorpce řady nekafrchinonových fotoiniciátorů.

2. I přes omezený počet zkoušených lamp je patrné, že pro adekvátní polymeraci dostačuje výkon halogenových a LED polymeračních lamp okolo 1000 mW/cm<sup>2</sup>. Větší světelné výkony nepřinášejí vyšší konverzi monomerů, ale naopak generovaným teplem mohou zatěžovat zubní pulpu.

3. Některé polymerační lampy svým výkonem nesplňují výrobcem deklarované hodnoty, a proto je třeba jejich výkon pravidelně kontrolovat spolehlivým radiometrem.



## LITERATURA

- 10650-1, ČSN EN ISO: Stomatologie-Aktivní aktivátory polymerace - část 1: Křemenné a halogenové světelné zdroje.
- 10650-2, ČSN EN ISO: Stomatologie-Aktivní aktivátory polymerace - část 1: Diodové (LED) světelné zdroje.
- Crivello, J. Sangermano, M.:** Visible and Long-Wavelength Photoinitiated Cationic polymerization. *Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry*, roč. 39, 2001, s. 343-356.
- Dunn, W. J. Bush, A. C.:** A comparison of polymerization by light-emitting diode and halogen-based light-curing units. *J. Am. Dent. Assoc.*, roč. 133, 2002, č. 3, s. 335-341.
- Eick, J. D., Kotha, S. P., Chappelow, C. C. et al.:** Properties of silorane-based dental resins and composites containing a stress-reducing monomer. *Dent. Mater.*, roč. 23, 2007, č. 8, s. 1011-1017.
- Ferracane, J. L., Mitchem, J. C., Condon, J. R. et al.:** Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. *J. Dent. Res.*, roč. 76, 1997, č. 8, s. 1508-1516.
- Gritsch, K., Souvannasot, S., Schembri, C. et al.:** Influence of light energy and power density on the microhardness of two nanohybrid composites. *Eur. J. Oral Sci.*, roč. 116, 2008, č. 1, s. 77-82.
- Ikemura, K., K., I., Yoshida, M. et al.:** UV-VIS spectra and photoinitiation behaviors of acylphosphine oxide and bisacylphosphine oxide derivatives in unfilled, light-cured dental resins. *Dent. Mater. J.*, roč. 27, 2008, č. 6, s. 765-774.
- Jandt, K. D., Mills, R. W., Blackwell, G. B. et al.:** Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs). *Dent. Mater.*, roč. 16, 2000, č. 1, s. 41-47.
- Michelsen, V. B., Lygre, H., Skalevik, R. et al.:** Identification of organic eluates from four polymer-based dental filling materials. *Eur. J. Oral Sci.*, roč. 111, 2003, č. 3, s. 263-271.
- Moszner, N. Salz, U.:** New developments of polymeric dental composites. *Progress in Polymer Science*, roč. 26, 2001, č. s. 535-576.
- Musanje, L. Darvell, B. W.:** Polymerization of resin composite restorative materials: exposure reciprocity. *Dent. Mater.*, roč. 19, 2003, č. 6, s. 531-541.
- Neumann, M. G., Miranda, W. G., Jr., Schmitt, C. C. et al.:** Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units. *J. Dent.*, roč. 33, 2005, č. 6, s. 525-532.
- Owens, B. M. Rodriguez, K. H.:** Radiometric and spectrophotometric analysis of third generation light-emitting diode (LED) light-curing units. *J. Contemp. Dent. Pract.*, roč. 8, 2007, č. 2, s. 43-51.
- Price, R. B., Felix, C. A. Andreou, P.:** Effects of resin composite composition and irradiation distance on the performance of curing lights. *Biomaterials*, roč. 25, 2004, č. 18, s. 4465-4477.
- 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*, roč. 26, 2005, č. 15, s. 2631-2641.
- Price, R. B., Felix, C. A. Andreou, P.:** Third-generation vs a second-generation LED curing light: effect on Knoop microhardness. *Compend. Contin. Educ. Dent.*, roč. 27, 2006, č. 9, s. 490-496.
- Rueggeberg, F. A., Craig, R. G.:** Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J. Dent. Res.*, roč. 67, 1988, č. 6, s. 932-937.
- 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.*, roč. 74, 2005, č. 1, s. 617-626.
- Stahl, F., Ashworth, S. H., Jandt, K. D. et al.:** Light-emitting diode (LED) polymerisation of dental composites: flexural properties and polymerisation potential. *Biomaterials*, roč. 21, 2000, č. 13, s. 1379-1385.
- Stansbury, J. W.:** Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J. Esthet. Dent.*, roč. 12, 2000, č. 6, s. 300-308.
- Sun, G. J., Chae, K. H.:** Properties of 2,3-butanedione and 1-phenyl-1,2-propanedione as new photosensitizers for visible light cured dental resin composites. *Polymer*, roč. 41, 2000, č. 16, s. 6205-6212.
- Technická dokumentace BluePhase G2.** Ivoclar Vivadent.
- Technická dokumentace BluePhase Meter.** Ivoclar Vivadent.
- Technická dokumentace, Charisma.** Heraeus-Kulzer.
- Technická dokumentace Filtek™ LS Low Shrink Posterior Restorative System Product Profile.** 3M-ESPE.
- Teshima, W., Nomura, Y., Tanaka, N. et al.:** ESR study of camphorquinone/amine photoinitiator systems using blue light-emitting diodes. *Biomaterials*, roč. 24, 2003, č. 12, s. 2097-103.
- Torno, V., Soares, P., Martin, J. M. et al.:** Effects of irradiance, wavelength, and thermal emission of different light curing units on the Knoop and Vickers hardness of a composite resin. *J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater.*, roč. 85, 2008, č. 1, s. 166-171.
- Uhl, A., Mills, R. W., Vowles, R. W. 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.*, roč. 63, 2002, č. 6, s. 729-738.
- Watts, D. C., McNaughton, V. Grant, A. A.:** The development of surface hardness in visible light-cured posterior composites. *J. Dent.*, roč. 14, 1986, č. 4, s. 169-174.
- Weinmann, W., Thalacker, C. Guggenberger, R.:** Siloranes in dental composites. *Dent. Mater.*, roč. 21, 2005, č. 1, s. 68-74.

*Podpořeno rozvojovým programem MŠMT ČR 237601/2008.*

*RNDr. Pavel Bradna, CSc.  
Výzkumný ústav stomatologický 1. LF UK a VFN  
Karlovo náměstí 32  
121 11 Praha 2  
e-mail: bradna@vus.cz*