

Univerzita Karlova v Praze

1. lékařská fakulta

Studijní program: Specializace ve zdravotnictví

Studijní obor: Zdravotnická technika a informatika



Bc. Jan Froněk

Studium vlivu vlastností polymeračních lamp na vytvrzení kompozitních materiálů s různými fotoiniciačními systémy

Effect of polymerization light units on setting of composite materials with different photoinitiator systems

Diplomová práce

Vedoucí diplomové práce: RNDr. Pavel Bradna, CSc.

Praha, 2011

Poděkování:

Za všestrannou pomoc, užitečné připomínky a za čas, který mi věnoval, děkuji vedoucímu diplomové práce RNDr. P. Bradnovi, CSc. Zvláštní dík pak patří i prof. MUDr. J. Duškové, DrSc, MBA, přednostce Výzkumného ústavu stomatologického – 1.LF UK a VFN, za vstřícnost, podporu a možnost práce ve Výzkumném ústavu stomatologickém.

Prohlášení:

Prohlašuji, že jsem závěrečnou práci zpracoval samostatně a že jsem řádně uvedl a citoval všechny použité prameny a literaturu. Současně prohlašuji, že práce nebyla využita k získání jiného nebo stejného titulu.

Souhlasím s trvalým uložením elektronické verze mé práce v databázi systému meziuniverzitního projektu Theses.cz za účelem soustavné kontroly podobnosti kvalifikačních prací.

V Praze, 16.05. 2011

Jan Froněk

.....

Obsah:

1. Úvod	8
1.1 Polymerační lampy	11
1.2 Typy polymeračních lamp	12
1.2.1 Halogenové lampy	12
1.2.2 LED lampy	13
1.2.3 Plazmové lampy	14
1.2.4 Laserové lampy	14
1.3 Metody hodnocení účinnosti polymeračních lamp.....	17
1.4 Vliv polymeračního režimu na vlastnosti kompozitních materiálů.....	17
1.5 Současné trendy ve vývoji nových typů kompozitních materiálů a polymeračních lamp	17
2. Materiál a metodika	19
2.1 Polymerační lampy	19
2.1.1 Halogenové typy	19
2.1.2 LED polymerační lampy.....	20
2.1.2.1 Lampy s úzkým emisním spektrem (LED-1).....	20
2.1.2.2 Lampy se širokým emisním spektrem (LED-2).....	21
2.2 Kompozitní materiály	24
2.3 Metodika	27
2.3.1 Měření světelného výkonu a emisního spektra	27
2.3.2 Měření tepelné emise polymeračních lamp.....	28
2.3.3 Měření účinnosti polymerace	29
2.3.3.1 Příprava tělísek pro měření tvrdosti	29
2.3.3.2 Polymerace.....	30
2.3.3.3 Broušení a leštění povrchu tělísek	30

2.3.3.4 Postup měření tvrdosti	30
2.3.4 Měření distribuce světla na výstupu světlovodu a rozložení tvrdosti kompozitního materiálu	32
2.3.4.1 Hodnocení homogenity světla	32
2.3.4.2 Charakterizace plošného rozložení tvrdosti.....	33
2.4 Statistické vyhodnocení	35
3. Výsledky a diskuse	36
3.1 Charakterizace světelného výkonu a emisního spektra polymeračních lamp.....	36
3.2 Vliv polymerační lampy na nárůst teploty kompozitního materiálu v průběhu polymerace	38
3.3 Charakterizace účinnosti polymerace	39
3.3.1 Vliv polymerační doby a zatížení při měření tvrdosti	39
3.3.2 Vliv typu polymerační lampy na tvrdost kompozitních materiálů.....	42
3.3.3 Změny tvrdosti kompozitního materiálu po 24 hodinách	45
3.3.4 Homogenita světla a homogenita vytvrzení kompozitního materiálu.....	47
4. Závěr	67
5. Literatura	68

Seznam zkratek

TPO – Lucirin TPO

PPD – Propandion

CQ – Kafirchinon

LED – Light Emitting Diodes

LED-1 – LED lampy s úzkým emisním spektrem

LED-2 – LED lampy se širokým emisním spektrem

Heliolux – Heliolux DLX 1

Megalux – Megalux Fast-Cure

Translux – Translux Power Blue

Silorane – Filtek Silorane

Tetric – Tetric EvoCeram

KHN – Tvrdost v bezrozměrných stupních Knoopa

SVK – Studentská vědecká konference

PPD – Pražské dentální dny

Identifikační záznam:

FRONĚK, Jan. *Studium vlivu vlastností polymeračních lamp na vytvrzení kompozitních materiálů s různými fotoiniciačními systémy. [Effect of polymerization light units on setting of composite materials with different photoinitiator systems].* Praha, 2011. 70 s., 2 příl. Diplomová práce (Mgr.). Univerzita Karlova v Praze, 1. lékařská fakulta, Výzkumný ústav stomatologický. Vedoucí práce Bradna, Pavel.

Abstrakt

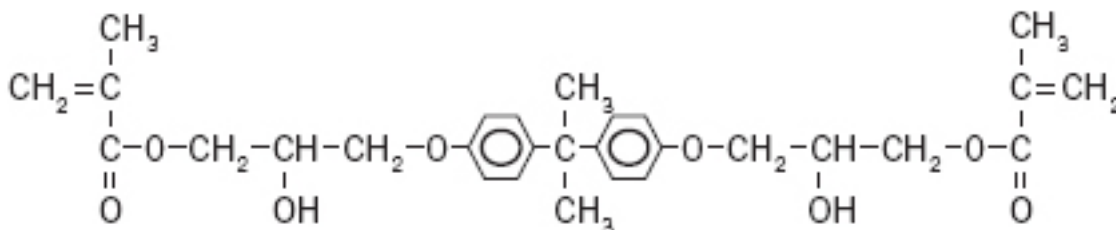
Práce je zaměřena na sledování vlivu několika různých typů dentálních polymeračních lamp na vytvrzení kompozitních materiálů dimetakrylátového typu s kafrchinonovým a acylfosfinoxidovým iniciačním systémem a kompozitního materiálu epoxidového typu. Proměnnými parametry polymeračních lamp byly světelný výkon, charakter emisního spektra, tepelná emise a rozložení intenzity světla ve svazku světlovodu. Rozsah polymerace byl hodnocen měřením povrchové tvrdosti, parametry lamp radiometrickými metodami, teplotní změny polymerovaného materiálu termočlánkem. Výsledky byly zpracovány statisticky. Rozložení intenzity světla bylo hodnoceno metodou analýzy obrazu a ověřeno měřením rozložení tvrdosti v ozařované ploše polymerovaného materiálu. Cílem práce bylo získat nezávislé údaje o vlivu sledovaných parametrů na polymeraci kompozitních materiálů používaných v zubním lékařství, s dopadem na životnost kompozitních rekonstrukcí zubů a zátěž organismu látkami vyluhovanými z nedokonale polymerovaného materiálu.

The work is focused on monitoring the impact of several different types of polymerization lamps to hardening of dimethacrylate based composite materials with camphorquinone and acylphoshine oxide initiation systems and epoxy based composite material. Variable parameters of the polymerization lamps were light output power, the emission spectrum, the thermal emission and the power distribution across the face of light guides. Extent of polymerization was evaluated by measuring the surface hardness, parameters of lamps were evaluated by radiometric methods, the temperature change by a thermocouple. The power distribution across the face of light guides was measured by image analysis and verified by measuring the distribution of hardness in the irradiated area of polymerized material. The goal was to obtain independent data on the influence of controlled parameters on the polymerization of composite materials used in dentistry, with an impact on the life of composite reconstruction of teeth and body burden of substances leached from poorly polymerized material.

1. Úvod

S rozvojem světlem tuhoucích kompozitních materiálů ve 2. polovině 20. století se součástí technického vybavení stomatologické ordinace staly polymerační lampy. Předpokladem jejich zavedení byly objevy nových typů málo kontrahujících monomerů a světlem aktivovaných iniciátorů radikálové polymerace. Mezi nejvýznamnější monomery zmíněného typu patří především 2,2-bis-4-(2-hydroxy-3-metakryloxy-propyloxy)-fenyl-propan (Bis-GMA, **obr. 1**) objevený Bowenem v roce 1962 [1], který je v kompozitních materiálech používán dodnes.

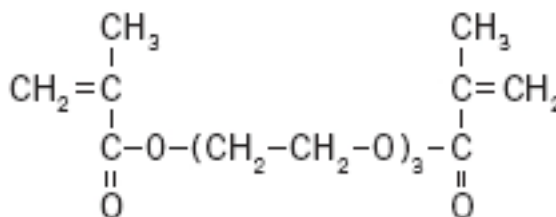
Bis-GMA



Obr. 1. Monomer Bis-GMA

Kromě Bis-GMA, který se připravuje reakcí bisphenolu-A a glycidylmetakrylátu nebo reakcí diglycidyleteru bisphenolu-A a metakrylové kyseliny, kompozitní materiály obsahují i další dvoufunkční monomery, např. UDMA (uretandimetakrylát) a zejména nízkoviskózní alifatické dimetakryláty, které slouží ke snížení viskozity základních monomerů Bis-GMA a UDMA. Mezi ně patří hlavně trietylglykoldimetakrylát (TEGDMA, **obr. 2**), 1,6-hexandiol-dimetakrylát (HDDMA) a další.

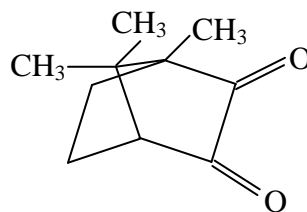
TEGDMA



Obr. 2. Monomer TEGDMA

Tyto monomery jsou základem ve stomatologii rozšířených kompozitních materiálů, které po polymeraci tvoří zesíťovanou matici dimetakrylátového polymeru, která je vyztužena anorganickým plnivem. Plnivem jsou nejčastěji submikrometrové částice barnatého, strotnatého nebo zirkoničitého skla, na jehož povrchu je zakotvena monomolekulární vrstva silanů zabezpečující jejich chemické spojení s maticí.

Prvním typem komerčně úspěšných kompozitních materiálů byly chemicky tuhnutí / samopolymerující kompozity, jejichž iniciační systém byl odvozen od chemie metakrylátových polymerů, používaných od roku 1937 v oblasti materiálů pro stomatologickou protetiku [2]. Jednalo se o dvousložkové systémy, ve formě past nebo prášku a tekutiny, kdy jedna část obsahovala iniciátor polymerace (dibenzoyl peroxid) a druhá část urychlovač aminového typu (aromatické či alifatické aminy). K zabránění samovolné polymerace v průběhu skladování a též k nastavení doby míchání byly do obou částí přidávány inhibitory polymerace (hydrochinon, 4-metoxyfenol, 2,4-diterc-butylhydroxytoluen), [3]. Jejich smísením dochází k rychlému rozpadu peroxidu, uvolnění radikálů, iniciaci polymerace a ke ztuhnutí kompozitu. Především obtížné míchání viskózních past doprovázené porozitou materiálu, nízký stupeň naplnění spolu s pomalou polymerací a náchylností ke změně barvy, vedly k vývoji kompozitních materiálů aktivovaných světlem.

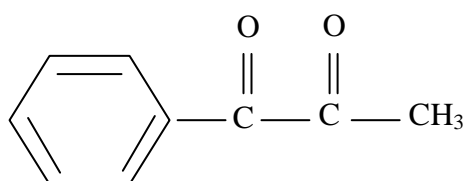


Obr. 3. Kafarchinon (CQ)

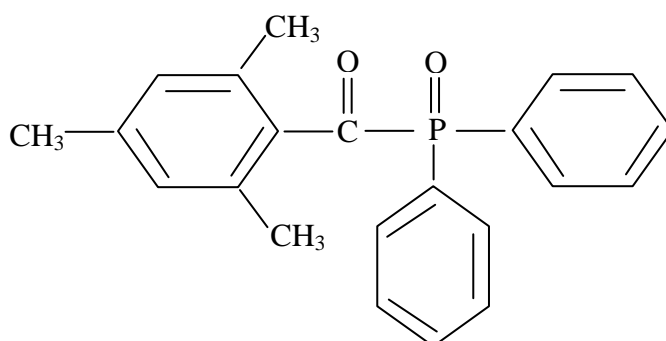
Jedny z prvních světlem iniciovaných kompozitních materiálů obsahovaly iniciátory aktivované UV světlem. Riziko zdravotního poškození měkkých tkání spolu s objevem kafarchinonového fotoiniciačního systému (**obr. 3**), vedlo k jejich rychlé náhradě systémy aktivovaných viditelným světlem, takže jsou 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 garantovaném výrobcem. 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 fotoiniciátoru a aminového urychlovače k tvorbě aminových radikálů [4], které spustí řetězovou polymerační reakci. Při dané době ozáření a intenzitě světla záleží stupeň vytvrzení kompozitu a tedy konverze monomerů na tloušťce vrstvy kompozitu, jeho barevném odstínu, charakteru plniva, koncentraci a typu fotoiniciačního systému. Kafirchinonový fotoiniciační systém má několik nevýhod: 1. kafirchinon je intenzivně žlutý, což vede k zabarvení kompozitu obzvláště světlých odstínů, a to i v používaných nízkých koncentracích 0,03 – 0,1 % kafirchinonu [5, 6], 2. kafirchinon se působením světla rozkládá, čímž může docházet ke změně zabarvení kompozitních materiálů v průběhu doby, tzv. fotobleaching [7-9], 3. u self-etching adheziv obsahujících směs kyselých monomerů a fotoiniciátorů se může reakcí zásaditého aminu s kyselými složkami snižovat aktivita iniciačního systému [10], případně snižovat účinnost polymerace i v první vrstvě kompozitního materiálu, která je bezprostředně v kontaktu s adhezivem [11].

U těchto adheziv nezdědka dochází i k separaci hydrofobních monomerů ve formě mikrokapiček obsahujících většinu kafirchinonu. Výsledkem může být nejenom nedokonalá polymerace adheziva jako celku, ale i první vrstvy kompozitního materiálu [12, 13]. Tyto nevýhody kafirchinonového fotoiniciačního systému vedly k vývoji nových typů fotoiniciátorů. Mezi ně se řadí 1-fenyl-1,2-propandion (PPD, **obr. 4**) a skupina acylfosfinoxidů, např. Lucirin TPO [3] (**obr. 5**). Tyto fotoiniciátory jsou většinou bezbarvé, v případě PPD a acylfosfinoxidů nevyžadují přítomnost aminu a deriváty acylfosfinoxidů lze použít i ve vodném prostředí například i self-etching adheziv. Z hlediska kompatibility s polymeračními lampami je však jejich nevýhodou posun absorpčního pásu ke kratším vlnovým délkám světla s maximem 410 nm u PPD [14] a cca 390 nm u monoacylfosfinoxidu [15].



Obr. 4. Propandion (PPD)



Obr. 5. Lucirin TPO

Propandionové fotoiniciátory se nejčastěji používají v synergetické směsi s kaforchinonem [16, 17], acylfosfinoxidové typy jako bisacylfosfinoxid (BAPO) a monoacylfosfinoxid (MAPO) se používají zejména u světlých odstínů pro odstranění nežádoucího žlutého zbarvení kompozitních materiálů způsobené přítomností kaforchinonu [3].

1.1 Polymerační lampy

Jedním z hlavních předpokladů úspěšné polymerace fotokompozitů se stává další technologický prvek postupu – polymerační lampa. Na polymerační lampy, zařazené mezi zdravotnické prostředky třídy IIa, jsou kladeny požadavky specifikované v mezinárodních technických normách ISO [18, 19]. Polymerační lampy musí emitovat modré světlo v oblasti 400 – 515 nm, která odpovídá absorpčnímu pásu světelných iniciátorů. Mimo tuto oblast je emise lamp omezena: krátkovlnné UV záření rozsahu 190 – 385 nm, které je škodlivé pro měkké tkáně, je limitováno světelným výkonem nejvýše 200 mW/cm². Podobně i emise záření s vlnovou délkou nad 515 nm, tedy zahrnující tepelné záření, které by mohlo poškodit pulpu, je omezeno výkonem 100 mW/cm². Dalším požadavkem, kterému polymerační lampy musí vyhovět je jejich světelný výkon: je požadováno, aby byl větší, než hodnota deklarovaná výrobcem.

Tyto požadavky mají za cíl zajistit optimální polymeraci světlem tuhoucích materiálů s minimalizací zdravotních rizik pro pacienta. Je dobře známo, že nedostatečná polymerace má zásadní vliv nejenom na sníženou povrchovou tvrdost [20] a mechanickou odolnost kompozitní výplně, ale může zvyšovat i únik

nezpolymerovaných složek z kompozitního materiálu s iritačním vlivem [21, 22]. Naproti tomu příliš dlouhá polymerace může zvyšovat tepelnou iritaci pulpy. Škodlivé účinky tepelného záření byly popsány v řadě studií. Ukazují, že zvýšení teploty pulpy o 5,6 °C způsobuje nekrózu v 15 % případů, zvýšení o 11,1 °C způsobuje nekrózu v 60 % případů a zvýšení o 16,8 °C dokonce ve 100 % [23, 24]. Dokonalá polymerace světlem tuhoucích materiálů tedy závisí především na světelném výkonu lampy a rozsahu jejího emisního spektra. V poslední době se ukazuje, že vliv na polymeraci může mít i rozložení intenzity světla ve svazku světlovodu [25-27].

1.2 Typy polymeračních lamp

V současné době jsou pro polymeraci světlem tuhoucích materiálů v zubním lékařství používány 4 typy polymeračních lamp – halogenové, diodové (LED, Light Emitting Diodes), plazmové a laserové. Typické schéma lampy zahrnuje napájecí jednotku, ruční část se zdrojem světla, světelné filtry, zrcadlo, optický systém a výstupní část tvořenou nejčastěji vláknovým světlovodem.

1.2.1 Halogenové lampy

Halogenové polymerační lampy jsou na trhu již více než 20 let. Halogenová žárovka generuje světlo po zahřátí wolframového vlákna elektrickou energií na vysokou teplotu. Většina energie v halogenové žárovce se proto přemění na teplo a jen malá část je vyzářena v podobě světelného záření [28]. Selektivní filtry propustí vlnové délky odpovídající modrému světlu (400 – 500 nm) [29]. Molekuly fotoiniciačního systému citlivé na modré světlo vytvoří volné radikály iniciující polymerační proces. Nevýhodou halogenových lamp je především nízká účinnost, neboť výstupní světelná energie je menší než 1 % celkové 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. Uvádí se, že životnost halogenové žárovky je v průměru 50 – 100 hodin [30].

1.2.2 LED lampy

Tyto moderní lampy jsou založeny na technologii polovodičů, které se připravují dopováním základního materiálu čipu, například křemíku, gáliem a indiem. Gálium má oproti křemíku o jeden elektron méně a tím vytváří v krystalové mřížce křemíku poruchu – vakanci. Polovodič tohoto typu se označuje jako p-polovodič. Indium naproti tomu má 5 elektronů a v mřížce křemíku proto vytváří poruchu s jedním nadbytečným elektronem, n-polovodič. Jsou-li tyto dva materiály v kontaktu, vytváří tak zvaný p-n přechod. Po vložení elektrického napětí na p-n přechod mohou při vhodné polaritě přecházet – rekombinovat volné elektrony s vakancemi. Na tomto principu pracují běžné diody například v usměrňovačích. Složení polovodičů pro výrobu LED a jejich vnitřní konstrukce je nastavena tak, že při rekombinaci elektronu a díry, tedy po průchodu elektrického proudu, se vyzáří určité množství světelné energie. Pro tyto zdroje světla je charakteristická podstatně větší účinnost přeměny elektrické energie na světelnou a především úzký emisní pás určený složením polovodiče. 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 řady LED lamp je však úzké emisní spektrum, které nemusí zasahovat do oblasti absorpce všech používaných iniciátorů. To může snižovat jejich účinnost při polymeraci. Novější typy LED lamp jsou proto vybavovány kombinací LED diod s emisí světla různé vlnové délky, které pokrývají širší rozsah světelného spektra.

Pro první generace LED lamp byl typický nízký světelný výkon a omezená šířka emisního spektra. Tím docházelo k nedostatečnému vytvrzení některých kompozitních materiálů, obzvláště s iniciátory s maximem absorpce menším než 450 nm [31]. 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 [32]. U nových vysoce výkonných LED lamp je však produkce tepla o něco vyšší a výrobci tak předcházejí přehřátí lampy použitím vestavěného větráčku.

1.2.3 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 tohoto druhu polymeračních lamp zabraňuje vysoká cena, náročný provoz a nebezpečí velkého zahřívání tkání v ústní dutině.

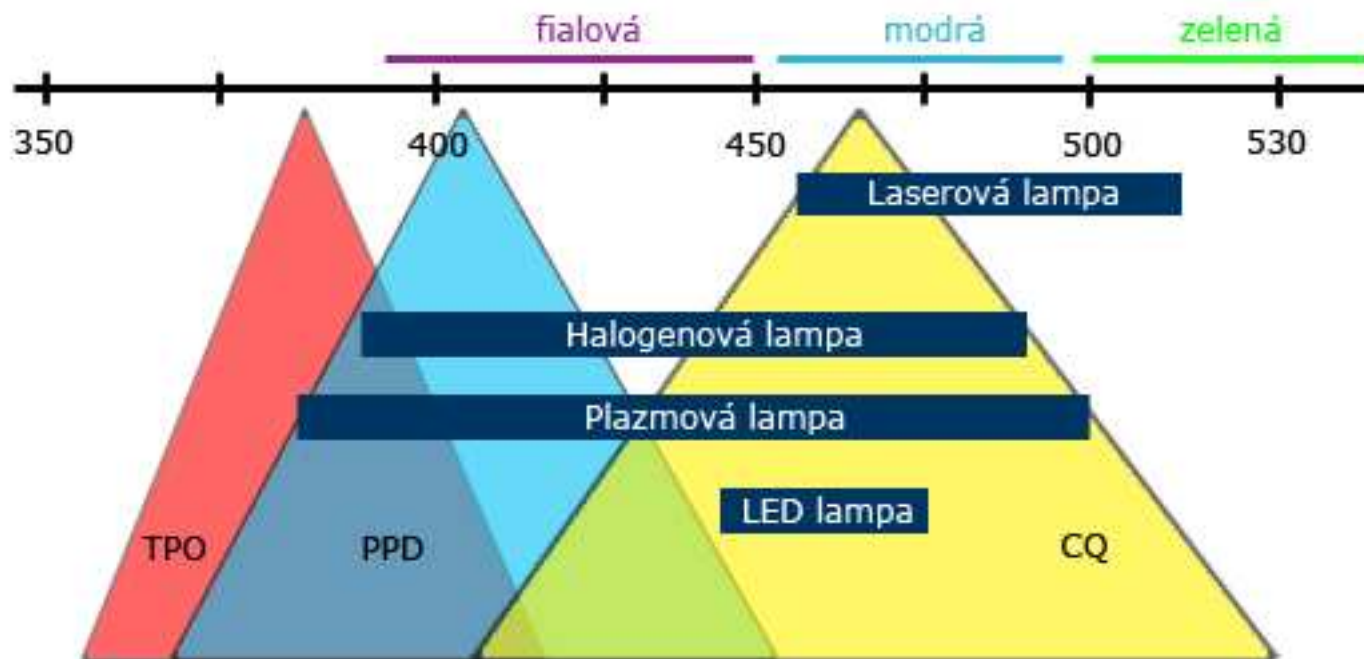
1.2.4 Laserové lampy

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 u LED první generace	široké světelné spektrum	velmi krátká polym. doba
	zaběhnutá technologie	dlouhá životnost až 10 tis. h	velmi krátká polym. doba	
	nízká cena	nízká hmotnost		
	levná údržba	levná údržba		
		většinou bezdrátové		
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 50 – 100 h		napájecí kabel	velké rozměry a hmotnost

Tab. 1. Výhody a nevýhody jednotlivých typů polymeračních lamp



Obr. 6. Přehled emisních a absorpčních spekter jednotlivých typů lamp a fotoiniciátorů (TPO – Lucirin TPO, PPD – Propandion, CQ – Kafrchinon)

1.3 Metody hodnocení účinnosti polymeračních lamp

Mezi nejčastěji používané metody hodnocení účinnosti polymeračních lamp patří měření povrchové tvrdosti zpolymerovaného kompozitního materiálu, nejčastěji metodou Knoop [33, 34]. Povrchová tvrdost záleží na stupni konverze monomerů [35]. Další možností je přímé sledování stupně konverze dvojných vazeb monomerů spektrálními metodami, zejména infračervenou spektroskopií, která však vyžaduje náročné zařízení, speciální znalosti a v neposlední řadě neumožňuje měřit konverzi „in situ“.

1.4 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 [36]. 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.

1.5 Současné trendy ve vývoji nových typů kompozitních materiálů a polymeračních lamp

Riziko vzniku okrajové spáry, která limituje životnost kompozitních výplní, lze snížit zvýšením obsahu plniva a tedy snížením obsahu polymerizovatelných složek, nebo vývojem nových monomerů s menší polymerační kontrakcí [10]. Mezi materiály tohoto typu se řadí i kompozity, které namísto metakrylátových monomerů obsahují epoxidové pryskyřice [37]. U epoxidových monomerů je radikálová polymerace nahrazena kationtovou polymerací s odlišným mechanismem iniciace. Jelikož polymerační kontrakce u tohoto kompozitu dosahuje pouze 1 obj. % [37], a rovněž jeho biologické vlastnosti jsou srovnatelné s předchozími typy; jedná se o velmi perspektivní materiál.

Současně s vývojem kompozitních a dalších světlem polymerujících materiálů pokračují i inovace polymeračních lamp. Středem zájmu jsou LED lampy s několika typy diod, které emitují světlo v širším intervalu od 380 – 515 nm, čímž se liší od prvních typů těchto lamp s úzkým emisním pásem okolo 450 – 470 nm a optimalizovaných pro kafrchinon. Tyto lampy jsou někdy označovány jako LED lampy 3. generace, nebo multispektrální a jsou vhodné i pro systémy aktivované PDD nebo MAPO a BAPO. Určitým problémem těchto lamp může být jejich vnitřní uspořádání tvořené několika diodovými poli emitujícími světlo různé vlnové délky [38]. To musí být dokonale promíseno optickým systémem tak, aby na výstupu světlovodu bylo v každém bodě světlo nejenom stejné intenzity, ale i stejných vlnových délek.

Ačkoliv se uvádí, že nové typy kompozitních materiálů zejména na bázi epoxidů jsou iniciovány v podstatě podobnými fotoiniciátory jako klasické radikálově polymerované kompozity a pro jejich polymeraci lze použít běžné polymerační lampy, detailnější informace o vlivu různých typů polymeračních lamp na rozsah polymerace tohoto typu kompozitních materiálů chybí. Rovněž chybí informace o parametrech nových typů LED lamp a jejich účinnosti při polymeraci kompozitních materiálů jak s kafrchinonovými, tak i jinými typy fotoiniciátorů.

Cíl práce:

Cílem práce bylo získat nezávislé údaje o vlivu nejdůležitějších charakteristik polymeračních lamp na účinnost polymerace kompozitních materiálů používaných v zubním lékařství. Soustředil jsem se na tyto dílčí otázky:

1. Charakterizaci světelného výkonu, šířky emisního spektra, homogenitu distribuce světla na výstupu světlovodu a tepelnou emisi několika vybraných typů polymeračních lamp.

2. Sledování vlivu takto charakterizovaných lamp na účinnost polymerace několika typů kompozitních materiálů s odlišnými fotoiniciátory a mechanismem polymerace.

2. Materiály a metodika

2.1 Polymerační lampy

V diplomové práci bylo použito celkem 8 polymeračních lamp různých výrobců (obrázky v **Příloze 6.2**). Parametry polymeračních lamp shrnuje **tab 2**.

2.1.1. Halogenové typy

Heliolux DLX 1

Prvním zástupcem halogenových lamp byl typ Heliolux DLX 1 (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenštejnsko, dále jen Heliolux). Lampa je osazena 100 W halogenovou žárovkou s emisním spektrem o vlnové délce 400 – 500 nm. Výrobce udává maximální světelná intenzita je 750 mW/cm². Lampa, kromě klasické polymerace při konstantním výkonu, nenabízí žádné další polymerační režimy a je s napájecí jednotkou propojena kabelem.

Megalux Fast-Cure

Halogenová polymerační lampa Megalux Fast-Cure (Mega-Physik GmbH & Co. KG, Rastatt, Německo, dále jen Megalux) 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/cm². Lampa nabízí 4 režimy polymerace – fast-cure, soft-start, bělení a ortho.

- Fast-cure: 12 sekundová 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 bělicího 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

Napájení lampy je řešeno prostřednictvím kabelu.

2.1.2 LED polymerační lampy

2.1.2.1 Lampy s úzkým emisním spektrem (LED-1)

DioPower

Prvním zástupcem LED polymeračních lamp byla lampa DioPower (CMS Dental ApS, Kodaň, Dánsko). Lampa obsahuje dva nástavce osazené různými diodami: typ DioCure a DioLight. DioCure se skládá z jedné LED diody o vlnové délce emitovaného světla 450 – 490 nm. DioLight obsahuje LED diodu emitující bílé světlo sloužící k diagnostickým účelům. Zajímavostí této lampy je použití transparentního plastového světlovodu. Výrobce udává maximální světelnou intenzitu větší než 1000 mW/cm². 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. Napájení této bezdrátové lampy je zajišťováno nabíjecím akumulátorem, uloženým uvnitř lampy.

Translux Power Blue

LED bezdrátová polymerační lampa Translux Power Blue (Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Německo, dále jen Translux) obsahuje jednu diodu o vlnové délce emitovaného světla 440 – 480 nm. Maximální světelná intenzita lampy napájené dobíjecím akumulátorem je 1000 mW/cm². Lampa nabízí dva polymerační režimy – Fast a Slow Rise.

- Fast: polymerace s konstantním výkonem, volba doby vytvrzování 10 s nebo 20 s
- Slow Rise: polymerace s pomalu rostoucím výkonem, vytvrzovací doba 20 s

BluePhase C8

Zdrojem světla polymerační lampy BluePhase C8 (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenštejnsko) je 5 W modrá LED dioda emitující světlo o vlnové délce 430 – 490 nm o minimální světelné intenzitě 800 mW/cm². 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/cm² – 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

Lampa je propojena s napájecí jednotkou kabelem.

2.1.2.2 Lamy se širokým emisním spektrem (LED-2)

G-Light

LED polymerační lampa G-Light (GC America, INC., Alsip, USA) obsahuje jednu diodu emitující krátkovlnné fialové světlo (vlnová délka 400 – 420 nm) a sedm diod s emisí modrého světla (vlnová délka 420 – 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). Napájení lampy je řešeno dobíjecím akumulátorem.

BluePhase G2

Polymerační lampa BluePhase G2 (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenštejnsko) je nástupcem staršího typu C8. Podle výrobce jsou zdrojem světla diody emitující světlo v rozsahu 420 – 515 nm, které jsou doplněny jednou diodou emitující krátkovlnné fialové světlo (vlnová délka 380 – 420 nm). Stejně jako typ C8 umožňuje i G2 výběr ze tří polymeračních režimů.

- HIP (high power): 1200 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 1200 mW/cm^2 – vytvrzovací doba 30 s

Lampa je napájena akumulátorem.

Valo

Zdrojem světla polymerační lampy Valo (Ultradent Products, INC., South Jordan, USA) jsou čtyři LED diody. Dvě diody emitují světlo v modré oblasti s maximem 465 nm, jedna dioda emituje krátkovlnné fialové světlo s maximem 405 nm a čtvrtá dioda dosahuje maxima 445 nm, tedy rozhraní mezi fialovou a modrou oblastí. Vlnové délky pokrývají rozsah 395 – 480 nm. Valo jako jediný typ neobsahuje standardní světlovod. Světlo je kolimováno do svazku o průměru 13 mm ve

vzdálenosti 12 mm od ústí zdroje. Nízký profil lampy umožňuje snadnější přístup do distálních úseků ústní dutiny. Lampa nabízí tři polymerační režimy:

- Standard power: 1000 mW/cm²
- High power: 1400 mW/cm²
- Plasma emulation: 3200 mW/cm²

K napájení světelného zdroje lampy je použit kabel.

Lampa	Výrobce	Výrobní číslo	Zdroj světla	Vlnová délka [nm]	Světelný výkon udaný [mW/cm ²]	Polymerační režimy
Heliolux	Ivoclar Vivadent AG	361570	100W halogen. žárovka	400 – 500	750	polymerace při konstantním výkonu
Megalux	Mega-Physik GmbH & Co. KG	7055-15102	75W halogen. žárovka	400 – 500	>1000	fast-cure, soft-start, bělení, ortho
DioPower	CMS Dental ApS	DPK-03-00128	1 LED	450 – 490	1000	soft-start
Translux	Heraeus Kulzer GmbH	060HA374	1 LED	440 – 480	>1000	fast, slow rise
G-Light	GC America, INC.	05306	1 fialová a 7 modrých LED	390 – 475	1200	jen základní polymerace
BluePhase C8	Ivoclar Vivadent	1615698	5W LED	430 – 490	800	high a low power, soft-start
BluePhase G2	Ivoclar Vivadent	204431	1 fialová a 3 modré LED	380 – 515	1200	high a low power, soft-start
Valo	Ultradent Products, INC.	VO4238	1 fialová a 3 modré LED	395 – 480	1200	standard a high power, plasma

Tab. 2. Shrnutí vlastností použitých polymeračních lamp

2.2 Kompozitní materiály

V práci byly použity světlem tuhnoucí kompozitní materiály Charisma, Filtek Silorane a Tetric EvoCeram.

Charisma

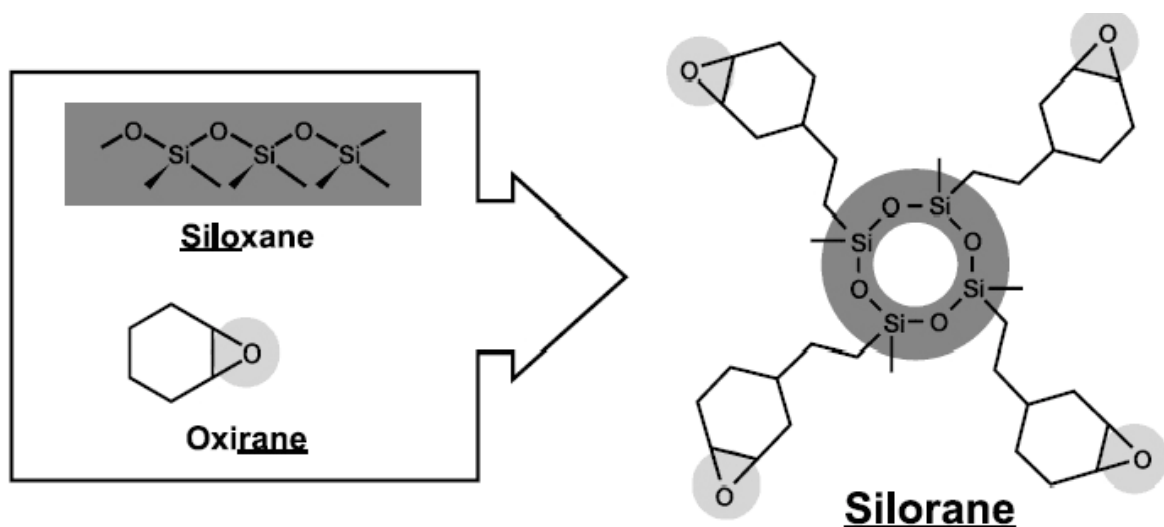
Kompozitní materiál Charisma odstínu A2 (Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Německo, č. šarže 010325) patří mezi submikrohybridní kompozity s částicemi plniva o velikosti menší než 1 μm . Charisma přišla na trh v roce 1991 a byla tak jedním z prvním submikrohybridních kompozitů. Základní stavební složkou Charismy 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). Polymerace je iniciována kaforchinonovým systémem. Polymerační doba pro světlé odstíny je standardně 20 s. 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 .



Obr. 7. Kompozitní materiál Charisma

Filtek Silorane

Kompozitní materiál Filtek Silorane odstínu A3 (3M ESPE AG, Seefeld, Německo, č. šarže 7AU, dále jen Silorane) je nový typ materiálu. Název Silorane pochází z názvu chemických sloučenin, ze kterých je Silorane složen – Siloxan a Oxirane (**obr. 8**).

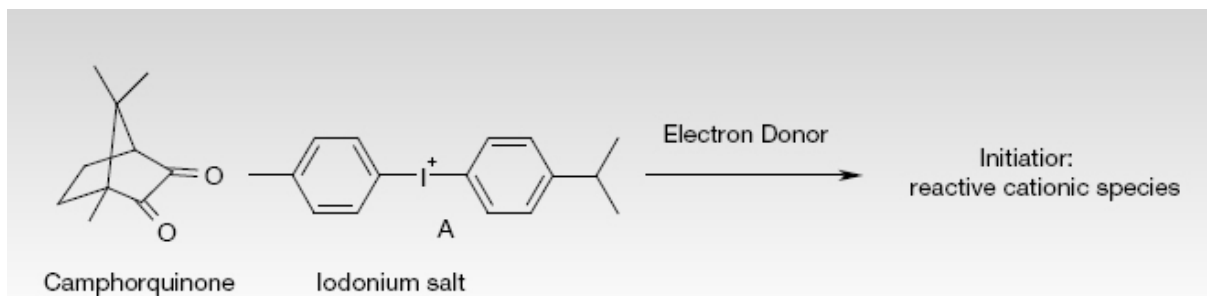


Obr. 8. Schéma molekuly Silorane

Polysiloxany jsou v průmyslu známy svými výraznými hydrofobními vlastnostmi. Oxirane (epoxid) je používán v mnoha technických odvětvích, kde je zapotřebí vysoká pevnost a odolnost, 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 Siloranu 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 Siloranu tvořen kafrechinonem. Dalšími komponenty iniciačního systému jsou koiniciátor na bázi jodoniové soli a donory elektronů – etyl-dimethylaminoetylbenzoát, které generují reaktivní kationty iniciující polymerační proces (**obr. 9**).



Obr. 9. Schéma kافرchinového fotoinicuačního systému

Plnivy kompozitního materiálu Silorane jsou jemné křemenné částice v kombinaci s rentgenkontrastním ytrium fluoridem.

Výrobce doporučuje polymerační dobu pro LED polymerační lampy s vlnovou délkou 430 – 480 nm a světelnou intenzitou 500 – 1000 mW/cm² 40 sekund. Pro LED lampy se světelnou intenzitou 1000 – 1500 mW/cm² délku polymerace 20 sekund. Polymerační doba 40 s platí také pro halogenové polymerační lampy s vlnovou délkou 400 – 500 nm a světelnou intenzitou 500 – 1400 mW/cm².



Obr. 10. Kompozitní materiál Silorane

Tetric EvoCeram

Kompozitní materiál Tetric EvoCeram Bleach XL (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenštejnsko, č. šarže M14748, dále jen Tetric) je nanohybridním dimetakrylátovým kompozitním materiálem. Základní složkou jsou prepolymer a monomery Bis-GMA. Podle údajů výrobce je citlivý na světlo vlnové délky 400 – 500 nm [39]. Omezena by tak měla být citlivost na operační světlo. Plnivy jsou barnaté sklo, oxid křemičitý a směs dalších oxidů. Standardní polymerační doba je 20 s pro polymerační lampy s výkonem alespoň 500 mW/cm².

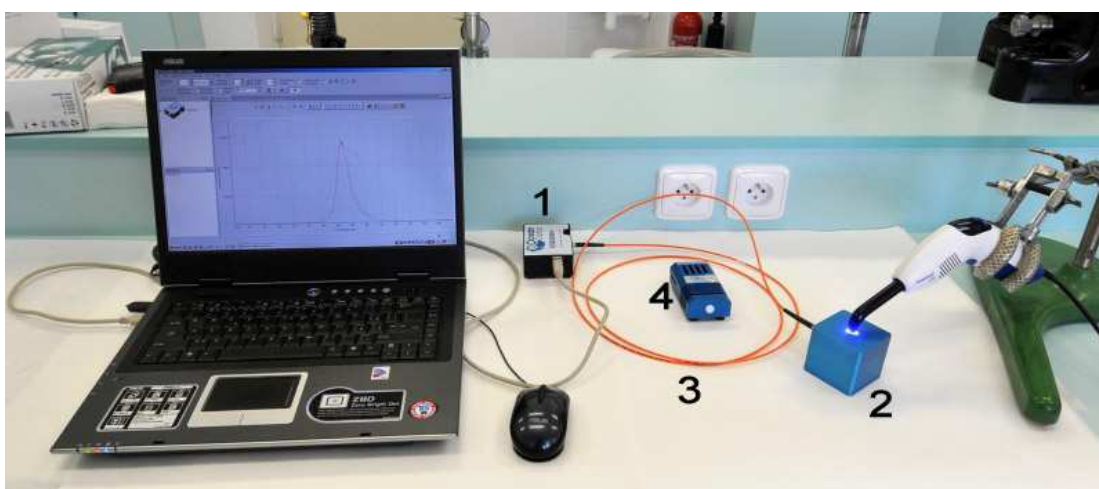


Obr. 11. Kompozitní materiál Tetric

2.3 Metodika

2.3.1 Měření světelného výkonu a emisního spektra

Měření světelného výkonu polymeračních lamp ručními radiometry ukázala velkou nepřesnost těchto přístrojů [40]. Proto byl pro přesná měření světelného výkonu lamp a jejich emisního spektra použit kalibrovaný spektrometr Ocean Optics USB 2000+ (Ocean Optics, INC., Dunedin, USA) ve spojení s integrační koulí, která umožňuje registraci světla emitovaného lampou v širokém prostorovém úhlu 0 – 180° (**obr. 12**).



Obr. 12. Spektrometr Ocean Optics USB 2000+ ve spojení s integrační koulí Fois 1 (1. spektrometr Ocean Optics USB 2000+, 2. integrační koule Fois 1, 3. vláknový světlovod, 4. zdroj světla o známých vlnových délkách a intenzitách)

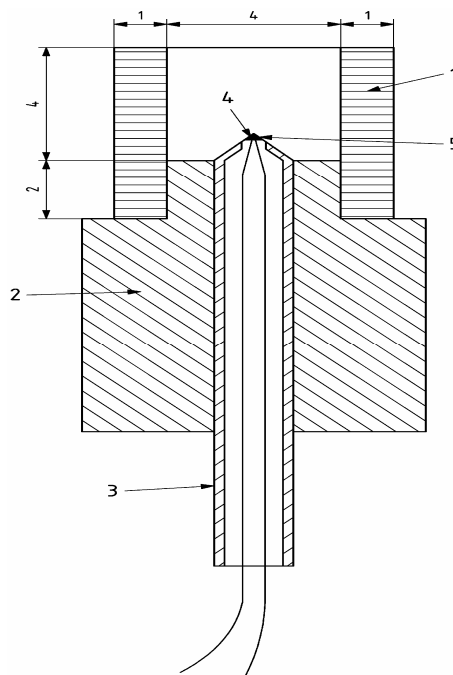
Zařízení sestávalo z počítače, na který je pomocí rozhraní USB připojen spektrometr Ocean Optics USB 2000+ ve spojení s integrační koulí Fois 1, Obě jednotky byly propojeny vláknovým světlovodem o vnitřním průměru 50 μm , který snímá světlo rozptýlené na vnitřním povrchu koule v pravém úhlu ke směru vstupu

světla. K ovládání zařízení slouží specializovaný software SpectraSuite dodávaný výrobcem spektrometru. Před prvním měřením je třeba spektrometr nakalibrovat pomocí zdroje s emisí světla o známých vlnových délkách a intenzitách.

Měření světelného výkonu polymeračních lamp i jejich emisního spektra byla vždy provedena 3krát. Použity byly průměry těchto měření. Šířka emisního pásu byla odečítána při intenzitě, která odpovídala 10 % maxima intenzity pásu.

2.3.2 Měření tepelné emise polymeračních lamp

Tepelná emise lamp byla charakterizována měřením nárůstu teploty kompozitního materiálu v průběhu polymerace pomocí zařízení sestávajícího z polyetylenové formičky vnitřního průměru 4 mm a výšce 8 mm, v jejímž středu je umístěn hrot termočlánku typu T (měď – konstantan, **obr. 13**), dle metodiky ČSN EN ISO 4049 [41].



Obr. 13. Schéma zařízení pro měření tepelné emise (1. teflonová formička , 2. polyamidový blok, 3. nerezová trubička, 4. hrot termočlánku)

Termočlánek byl připojen na Multimetr Caltek Instrument CM2703 (Caltek Industrial LTD., Hong Kong, Čína) a převodník mV → °C Fluke 80TK (Fluke Corp.

Ewerett, USA). Tělíska byla polymerována vždy z jedné strany po standardní dobu 20 sekund. Hrot termočlánu byl umístěn v hloubce 0,8 a 1,85 mm od ozařovaného povrchu, což imitovalo měření teploty těsně pod ozařovaným povrchem výplně a též na její spodině. Měření probíhalo s materiálem Charisma za teploty 23 °C.

Tato měření byla uskutečněna s halogenovými lampami Heliolux a Megalux, LED-1 lampami Translux a BluePhase C8, LED-2 lampami G-Light, BluePhase G2 a Valo. Pro každý typ polymerační lampy a hloubku byla provedena vždy tři měření, vypočten průměr a směrodatná odchylka.

2.3.3 Měření účinnosti polymerace

Hodnocení účinnosti polymerace jednotlivých lamp probíhalo prostřednictvím měření tvrdosti vzorků kompozitních materiálů Charisma, Silorane a Tetric polymerovaných lampami Heliolux, Megalux, DioPower, Translux, BluePhase C8, G-Light, BluePhase G2 a Valo při teplotě 23 °C. Pro každou polymerační lampu byla proměřena vždy tři tělíska připravená pomocí kruhové teflonové formičky s válcovou dutinou vnitřního průměru 4 mm a výšky 2 mm, což odpovídá doporučené tloušťce polymerované vrstvy kompozitního materiálu. Na horním a spodním povrchu tělíska byla změřena tvrdost dle Knoopu vždy v 5 bodech. První vtisk byl proveden přibližně uprostřed tělíska, další vtisky po obvodu v přibližně 75 % poloměru nad, pod, vlevo a vpravo od prvního vrypu. Proměřován byl horní ozářený povrch a poté spodní povrch tělíska. U všech lamp byla tělíska měřena 15 minut od začátku polymerace. U lamp Heliolux, BluePhase C8, BluePhase G2 a Valo, reprezentujících odlišné skupiny lamp, byla tvrdost změřena i po 24 hodinách

2.3.3.1 Příprava tělísek pro měření tvrdosti

Formičky, umístěné spodní stranou na skleněném podložním mikroskopickém sklíčku pokrytém transparentní plastovou folií na bílém filtračním papíru, byly naplněny kompozitním materiálem v mírném přebytku. Plnění formiček bylo provedeno pomocí nástrojů běžně užívaných v zubní ordinaci (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 na

jejím povrchu. Použití ochranné fólie zaručuje hladký povrch tělíska a zmenšuje tloušťku inhibované vrstvy vznikající v důsledku reakcí radikálů s kyslíkem.

2.3.3.2 Polymerace

Standardně byla použita doba polymerace 20 s (kapitola 3.3.1), která odpovídala nejkratší polymerační době podle doporučení výrobce kompozitního materiálu v návodu k použití. Při zahájení polymerace bylo ústí světlovodu polymerační lampy přiloženo těsně na krycí sklíčko. Ozáření probíhalo vždy z jedné strany tělíska. Po skončení polymerace byla odstraněna jak podložní sklíčka, tak i ochranná fólie.

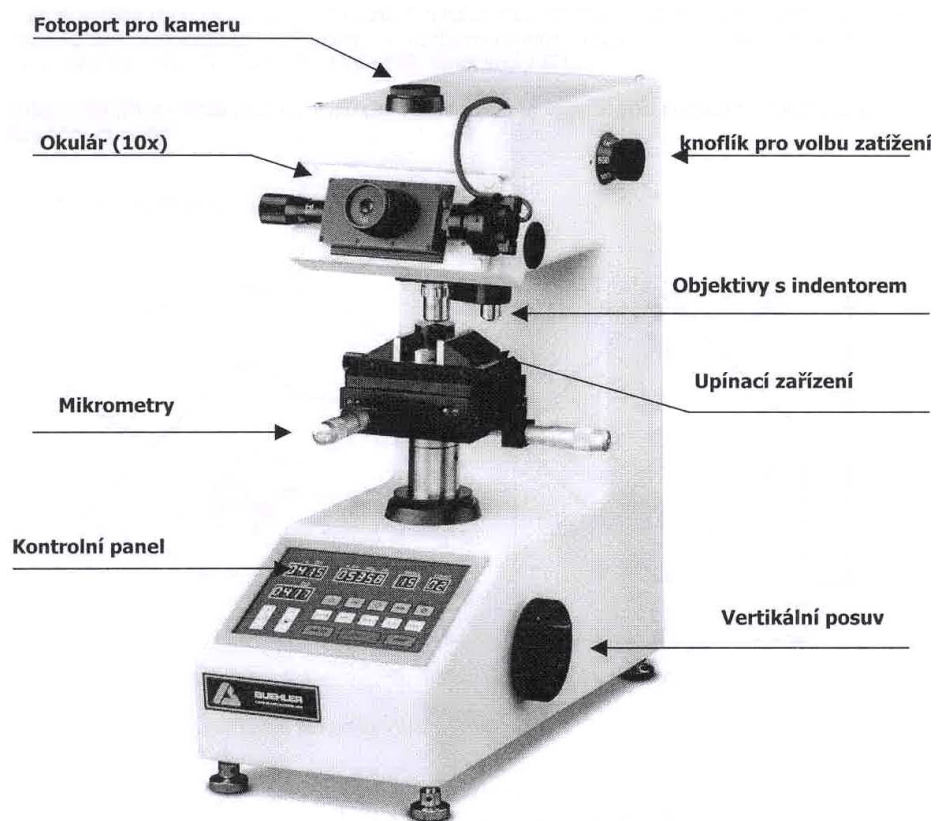
2.3.3.3 Broušení a leštění povrchu tělísek

Reakcí monomerních radikálů s molekulami kyslíku rozpuštěnými v kompozitním materiálu dochází k inhibici jeho polymerace v tenké povrchové vrstvě tloušťky cca 10 – 20 μm [42]. Tato inhibovaná vrstva má 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 vyleštěním. Tělíska byla nejprve ručně obroušena a vyleštěna po obou stranách krouživým pohybem a postupným otáčením o 90°. Broušení probíhalo na brusném papíru P 1200 (Buehler Ltd, Lake Bluff, USA) se střední velikostí částic 15 μm . Poté následovalo leštění povrchu vzorku za použití vodné suspenze diamantové lešticí pasty MetaDi II (velikost částic 6 μm) na nylonové lešticí látce a konečné zaleštění suspenzí oxidu hlinitého MicroPolish II (velikost částic 1 μm) na lešticí látce MicroCloth (vše Buehler, Ltd, Lake Bluff, USA). Takto bylo odstraněno z obou povrchů tělíska přibližně 0,05 – 0,1 mm materiálu.

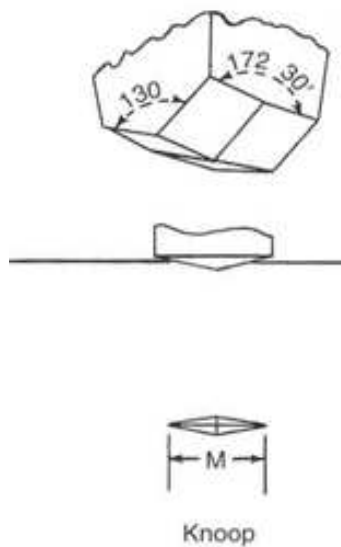
2.3.3.4 Postup měření tvrdosti

Tvrdot byla měřena na mikrotvrdoměru IndentaMet 1600 – 1105D (Buehler, Ltd, Lake Bluff, USA, **obr. 14**). Použita byla metoda měření tvrdosti dle Knoop. Při této metodě se do povrchu materiálu vtlačuje pod zatížením silou F (působí kolmo na povrch vzorku) čtyřboký diamantový jehlan – indentor (**obr. 15**), (poměr úhlopříček

7:1, úhly 130° a $172,5^\circ$, poměr délky úhlopříčky k hloubce je 30) [43]. Změřením délky vtisku, tedy dlouhé úhlopříčky kosodélníkového vtisku, lze vypočítat tvrdost povrchu v bezrozměrných stupních Knoop (KHN).



Obr. 14. Mikrotvrdoměr IndentaMet 1600 – 1105D



Obr. 15. Tvar diamantového jehlanu pro měření tvrdosti dle Knoop [44]

Tvrdoost se vypočte podle vzorce:

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

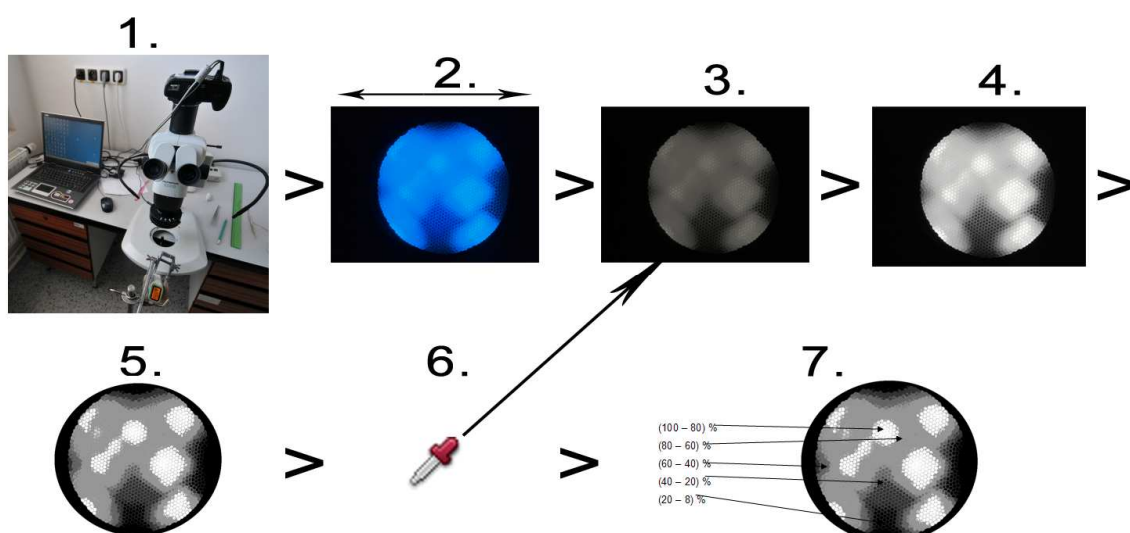
kde F je zatížení (působící síla v newtonech) a l je délka delší úhlopříčky vtisku v mm. Konstanta přístroje vycházející z rozměrů indentoru je 1,4509.

2.3.4 Měření distribuce světla na výstupu světlovodu a rozložení tvrdosti kompozitního materiálu

2.3.4.1 Hodnocení homogenity světla

K měření distribuce intenzity světla na výstupu světlovodu polymeračních lamp byly použity typy Heliolux, Translux, G-Light, BluePhase G2 a Valo. Polymerační lampa byla uchycena do stojanu a pomocí stereomikroskopu Olympus SZX 10 při dvojnásobném zvětšení a sejmutém světlovodu zaznamenáno geometrické uspořádání diodových polí u LED lamp. Poté byl nasazen světlovod a lampa uchycena tak, aby výstupní okénko světlovodu směřovalo kolmo k optické ose mikroskopu (**obr. 16**). Obraz světlovodu při zapnuté lampě byl po snížení intenzity světla šedým filtrem (typ 4.FN 0,4) zaznamenán fotoaparátem Olympus E520 a pomocí softwarového programu QuickPhoto 2.3 (vše Olympus, Tokyo, Japonsko)

uložen ve formátu jpg. Následně byl zaznamenaný obraz v grafickém programu Adobe Photoshop CS3 zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal přiloženému světlovodu na polymerovaný vzorek a převeden na odstíny šedé (256), kdy místům s nejmenší intenzitou byla přiřazena hodnota 0 a místům s největší intenzitou hodnota 255. K tomu posloužilo mapování na přechod černé a bílé barvy, které zesílilo původní kontrast obrazu a upraven histogram obrazu. V programu MatLab byl obraz rozdělen do 5 oddílů po 51 odstínech. Pomocí takto zvýrazněného rozložení intenzity byly v každém z 5 oddílů v několika bodech odečteny hodnoty odstínů šedé příslušející původním netransformovanému obrazu. Celý postup je znázorněn na **obr. 16**. Nejvyšší hodnotě odstínu šedé bylo přiřazeno 100 % a ve zbývajících 4 oddílech dopočítán pokles hodnot odstínů šedé (intenzity světla polymerační lampy).



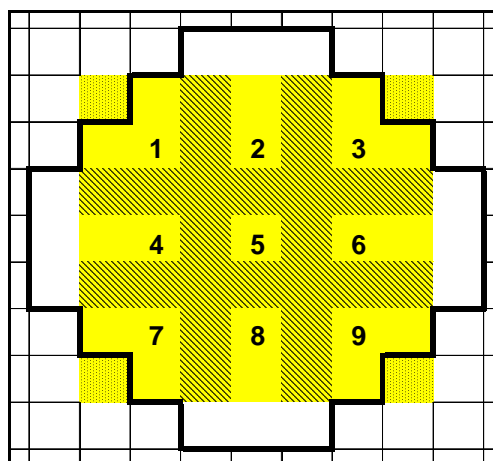
Obr. 16. Schématický postup metody analýzy obrazu (1. Záznam obrazu pomocí mikroskopu a fotoaparátu. 2. Zrcadlové převrácení obrazu v Adobe Photoshop. 3. Převod obrazu na odstíny šedé pomocí mapování. 4. Úprava histogramu. 5. Rozdělení obrazu na 5 oddílů v MatLabu. 6. Odečítání hodnot odstínů šedé v původním obrazu. 7. Výpočet procentuálního poklesu)

2.3.4.2 Charakterizace plošného rozložení tvrdosti

Pro tato měření byly použity kompozitní materiály Charisma s kافرchinonovým fotoiniciačním systémem a Tetric s nekافرchinonovým systémem. Bylo možno předpokládat, že u tohoto kompozitního materiálu se silněji projeví rozdílná šířka emisního spektra použitých lamp a rovněž geometrické uspořádání diodových polí LED lamp. Pro každou vybranou lampu byla připravena minimálně tři tělíska

pomocí teflonové formičky vnitřního průměru 9 mm (odpovídající průměru světlovodu většiny polymeračních lamp) a výšky 2 mm. Po polymeraci z jedné strany a zbrúšením a vyleštěním obou povrchů tělíska postupem z kapitoly 2.3.3.3, byla na každém jejich povrchu v matici 57 bodů změřena tvrdost. Nejprve byl pomocí mikrometrických šroubů na posuvném stolku tvrdoměru nalezen pravý a levý okraj tělíska a v jeho polovině přibližný střed. První vtisk byl proveden uprostřed tělíska, další vtisky po 1 mm v x-y rovině tak, aby byla vytvořena síť bodů pokrývající celou plochu tělíska. Proměřován byl horní ozářený povrch a poté spodní povrch tělíska. U všech lamp použitých pro tyto testy byla měření prováděna po 24 hodinách od polymerace. Tělíska byla skladována při pokojové teplotě 23 °C a ve tmě.

Pro vyhodnocení těchto měření byly nejprve zhotoveny mapy relativní tvrdosti tak, že tvrdost každého změřeného bodu byla vydělena největší dosaženou hodnotou tvrdosti. Každý bod sítě s relativní tvrdostí 100 – 90 %, 90 – 80 %, 80 – 70 % a méně než 70 % byl označen ve stupních šedi. Pro následné statistické vyhodnocení bylo vhodné plochu tělíska rozdělit na menší počet segmentů s několika měřenými body a statisticky testovat rozdíly mezi nimi. Plocha tělíska byla rozdělena celkem na 9 segmentů po 9 bodech o ploše 2x2 mm s tím, že krajní body jednotlivých segmentů se překrývaly (**obr. 17**). Čtyři krajní chybějící body byly dopočítány interpolací. Statisticky byly porovnávány rozdíly průměrů tvrdosti mezi středním segmentem a obvodovými segmenty. Tedy za podmínek blízkých klinické praxi, kdy je snahou umístit střed ústí světlovodu na střed výplně.



Obr. 17. Rozdělení tělíska do 9 segmentů. Šrafování označuje společné krajní body pro jednotlivé segmenty. Tečkování označuje chybějící body dopočítané interpolací

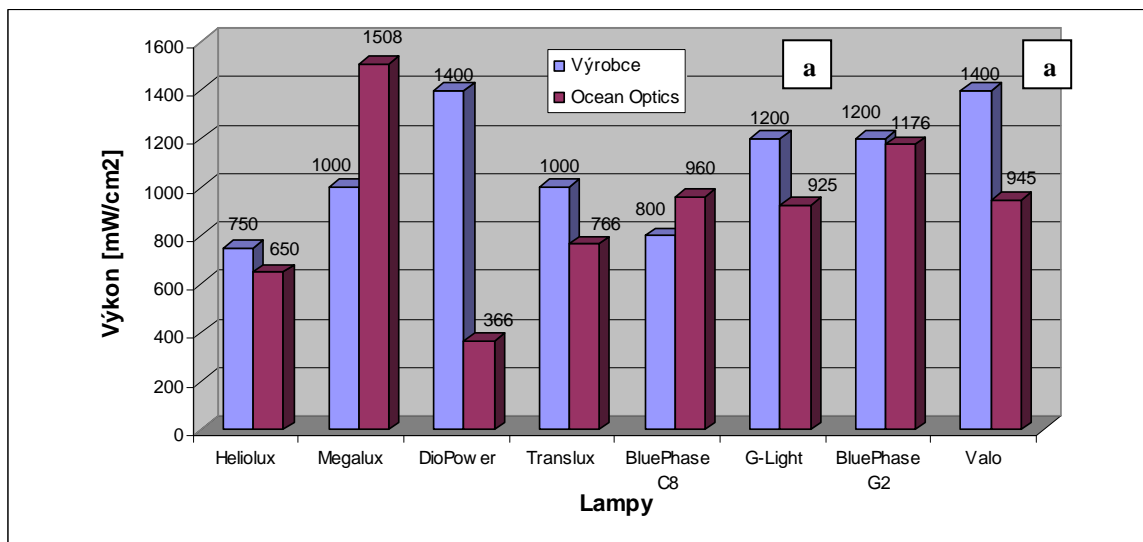
2.4 Statistické vyhodnocení

Statistická hodnocení se uskutečnila metodou analýzy rozptylu ANOVA a Tukeyho post-hoc testy. Testy rozdílů naměřených a udaných výkonů polymeračních lamp byly provedeny pomocí t-testů, testy výkonů jednotlivých lamp ve skupinách halogenové, LED 1 a LED 2 pomocí 1-faktorové ANOVA. Testy rozdílů tvrdosti po polymeraci jednotlivými lampami zvlášť na horním a spodním povrchu tělísek se hodnotily metodou opakované ANOVA a post-hoc testy homogenních skupin. Rozdíly mezi horním a spodním povrchem pro každou lampu byly testovány za pomoci t-testů. Těmito testy byla porovnávána data získaná měřeními po 15 minutách a s odstupem 24 hodin, a rovněž výsledky získané při standardním 20 sekundovém režimu. Testy rozdílů tvrdosti jednotlivých segmentů byly provedeny rovněž metodou ANOVA a Tukeyho post-hoc testů. Všechny statistické výpočty zpracoval při hladině významnosti $\alpha=0,05$ program STATISTICA 7.1 (StatSoft Inc., Tulsa, USA).

3. Výsledky a diskuse

3.1 Charakterizace světelného výkonu a emisního spektra polymeračních lamp

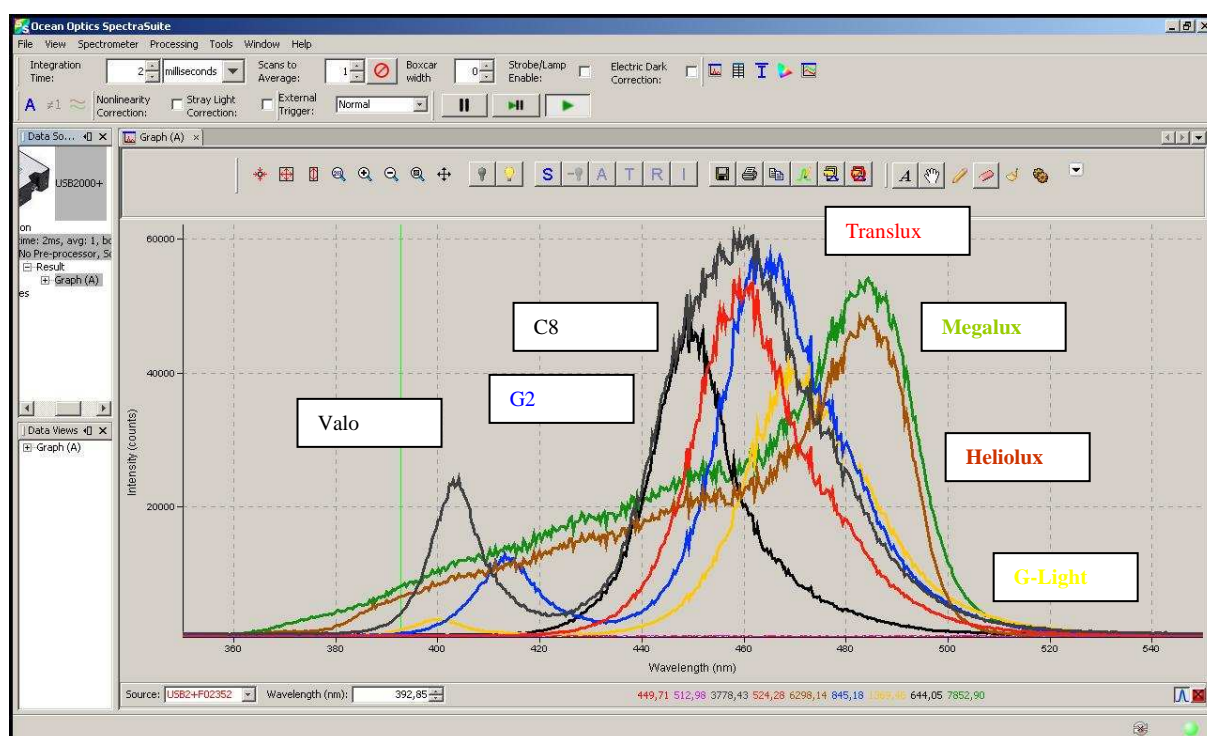
Minimální hodnotu výkonu polymerační lampy je výrobce povinen uvádět v návodu k použití lampy. Skutečné hodnoty změřené kalibrovaným radiometrem Ocean Optics USB 2000+ jsou na **obr. 18**, který ukazuje, že většina hodnot neodpovídala údajům výrobce. Standardům normy ISO byly schopny vyhovět jen lampy Megalux, BluePhase C8 a BluePhase G2, která zaostala za hodnotou uváděnou výrobcem jen o několik málo jednotek výkonu. Statistické hodnocení t-testem nepotvrdilo signifikantní rozdíl oproti hodnotě uváděné u této lampy výrobcem a jedná se tedy o odchylku v rámci rozptylu dat. Ostatní lampy zaostaly za údaji výrobce. V případě lampy DioPower byla dokonce naměřená hodnota více než 3krát nižší.



Obr. 18. Světelný výkon polymeračních lamp. Stejná písmena označují statisticky nevýznamné rozdíly výkonu

Emisní spektra lamp jsou s výjimkou lampy DioPower uvedeny na **obr. 19**. U této lampy došlo v průběhu zkoušek ke ztrátě kapacity akumulátoru a v důsledku toho nebylo možné tato měření provést. Jak je patrné z tohoto obrázku, halogenové lampy mají typické široké a asymetrické spektrum zasahující od přibližně 380 nm k 510 nm. LED 1 lampy měly úzké symetrické emisní spektrum většinou s maximem okolo

hodnoty 450 – 470 nm. U multispektrálních LED-2 lamp jsou vidět dvě maxima. Jedno v oblasti typické pro modré světlo s maximem 460 – 490 nm a druhé pro fialové světlo v oblasti 400 – 413 nm. Z **tab. 3** je zřejmé, že u většiny lamp bylo dosaženo šířky emisních pásů, které uváděl výrobce v technické specifikaci. Výjimkou byly obě lampy firmy Ivoclar Vivadent. U modelu BluePhase C8 bylo změřeno užší spektrum 430 – 468 nm oproti výrobcem udávaných 430 – 490 nm. Podobné výsledky byly nalezeny i u novějšího typu BluePhase G2, u kterého výrobce udával hodnoty 380 – 515 nm, ale naměřeno bylo 405 – 500 nm.



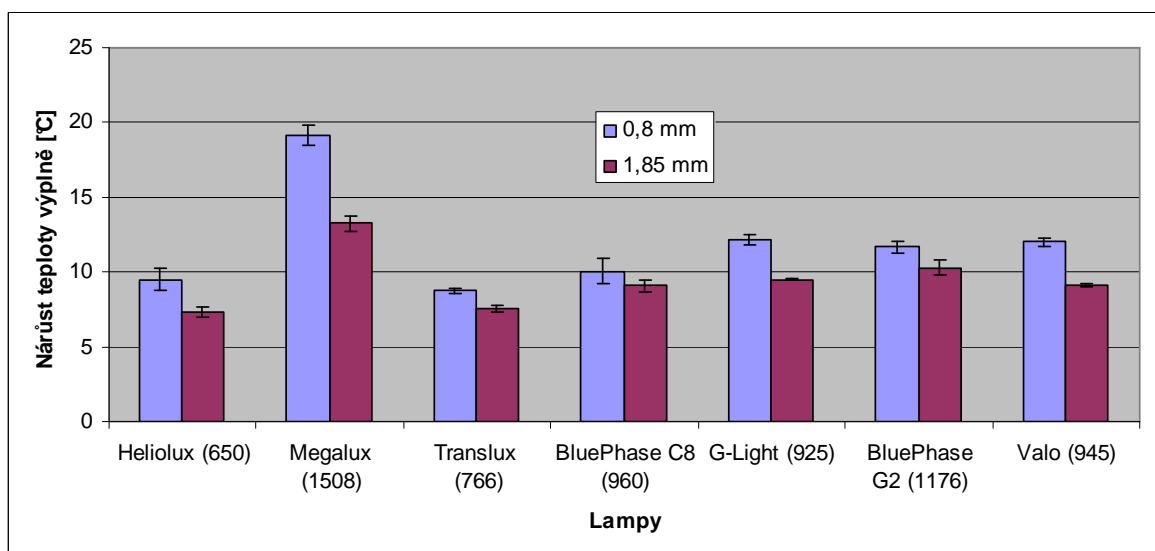
Obr. 19. Emisní spektra polymeračních lamp

Lampa	Vlnová délka udaná [nm]	1. max. Rozsah vlnových délek změřený [nm]	1. Maximum [nm]	2. max. Rozsah vlnových délek změřený [nm]	2. Maximum [nm]
Heliolux	400 – 500			387 – 500	484
Megalux	400 – 500			385 – 505	484
Translux	440 – 480			437 – 495	460
G-Light	390 – 475	390 – 420	400	442 – 500	470
BluePhase C8	430 – 490			430 – 468	450
BluePhase G2	380 – 515	405 – 420	413	442 – 500	463
Valo	395 – 480	395 – 415	403	431 – 497	458

Tab. 3. Rozsahy emisních pásů sledovaných polymeračních lamp. Šířka pásu byla určena při 10 % maxima intenzity pásu

3.2 Vliv polymerační lampy na nárůst teploty kompozitního materiálu v průběhu polymerace

Obr. 20 ukazuje, že nejvyšší nárůst teploty byl změřen na povrchu výplně v hloubce 0,8 mm. Se vzdáleností od ozařovaného povrchu teplota mírně klesá. Jak je patrné z obrázku, nárůst teploty vzrůstá s výkonem polymerační lampy. V literatuře se udává, že jedním z hlavních přínosů LED lamp je jejich minimální tepelná emise. Z obrázku je však patrné, že při porovnatelném výkonu, například lampy Heliolux vs. Translux a BluePhase C8 byl tepelný nárůst u LED lamp nižší, avšak ne zásadně. I u LED lamp je proto nutná zvýšená opatrnost při polymeraci výkonnými typy. Velmi opatrně je třeba pracovat s halogenovou lampou Megalux, u níž dosáhl nárůst teploty na horním ozařovaném povrchu výplně více jak 19 °C a spodním povrchu téměř 13 °C. Proto by u této lampy mělo být striktně dodržováno doporučení výrobce a nepřekročit dobu polymerace 12 sekund.



Obr. 20. Nárůst teploty v hloubce 0,8 a 1,85 mm v závislosti na typu lampy

3.3 Charakterizace účinnosti polymerace

3.3.1 Vliv polymerační doby a zatížení při měření tvrdosti

Při hledání optimálních podmínek měření byly nejprve zkoušeny polymerační časy od 5, 10, 20 až do 40 s pro halogenovou polymerační lampu Heliolux. Tato měření byla provedena s kompozitním materiálem Silorane, u něhož nezávislá data v literatuře dosud chybí a bylo proto vhodné ověřit hodnotu udávanou výrobcem. Z výsledků uvedených po 15 minutách od začátku polymerace (**tab. 4**), je patrné, že při 5 sekundovém osvitu vzorek téměř nezpolymeroval, byl měkký, a do jeho povrchu bylo možné udělat hladítkem zářez. Měřit u takového tělíska tvrdost tedy nepřipadalo v úvahu.

Polymerační doba 10 s již byla použitelná pro měření tvrdosti. Tvrdost na horním povrchu tělíska dosahovala téměř tvrdosti po 20 sekundové polymeraci. Spodní povrch tělíska ale dosahoval jen 71 % tvrdosti horního povrchu.

Doba polymerace 40 s přinesla podle očekávání nejvyšší hodnoty tvrdosti. Rozdíl mezi horními povrchy tělísek při polymerační době 20 a 40 s již ale nebyl tak velký. Narostla však hodnota tvrdosti u spodního povrchu tělísek a vystoupala až na 93 % hodnoty horního povrchu tělíska. I přes nejvyšší dosahované hodnoty tvrdosti u 40 sekundové polymerace byla pro další měření zvolena doba polymerace 20 s, která i u výkonných lamp snižuje riziko 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 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 měřicího mikrometru.

Závaží [g]	Polymerační čas [s]							
	5		10		20		40	
	Horní povrch	Spodní povrch	Horní povrch	Spodní povrch	Horní povrch	Spodní povrch	Horní povrch	Spodní povrch
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 měřicího mikrometru					

Tab. 4. Vliv polymerační doby a zatížení při měření

3.3.2 Vliv typu polymerační lampy na tvrdost kompozitních materiálů

Pro horní povrch tělíska kompozitu Charisma byly nalezeny statisticky významné rozdíly tvrdosti a tedy stupně polymerace mezi halogenovými a LED lampami různých typů (**tab. 5**). S halogenovými lampami bylo dosaženo tvrdosti 32,1 a 35,1 jednotek KHN. Lampy ze skupiny LED-1 poskytovaly signifikantně nižší tvrdost v rozsahu 20,7 – 25,1 KHN. Odlišné chování bylo pozorováno pro LED-2 lampy se širším emisním spektrem, kdy tvrdost kompozitu po polymeraci lampou G-Light (23,9 KHN) dosahovala hodnot typických pro LED-1 lampy, avšak u G2 a zejména Valo, 27,1 a 32,5 KHN srovnatelných s tvrdostí při polymeraci halogenovými lampami. Na spodním povrchu byly rozdíly v tvrdosti méně výrazné. Halogenové lampy dosáhly nejvyšších hodnot 26,2 a 29,1 KHN, odpovídajících 81,7 – 83,0 % tvrdosti horního povrchu. Výsledky LED-1 polymeračních lamp se pohybovaly v rozmezí 18,7 – 27,0 a LED-2 22,9 – 29,0 KHN. U výkonných LED lamp Translux a BluePhase C8 i G2 však již nemůžeme hovořit o poklesu tvrdosti. Změřen byl mírný nárůst hodnot tvrdosti oproti hornímu povrchu 103,5 – 107,7 %, který v rámci rozptylu dat indikuje stejnou tvrdost na horním a spodním povrchu. Nejhoršího výsledku stejně jako u horního povrchu lampa dosáhla lampa DioPower s 18,7 KHN, což představuje pokles na 90,4 % tvrdosti horního povrchu.

Pro kompozitní materiál Silorane (**tab. 5**), byly na horním povrchu tělíska nalezeny statisticky významné rozdíly mezi jednotlivými skupinami polymeračních lamp. Halogenové lampy dosáhly hodnot KHN v rozpětí 49,2 a 50,1. Signifikantně nižší tvrdost horního povrchu vykazovaly lampy skupiny LED-1, kde se naměřené hodnoty pohybovaly v rozpětí 40,6 – 47,4 KHN. Nejnižší hodnota opět náleží typu DioPower. Nejlepších výsledků dosáhly lampy LED-2, u nichž se tvrdost pohybovala mezi 53,5 – 54,7 KHN. Podobné výsledky byly nalezeny i na spodním povrchu tělíska. U halogenových typů byla naměřena tvrdost 40,1 a 42,3 KHN, což znamená pokles 79,9 – 86,1 % oproti hornímu ozářenému povrchu. U LED-1 lamp byla tvrdost signifikantně nižší, mezi 35,5 – 37,5 KHN, což odpovídalo poklesu 87,1 – 87,4 % oproti hornímu povrchu. Výjimkou byla lampa BluePhase C8 z této skupiny, u které bylo dosaženo tvrdosti 43,5 KHN a poklesu 91,7 %. Nejlépe lze opět hodnotit lampy ze skupiny LED-2. Naměřená tvrdost dosahovala hodnot 45,2 – 49,3 KHN, čímž

dosahovala hodnot výkonných halogenových lamp, nebo je signifikantně převyšovala. Pokles tvrdosti oproti hornímu povrchu činil 82,6 – 92,1 %.

U kompozitu Tetric (**tab. 5**), bylo pozorováno odlišné chování. Signifikantně nejvyšší tvrdosti horního povrchu bylo dosaženo pro halogenovou lampu Megalux, 40,2 KHN, a dále LED-2 lampy G-Light a Valo. U těchto polymeračních lamp se hodnoty tvrdosti pohybovaly v rozmezí 37,9 a 34,4 KHN, přičemž vyšší hodnota byla naměřena pro lampu G-Light. Nižších hodnot tvrdosti bylo dosaženo pro halogenovou lampu Heliolux a BluePhase G2. U LED-1 lamp byly v porovnání s halogenovými a LED-2 typy naměřeny signifikantně nižší hodnoty tvrdosti 23,6 – 29,1 KHN. Nicméně lampy Translux a BluePhase C8 (28,7 a 29,1 KHN) poskytovaly hodnoty tvrdosti blízké halogenovému typu Heliolux. U lampy DioPower bylo opět dosaženo nejnižší hodnoty 23,6 KHN ze všech měřených typů. U dolního povrchu dosáhly halogenové typy hodnot 24,5 a 32,3 KHN, což odpovídá poklesu 76,7 – 79,8 % tvrdosti horního povrchu. Polymerační lampa Megalux dosáhla nejvyšší hodnoty. U ostatních lamp skupiny LED-1 i LED-2 se tvrdost vyrovnala. Hodnoty tvrdosti 25,3 – 27,2 KHN značí 74,5 – 94,5 % poklesu oproti hornímu povrchu. Nejnižší hodnota 20,2 KHN náleží i na tomto povrchu lampě DioPower – 85,2 %.

Kompozit	Povrch	Lampa/výkon [mW/cm ²]							
		Halogenová		LED-1			LED-2		
		Heliolux (650)	Megalux (1508)	DioPower (366)	Translux (766)	BluePhase C8 (960)	G-Light (950)	BluePhase G2 (1176)	Valo (945)
Charisma	Horní	32,1±0,3 ^{aA}	35,1±1,5 ^{aA}	20,7±0,2 ^{cA}	24,1±1,8 ^{cA}	25,1±2,3 ^{cA}	23,9±0,4 ^{cbA}	27,1±2,3 ^{ba}	32,5±3,6 ^{aA}
	Spodní	26,2±0,3 ^{abB}	29,1±2,4 ^{ab}	18,7±0,4 ^{cb}	25,0±2,6 ^{abA}	27,0±3,0 ^{abA}	22,9±0,4 ^{abA}	28,1±1,7 ^{abA}	29,0±2,2 ^{aA}
	Pokles [%]	81,7	83,0	90,4	103,9	107,7	95,9	103,5	89,2
Filtek Silorane	Horní	50,1±0,4 ^{abA}	49,2±0,3 ^{abcA}	40,6±0,2 ^{dA}	43,1±0,3 ^{dcA}	47,4±2,3 ^{bcA}	54,2±0,3 ^{aA}	52,5±4,8 ^{abA}	54,7±4,8 ^{aA}
	Spodní	40,1±0,2 ^{cdB}	42,3±0,2 ^{bcB}	35,5±0,3 ^{eb}	37,5±0,2 ^{edB}	43,5±1,1 ^{bcB}	45,7±0,2 ^{abB}	49,1±3,1 ^{aA}	45,2±2,5 ^{abB}
	Pokles [%]	79,9	86,1	87,4	87,1	91,7	84,3	92,1	82,6
Tetric EvoCeram	Horní	31,9±2,4 ^{bcA}	40,2±2,9 ^{aA}	23,6±1,9 ^{dA}	28,7±2,5 ^{dcA}	29,1±2,2 ^{dcA}	37,9±4,9 ^{abA}	32,9±2,5 ^{bcA}	34,4±2,3 ^{abcA}
	Spodní	24,5±2,0 ^{cbB}	32,1±2,7 ^{ab}	20,2±1,4 ^{cb}	27,2±2,3 ^{abA}	25,3±2,1 ^{cbB}	28,9±3,2 ^{abB}	28,0±3,1 ^{abA}	25,6±2,8 ^{bb}
	Pokles [%]	76,7	79,8	85,7	94,5	86,9	76,4	85,2	74,5

Tab. 5. Vliv typu polymerační lampy na tvrdost kompozitních materiálů. Rozdílná malá písmena v řádcích a velká písmena ve sloupcích indikují signifikantní rozdíly. V závorkách jsou uvedeny hodnoty výkonu [mW/cm²]

3.3.3 Změny tvrdosti kompozitního materiálu po 24 hodinách

Pro sledování změn tvrdosti kompozitu po 24 hodinách od polymerace byly vybrány typické lampy charakterizující halogenové (Heliolux), LED-1 (BluePhase C8) a LED-2 (G-Light a Valo) polymerační lampy. Výsledky v **tab. 6** 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 povrch tělíska 10,4 KHN, pro spodní povrch tělíska 11,6 KHN. Podobné rozdíly platily i v případě LED-1 a LED-2 lamp. U typu BluePhase C8 pro kompozit Charisma vzrostla tvrdost horního povrchu o 13,3 KHN a dolního povrchu o 11,2 KHN. U LED-2 polymeračních lamp G-Light a Valo byl nárůst na horním povrchu 11,8 a 10,7 KHN, na spodním povrchu 11,5 a 12,2 KHN. Ze vzájemného srovnání jednotlivých lamp je patrný zajímavý fakt, že po této době se tvrdost kompozitního materiálu vyrovnala – na horním povrchu byla i po 24 hodinách signifikantně nejmenší tvrdost nalezena pouze pro lampu G-Light, na spodním povrchu signifikantní rozdíl mezi lampami již ale nalezen nebyl.

Pro kompozitní materiál Silorane činil nárůst u halogenové lampy Heliolux 7,8 KHN na horním povrchu a 7,9 KHN na spodním povrchu. U BluePhase C8 ze skupiny LED-1 narostly hodnoty tvrdosti na horním povrchu o 9,9 KHN a na spodním povrchu o 9,4 KHN. U LED-2 polymeračních lamp vzrostla tvrdost o 6,4 KHN na horním povrchu pro lampu G-Light a o 7,5 KHN pro dolní povrch. Nárůst 8,0 KHN na horním povrchu byl změřen pro lampu Valo. Tvrdost na spodním povrchu vzrostla o 9,5 KHN. Výsledkem těchto změn byla velmi vyrovnaná tvrdost na horním povrchu, kde nebyl zaznamenán signifikantní rozdíl mezi těmito lampami. Na spodním povrchu pak vynikaly obě LED-2 lampy se signifikantně nejvyšší tvrdostí a překvapivě nejmenší tvrdostí pro halogenovou lampu Heliolux.

U kompozitu Tetric a halogenové lampy Heliolux byl nárůst tvrdosti na horním povrchu tělíska 12,9 KHN a spodní 6,0 KHN. LED-1 polymerační lampa BluePhase C8 vykazovala nárůst tvrdosti u kompozitu Tetric 5,5 KHN pro horní povrch a 6,4 KHN

pro spodní povrch. Lamy G-Light a Valo ze skupiny LED-2 vykazovaly nárůst tvrdosti na horním povrchu o 8,6 a 10,4 KHN. Na spodním povrchu byl nárůst 7,8 a 8,8 KHN.

U tohoto kompozitního materiálu byly nejvyšší hodnoty tvrdosti dosaženy pro lampy Heliolux, G-Light a Valo, které byly na horním povrchu signifikantně, až o 11,9 KHN, vyšší než pro lampu BluePhase C8. Rovněž na spodním povrchu lze pozorovat významně vyšší tvrdost pro LED-2 lampy G-Light a Valo ve srovnání s lampami Heliolux a BluePhase C8.

Tvrdoost světlem aktivovaných kompozitních materiálů závisí na řadě proměnných faktorů. Především na celkovém obsahu plniv, typu použitých monomerů a rozsahu polymerace. Proto nelze z rozdílu tvrdosti usuzovat na rozdíly ve stupni polymerace různých materiálů, ale porovnávat vždy jeden typ kompozitního materiálu a jeho změny pro různé pracovní podmínky. V této práci byly vybrány tři typy kompozitních materiálů s různými typy fotoiniciátorů. V případě Charismy a Siloranu se jedná o karcinonové typy citlivé především na světlo v okolí 460 – 470 nm. Jak ukazují výsledky po 15 minutách od počátku polymerace, nejvyšší hodnoty polymerace dosahují lampy halogenové a LED-2, přičemž signifikantní rozdíly mezi nimi se po 24 hodinách zmenšují. Rovněž je zřejmé, že i přes výrazně rostoucí světelný výkon polymeračních lamp daného typu, se jejich účinnost blíží limitní hodnotě a spíše závisí na šířce emitovaného světla. Z hlediska biologických vlastností jsou zajímavé poklesy tvrdosti mezi horním – ozářeným a spodním – neozářeným povrchem. Snížení tvrdosti závisí na poklesu intenzity světla především v důsledku jeho absorpce a rozptylu na částicích kompozitního materiálu. Menší poklesy tvrdosti pro typ Charisma pak lze spatřovat v jeho světlejším odstínu A2 a dokonalejších optických vlastnostech, než u typu Silorane s tmavším odstínem A3 podobně jako u Tetricu s vyšší opacitou.

Kompozit	Povrch	Lampa			
		Halogenová	LED-1	LED-2	
		Heliolux	BluePhase C8	G-Light	Valo
Charisma	Horní	42,5±0,8 ^{aA}	38,4±3,4 ^{aA}	35,7±0,4 ^{bA}	43,2±4,4 ^{aA}
	Spodní	37,8±0,6 ^{aB}	38,2±4,5 ^{aA}	34,4±0,4 ^{aB}	41,2±3,3 ^{aA}
	Pokles [%]	88,8	99,4	96,3	95,4
Filtek Silorane	Horní	57,9±1,5 ^{aA}	57,3±3,0 ^{aA}	60,6±2,5 ^{aA}	62,7±4,5 ^{aA}
	Spodní	48,0±0,8 ^{bA}	52,9±4,1 ^{abA}	53,2±1,9 ^{abA}	54,7±3,2 ^{abB}
	Pokles [%]	82,9	92,4	87,7	87,3
Tetric EvoCeram	Horní	44,8±2,5 ^{aA}	34,6±2,5 ^{bA}	46,5±4,0 ^{aA}	44,8±4,0 ^{aA}
	Spodní	30,5±3,6 ^{bB}	31,7±3,1 ^{bA}	36,7±2,6 ^{abB}	34,4±3,6 ^{abB}
	Pokles [%]	68,1	91,6	78,8	76,7

Tab. 6. Vliv doby stárnutí kompozitního materiálu po 24 hodinách na povrchovou tvrdost. Rozdílná malá písmena v řádcích a velká písmena ve sloupcích indikují signifikantní rozdíly

3.3.4 Homogenita světla a homogenita vytvrzení kompozitního materiálu

Jednou z podmínek optimální polymerace kompozitních materiálů je minimalizace pnutí v důsledku nerovnoměrného vytvrzení. Na této vlastnosti se podílí především homogenita intenzity světla vycházejícího z ústí světlovodu. Jak vyplývá z prací Vandevallé a Arikawa [26, 27] u halogenových, LED-1 a plasma lamp může být vliv nehomogenity světla významným faktorem. Ještě výrazněji se tento problém může projevit u LED-2 lamp, u nichž, v důsledku větších rozměrů plošného diodového pole, může být obtížné je celé přesně umístit do středu odrazové plochy zrcadla a čočky lampy.

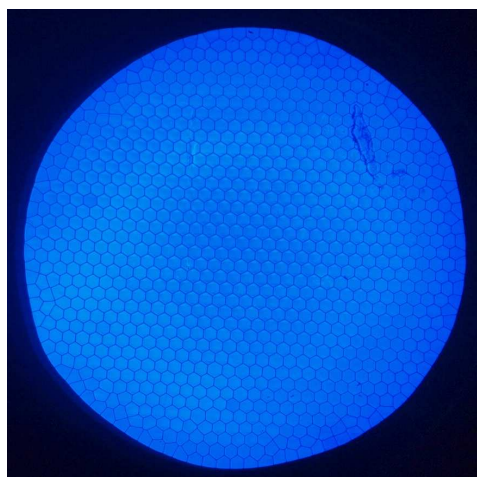
Heliolux

Jak je patrné z **obr. 21 a 22**, halogenová polymerační lampa Heliolux se širokým emisním spektrem produkuje na výstupu ze světlovodu jen mírně heterogenní světelné pole. Z počítačového zpracování obrazu je zřejmá zvýšená

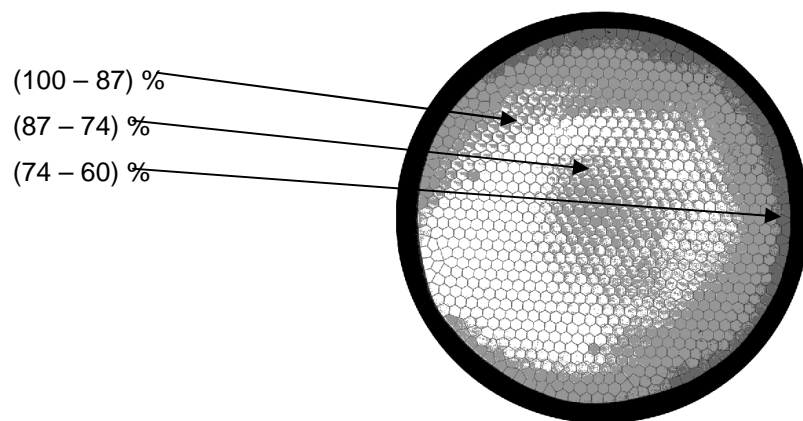
intenzita v okolí středu a v levé spodní čtvrtině světlovodu. Rozdíl mezi intenzitami však není větší než 26 % a pouze v těsné blízkosti okraje světlovodu klesá na 60 % maximální hodnoty. Příčinu dobré homogenity světla lze hledat v kvalitně propracované technologii výroby halogenových žárovek, kde malá spirála platinového vlákna je umístěna podélně v ose a v ohnisku velkého zrcadla.

Homogenita světla se projevuje i v homogenitě vytvrzení kompozitního materiálu. Změřené hodnoty tvrdosti u kompozitu Charisma ukazují, že maximální hodnoty tvrdosti leží v polymerovaném tělísku blízko středu ústí světlovodu a klesají až na samých okrajích horního ozářeného povrchu, stejně tak i u spodního povrchu zkušebních tělísek (**obr. 23**). Na **obr. 24** je statistické vyhodnocení výsledků, které ukázalo signifikantní pokles ve vytvrzení v levém horním a dolním segmentu oproti středu vzorku.

U kompozitu Tetric jsou nejvyšší hodnoty tvrdosti opět ve středu vzorku, ale jen v jeho blízkém okolí. Signifikantní rozdíly ve vytvrzení oproti středu byly nalezeny hlavně u spodního nepolymerovaného povrchu, a to v horním i dolním segmentu, zřejmě v důsledku nižšího světelného výkonu této lampy a jeho úbytku na dolním povrchu.



Obr. 21. Obrázek rozložení světelného pole lampy Heliolux

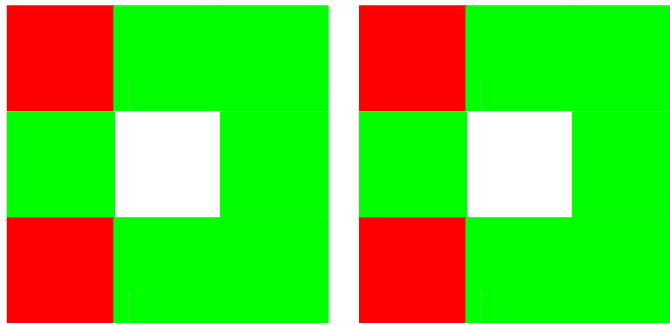


Obr. 22. Rozložení intenzity světla v ústí světlovodu po použití programu MatLab

			0,8602	0,8683	0,8696							0,8711	0,8593	0,8530				
			0,8616	0,8804	0,8992	0,8985	0,8656					0,8855	0,9206	0,9585	0,9315	0,8765		
		0,8656	0,8703	0,9247	0,9153	0,9126	0,9294	0,8750			0,8981	0,9360	0,9748	0,9675	1,0000	0,9405	0,9035	
0,8542	0,8763	0,9341	0,9516	0,9570	0,9839	0,9516	0,9059	0,8501		0,8954	0,9288	0,9675	0,9865	0,9948	0,9991	0,9928	0,9306	0,9035
0,8669	0,9153	0,9624	0,9469	0,9167	0,9301	0,9261	0,9261	0,8495		0,8936	0,9441	0,9874	0,9982	0,9621	0,9567	0,9585	0,9486	0,9134
0,8535	0,8958	0,9254	0,9543	1,0000	0,9872	0,9657	0,9120	0,8669		0,8900	0,9206	0,9450	0,9495	0,9829	0,9775	0,9567	0,9621	0,9143
		0,8858	0,8945	0,9039	0,9247	0,9153	0,9173	0,8777			0,8999	0,9333	0,9522	0,9766	0,9594	0,9603	0,9089	
			0,8508	0,8831	0,9167	0,9099	0,8696					0,8918	0,9188	0,9225	0,9270	0,8918		
			0,8663	0,8649	0,8703								0,8864	0,8747	0,8828			

Obr. 23. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Charisma lampy Heliolux (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu)

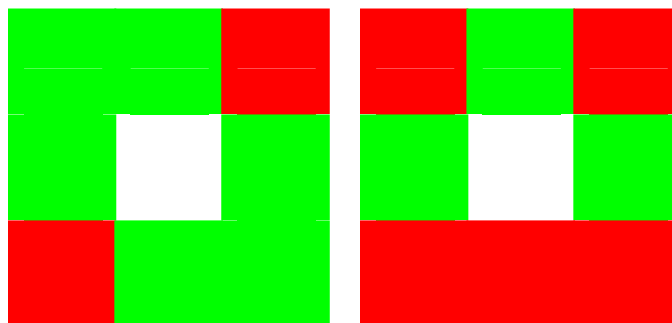
(100 – 90) %, (90 – 80) %



Obr. 24. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíska. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Charisma (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu, červená barva ukazuje signifikantní rozdíl tvrdosti oproti středu) pro lampu Heliolux

			0,7556	0,7525	0,7285							0,6847	0,6992	0,6952			
		0,8431	0,8633	0,8319	0,8204	0,812					0,7743	0,8092	0,8028	0,7464	0,7452		
	0,8605	0,8979	0,8786	0,8973	0,9178	0,879	0,8524			0,7510	0,7789	0,8191	0,8714	0,8598	0,8261	0,7650	
0,8272	0,9097	0,9521	0,9530	0,9293	0,9489	0,895	0,8390	0,8257	0,7440	0,7981	0,8796	0,9273	1,0000	0,9180	0,8354	0,8045	0,7673
0,8070	0,9284	1,0000	0,9801	0,9337	0,9788	0,983	0,9938	0,8278	0,7405	0,8226	0,9046	0,9191	0,9663	0,9319	0,8854	0,8237	0,7807
0,8101	0,8568	0,8752	0,9184	0,9122	0,9748	0,985	0,9278	0,8337	0,7324	0,8005	0,7987	0,8511	0,9081	0,9110	0,8220	0,8051	0,7336
	0,8328	0,9315	0,9517	0,9175	0,8758	0,876	0,8225			0,7411	0,8098	0,8389	0,8406	0,8150	0,7836	0,7347	
		0,8443	0,8484	0,8677	0,8823	0,865					0,7283	0,7813	0,7818	0,7359	0,7225		
			0,8247	0,8353	0,8163							0,7004	0,7016	0,7045			

Obr. 25. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Tetric lampy Heliolux (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu)
 (100 – 90) %, (90 – 80) %, (80 – 70) %



Obr. 26. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíška. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Tetric (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu, červená barva ukazuje signifikantní rozdíl tvrdosti oproti středu) pro lampu Heliolux

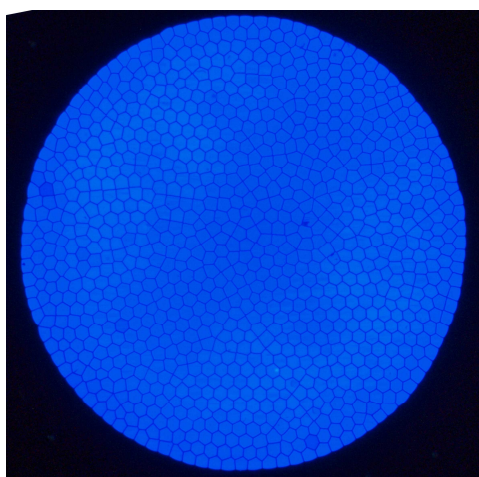
Translux

LED-1 polymerační lampa Translux, která je konstrukčně tvořena jednou diodou (**obr. 27**), produkuje v ústí světlovodu homogenní světelné pole s mírným asymetrickým poklesem, odhaleným počítačovou analýzou přibližně ve středu pole o (20 – 40) %. Homogenitu světelného pole potvrzují i relativní hodnoty tvrdosti pro kompozitní materiály Charisma a Tetric. Na horním ozářeném povrchu u Charismy klesá hodnota tvrdosti pouze v okrajových bodech a na spodním povrchu se pokles téměř neprojevil. Signifikantní rozdíl ve vytvrzení oproti středu byl nicméně nalezen v horním pravém a dolním levém segmentu ozářeného povrchu a dolním levém segmentu spodního neozářeného povrchu.

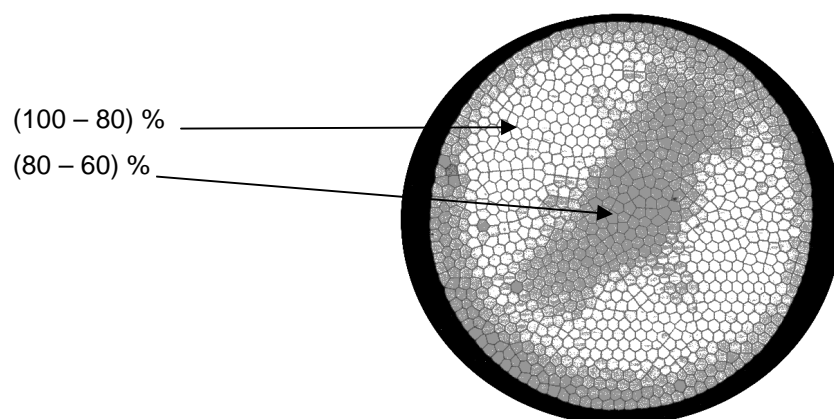
Podobná situace je i u kompozitu Tetric, kde byl ale pokles relativní tvrdosti v krajních bodech zaznamenán v hojnější míře oproti materiálu Charisma. Signifikantní rozdíly ve vytvrzení oproti středu vzorku byly pro horní povrch nalezeny v horních segmentech a pro spodní povrch v krajních horních i dolních segmentech.



Obr. 27. Diodové pole lampy Translux



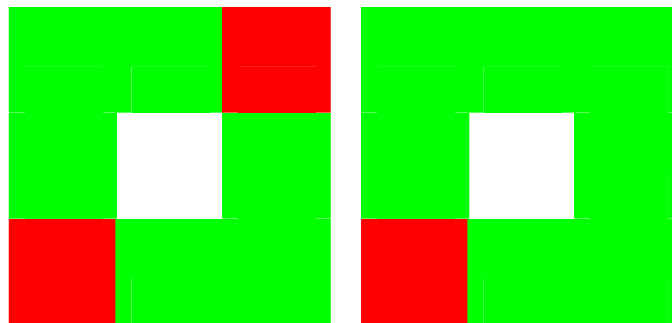
Obr. 28. Obraz rozložení světelného pole lampy Translux



Obr. 29. Rozložení intenzity světla v ústí světlovodu po použití programu MatLab

			0,8587	0,8340	0,8439							0,9175	0,9039	0,9101				
			0,8953	0,9407	0,9516	0,9259	0,8854					0,9206	0,9425	0,9592	0,9645	0,9070		
			0,8943	0,9417	0,9802	0,9862	0,9792	0,9496	0,8992			0,9310	0,9655	0,9822	1,0000	0,9770	0,9551	0,9206
0,8755	0,9358	0,9763	0,9812	0,9891	0,9723	0,9585	0,9111	0,8508		0,9300	0,9519	0,9739	0,9843	0,9927	0,9781	0,9791	0,9509	0,9122
0,8617	0,9447	0,9881	0,9634	0,9792	0,9733	0,9763	0,9585	0,8567		0,9122	0,9404	0,9582	0,9822	0,9498	0,9676	0,9770	0,9645	0,9216
0,8518	0,9180	0,9555	0,9832	0,9723	0,9713	0,9674	0,9397	0,8715		0,9112	0,9436	0,9781	0,9906	0,9718	0,9749	0,9707	0,9582	0,9300
			0,8913	0,9457	0,9763	0,9832	1,0000	0,9457	0,8814			0,9101	0,9321	0,9498	0,9687	0,9655	0,9478	0,9248
			0,8854	0,9200	0,9654	0,9496	0,8794					0,9289	0,9488	0,9561	0,9540	0,9258		
			0,8626	0,8864	0,8666								0,8840	0,9028	0,9122			

Obr. 30. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Charisma lampy Translux (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu) (100 – 90) %, (90 – 80) %

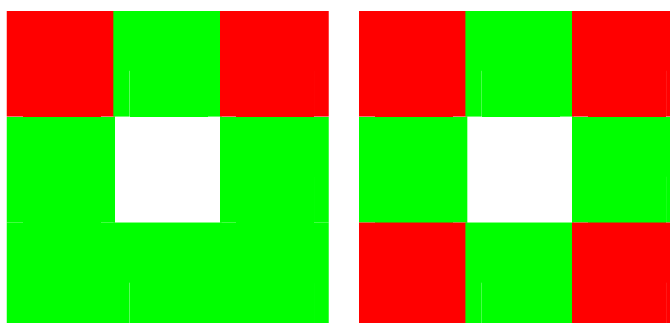


Obr. 31. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíska. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Charisma (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu, červená barva ukazuje signifikantní rozdíl tvrdosti oproti středu) pro lampu Translux

			0,7805	0,7805	0,7761							0,8324	0,8625	0,8560			
			0,7898	0,8347	0,8610	0,8456	0,8424					0,8771	0,8983	0,8950	0,9089	0,8950	
		0,8210	0,9584	0,9245	0,9206	0,9195	0,8604	0,8363			0,9504	0,9479	0,9536	0,9691	0,9675	0,9447	0,9121
0,8084	0,9102	0,9639	0,9584	0,9491	0,8675	0,8664	0,8336	0,8413	0,8918	0,9333	0,9496	0,9797	0,9699	0,9528	0,9455	0,9382	0,8755
0,8205	0,9392	0,9940	0,9677	1,0000	0,9776	0,9321	0,9195	0,8604	0,9121	0,9772	0,9976	0,9992	0,9959	0,9870	0,9618	0,9260	0,9015
0,7980	0,8960	0,9245	0,9392	0,9732	0,9852	0,9644	0,9529	0,8818	0,9024	0,9203	0,9650	0,9910	1,0000	0,9943	0,9634	0,9186	0,9015
		0,8862	0,9726	0,9808	0,9825	0,9037	0,9020	0,8632			0,8950	0,9203	0,9439	0,9406	0,9268	0,9081	0,8820
			0,9053	0,9502	0,9546	0,8982	0,8495				0,8820	0,9032	0,9097	0,8991	0,8853		
			0,8407	0,8232	0,8402							0,8666	0,8698	0,8714			

Obr. 32. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Tetric lampy Translux (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu)

(100 – 90) %, (90 – 80) %, (80 – 70) %



Obr. 33. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíska. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Tetric (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu, červená barva ukazuje signifikantní rozdíl tvrdosti oproti středu pro lampu Translux

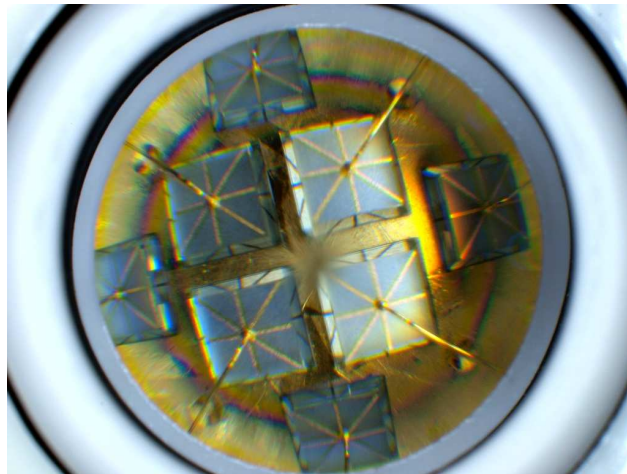
G-Light

LED-2 polymerační lampa G-Light, u níž je zdroj světla tvořen osmi kruhově rozmístěnými diodami, je nehomogenita světelného svazku vystupujícího ze světlovodu patrná na první pohled bez počítačového zpracování (**obr. 35**). Další měření ale ukázala, že heterogenita svazku se nemusí projevit i rozložením tvrdosti.

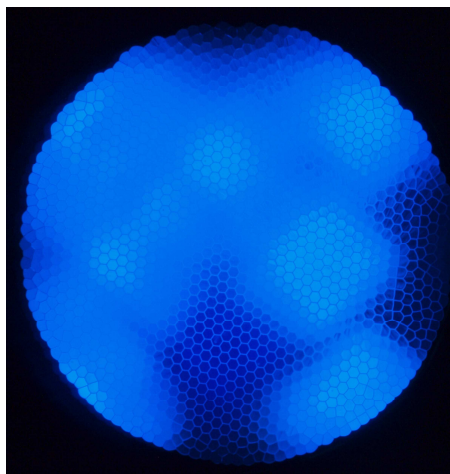
U kompozitního materiálu Charisma je zřejmé, že relativní tvrdost klesá překvapivě hlavně na okrajích vzorku, a to na horním ozářeném i spodním

neozářeném povrchu. To dokládá i porovnání vytvrzení jednotlivých segmentů vůči středu, kde signifikantní rozdíly byly nalezeny pouze na okrajích spodních segmentů.

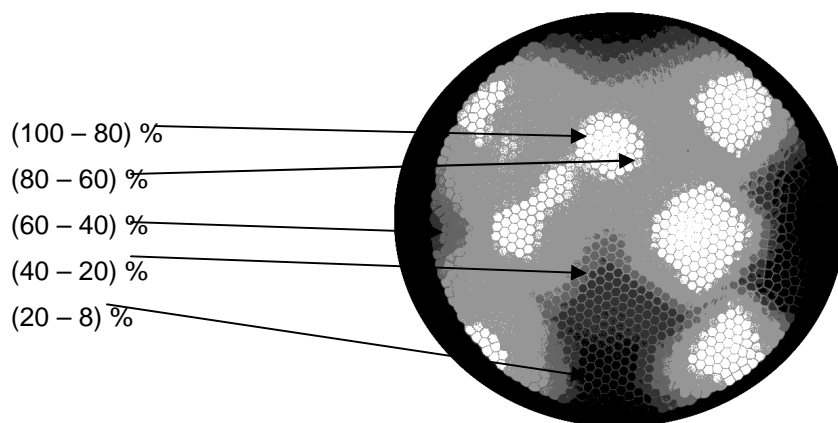
Zajímavější situace nastává u kompozitu Tetric. Zde nejvyšší intenzity leží právě v místech, kde je na **obr. 35 a 36** patrný snížený světelný výkon. Podrobnější analýza světelného pole odhalila v tomto místě krátkovlnné světlo emitované fialovou diodou. Lze se domnívat, že v tomto místě je skutečně snížena intenzita modrého světla, ale na takovou úroveň, která stále postačuje k dostatečnému vytvrzení kompozitu. Dodatečná aktivace lucirinového fotoiniciátoru, byť malou intenzitou fialového světla však významně přispívá k vytvrzení tohoto kompozitu právě v tomto místě. Potvrzuje to i statistické porovnání tvrdosti jednotlivých segmentů vůči středu, kde signifikantně vyšší tvrdost byla nalezena právě v dolních segmentech tělíska.



Obr. 34. Diodové pole lampy G-Light



Obr. 35. Obraz rozložení světelného pole lampy G-Light

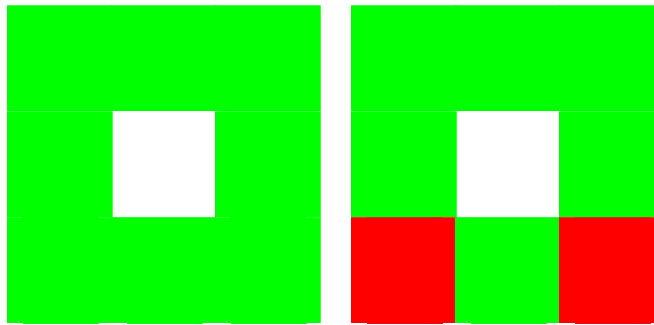


Obr. 36. Rozložení intenzity světla v ústí světlovodu po použití programu MatLab

			0,8961	0,8758	0,8727								0,9294	0,9355	0,9390				
			0,8930	0,9408	0,9338	0,9117	0,8883						0,9408	0,9477	0,9547	0,9617	0,9416		
			0,9141	0,9211	0,9633	0,9414	0,9500	0,9158	0,8938				0,9451	0,9634	0,9688	0,9861	0,9878	0,9695	0,9503
0,8883	0,9125	0,9391	0,9367	0,9445	0,9523	0,9547	0,9430	0,8914		0,9382	0,9582	0,9573	0,9669	0,9765	0,9713	0,9573	0,9373	0,9277	
0,9031	0,9336	0,9672	0,9547	0,9500	0,9469	0,8930	0,9711	0,9094		0,9443	0,9669	0,9843	0,9895	0,9904	1,0000	0,9688	0,9538	0,9225	
0,8852	0,9453	0,9680	0,9594	0,9641	1,0000	0,9492	0,9453	0,8992		0,9408	0,9617	0,9800	0,9765	0,9625	0,9756	0,9974	0,9721	0,9390	
			0,8898	0,9078	0,9398	0,9602	0,9408	0,9219	0,8922				0,9382	0,9503	0,9538	0,9582	0,9530	0,9477	0,9286
			0,8836	0,9297	0,9344	0,9367	0,9023							0,9207	0,9434	0,9451	0,9408	0,9286	
			0,8805	0,8977	0,8922										0,9382	0,9312	0,9303		

Obr. 37. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Charisma lampy G-Light (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu)

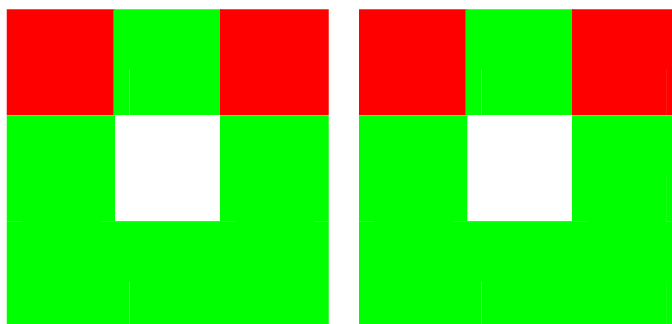
(100 - 90) %, (90 - 80) %



Obr. 38. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíska. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Charisma (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu, červená barva ukazuje signifikantní rozdíl tvrdosti oproti středu) pro lampu G-Light

			0,6418	0,6452	0,6478								0,7089	0,7029	0,7154			
			0,7007	0,7323	0,8038	0,7245	0,6597						0,7759	0,8719	0,8844	0,8679	0,8034	
			0,7856	0,7792	0,7662	0,7815	0,7990	0,7293	0,6847			0,7959	0,7954	0,7829	0,8044	0,8704	0,8699	0,8259
0,7975	0,8075	0,9229	0,8920	0,8604	0,8730	0,7967	0,7844	0,7383		0,8584	0,8639	0,8874	0,9675	0,9200	0,8724	0,8404	0,8199	0,7979
0,7908	0,8112	0,9777	0,9401	0,8485	0,9170	0,9054	0,8474	0,7781		0,7729	0,8444	0,8819	0,8849	0,9425	0,9415	1,0000	0,8849	0,7869
0,7200	0,7416	0,8358	0,8999	0,9710	0,9918	0,8418	0,7602	0,7029		0,7689	0,8529	0,9250	0,9160	0,9415	0,9205	0,9305	0,9175	0,8324
			0,8734	0,9743	0,9598	0,9758	1,0000	0,9322	0,7360			0,8064	0,9045	0,9005	0,9080	0,8959	0,9075	0,8404
			0,8202	0,9106	0,9233	0,9512	0,8395						0,8164	0,8924	0,8784	0,8809	0,8349	
			0,6705	0,7152	0,7695									0,7319	0,7679	0,7849		

Obr. 39. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Tetric lampy G-Light (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu)
 (100 – 90) %, (90 – 80) %, (80 – 70) %, (70 – 60) %

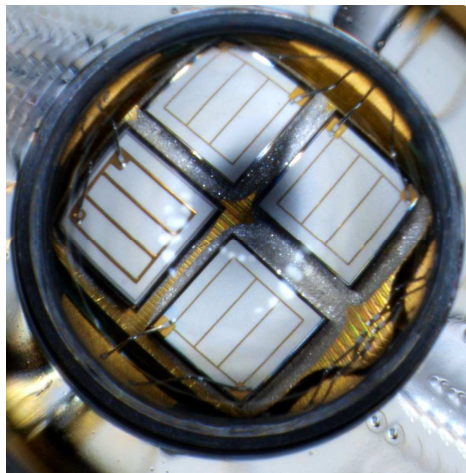


Obr. 40. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíška. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Tetric (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu, červená barva ukazuje signifikantní rozdíl tvrdosti oproti středu) pro lampu G-Light

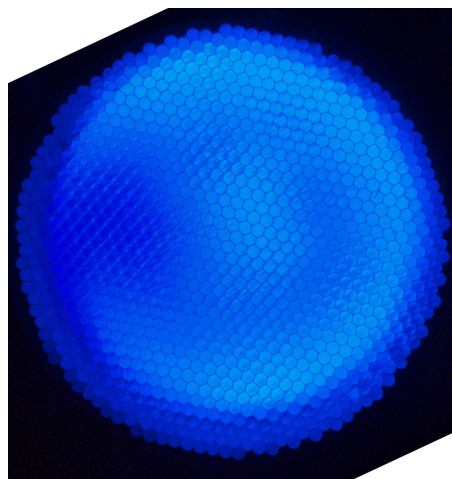
BluePhase G2

Diodová pole u LED-2 polymerační lampy BluePhase G2 jsou uspořádána v kvadrantech (**obr. 41**), přičemž pole umístěné zcela vlevo emituje fialové světlo, ostatní pak modré. Pole světelné intenzity i v tomto případě vykazuje známky nehomogenity (**obr. 42**), které je ještě výraznější po počítačovém zpracování. Stejně jako u typu G-Light je však oblast s nižším světelným výkonem místem, kde emituje krátkovlnné světlo fialová dioda.

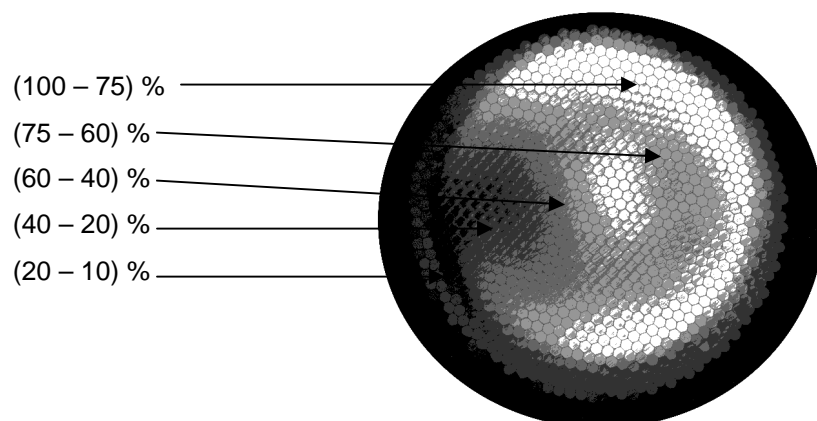
Hodnoty relativní tvrdosti pro oba kompozitní materiály vykazovaly pokles pouze v krajních bodech horních i spodních povrchů. Signifikantní rozdíly v tvrdosti segmentů vůči středu byly nalezeny jen u kompozitu Charisma. Jednoznačně určit příčinu je obtížné, ale lze předpokládat, že se na ní podílí jak vyšší světelný výkon ve fialové oblasti (**obr. 19**), tak i vyšší výkon v modré oblasti oproti typu G-Light a zejména její posun ke kratším vlnovým délkám. Za těchto okolností by mohlo být u obou materiálů dosaženo limitního vytvrzení již vlivem modrého světla.



Obr. 41. Diodové pole lampy BluePhase G2



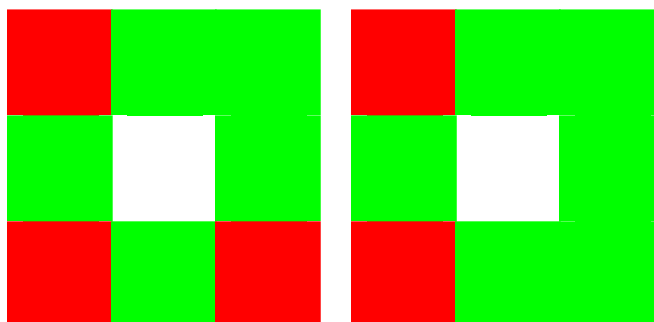
Obr. 42. Obraz rozložení světelného pole lampy BluePhase G2



Obr. 43. Rozložení intenzity světla v ústí světlovodu po použití programu MatLab

			0,8760	0,8482	0,8464							0,9052	0,9294	0,9115				
			0,8823	0,9488	0,9524	0,9380	0,8985					0,9178	0,9410	0,9694	0,9728	0,9368		
			0,9128	0,9578	0,9730	0,9838	0,9820	0,9775	0,9128			0,9241	0,9547	0,9600	0,9758	0,9884	0,9779	0,9463
0,9012	0,9461	0,9578	0,9919	0,9901	0,9847	0,9775	0,9470	0,9102		0,9252	0,9610	0,9494	0,9621	0,9694	0,9728	0,9779	0,9505	0,8883
0,8958	0,9362	0,9757	0,9955	0,9892	0,9784	0,9856	0,9748	0,9057		0,9041	0,9420	0,9673	0,9779	0,9631	0,9747	0,9842	0,9631	0,9125
0,8985	0,9238	0,9802	1,0000	0,9892	0,9991	0,9856	0,9605	0,9102		0,9073	0,9357	0,9410	0,9673	0,9821	1,0000	0,9747	0,9528	0,9104
			0,9030	0,9407	0,9380	0,9416	0,9461	0,9119	0,8868			0,9115	0,9484	0,9631	0,9810	0,9642	0,9452	0,9094
			0,8778	0,9084	0,9218	0,9254	0,9066					0,9031	0,9315	0,9621	0,9810	0,9199		
			0,8616	0,8679	0,8598								0,8999	0,8894	0,9220			

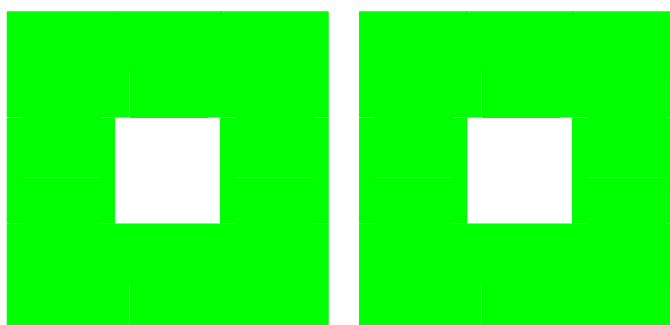
Obr. 44. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Charisma lampy BluePhase G2 (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu) (100 – 90) %, (90 – 80) %



Obr. 45. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíška. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Charisma (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu, červená barva ukazuje signifikantní rozdíl tvrdosti oproti středu) pro lampu BluePhase G2

			0,8917	0,9144	0,8931							0,9156	0,9022	0,8667				
		0,9348	0,9296	0,9570	0,9877	0,9385						0,9096	0,9129	0,8835	0,8955	0,8808		
	0,9173	0,9277	0,9494	0,9669	0,9130	0,9064	0,9021				0,9035	0,9277	1,0000	0,9518	0,9632	0,9498	0,9089	
0,9352	0,9730	0,9811	1,0000	0,9660	0,9641	0,9376	0,9418	0,9206		0,8982	0,9283	0,9652	0,9035	0,9940	0,9444	0,9658	0,9136	0,8875
0,9102	0,9466	0,9541	0,9579	0,9338	0,9418	0,9125	0,9395	0,9220		0,9210	0,9518	0,9384	0,9578	0,9511	0,9786	0,9498	0,9290	0,8908
0,8969	0,8889	0,9116	0,9693	0,9499	0,9735	0,9976	0,9650	0,9404		0,9022	0,9337	0,9417	0,9397	0,9102	0,8982	0,9404	0,9484	0,8814
	0,9135	0,9574	0,9664	0,9556	0,9480	0,9593	0,9537				0,9062	0,9504	0,8627	0,9444	0,8995	0,8855	0,8681	
		0,9466	0,9343	0,9612	0,9702	0,9527						0,9250	0,9243	0,9022	0,9183	0,8855		
			0,9518	0,9773	0,9716								0,8634	0,8647	0,8707			

Obr. 46. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Tetric lampy BluePhase G2 (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu)
(100 – 90) %, (90 – 80) %



Obr. 47. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíska. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Tetric (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu) pro lampu BluePhase G2

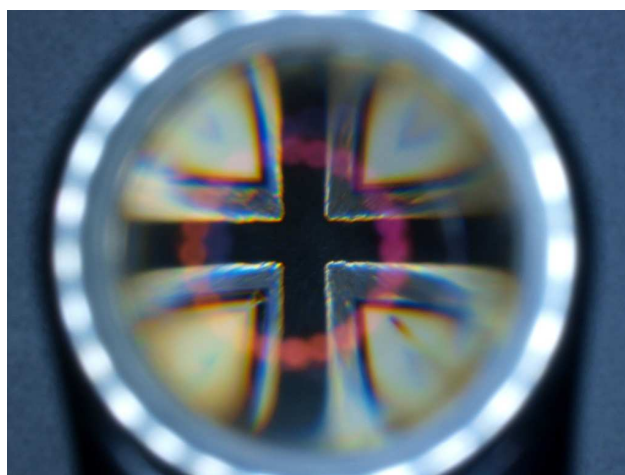
Valo

LED-2 polymerační lampa Valo jako jediná nedisponovala klasickým světlovodem, nýbrž mírně vypouklou čočkou, což mimo jiné znemožňovalo zachycení světelného pole tak, jako u předchozích typů. U lamp se světlovodem bylo ostřeno na jeho výstup; v případě Valo bylo ostřeno na obraz diod zvětšený čočkou ze vzdálenosti několika centimetrů. To neodpovídá práci s lampou, která je přiložena nanejvýše jen několik milimetrů od plochy vytvrzovaného kompozitního materiálu. Umístění fialové diody v pravém spodním segmentu je patrné z **obr. 49** a **50**.

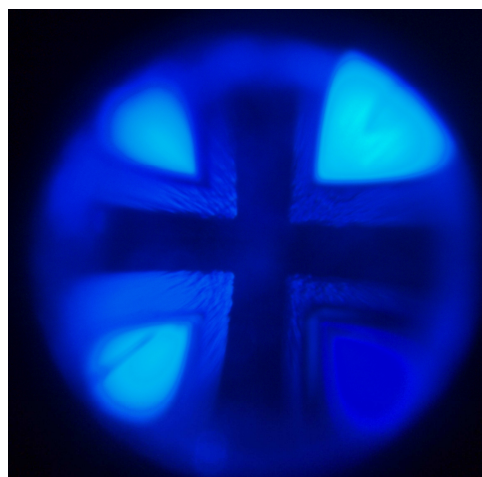
Zhodnocení homogenity světelného svazku na výstupu ze světlovodu počítačovou analýzou nebylo možné (**obr. 50**).

Hodnoty relativní tvrdosti opět u obou kompozitů klesaly jen v krajních bodech a signifikantní rozdíly vytvrzení segmentů vůči středu byly nalezeny jen u kompozitního materiálu Tetric.

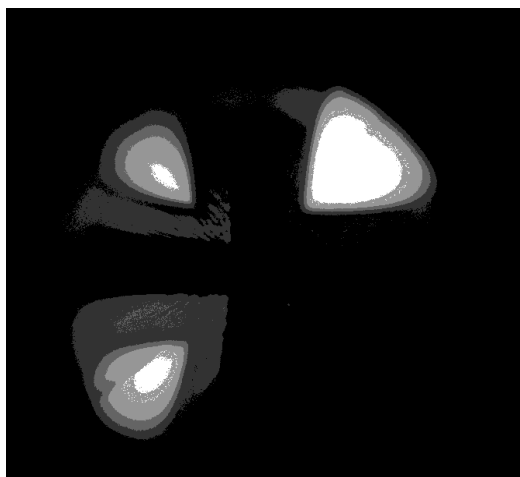
Optický systém polymerační lampy Valo zřejmě umožňuje homogenní vytvrzení obou kompozitních materiálů.



Obr. 48. Diodové pole lampy Valo



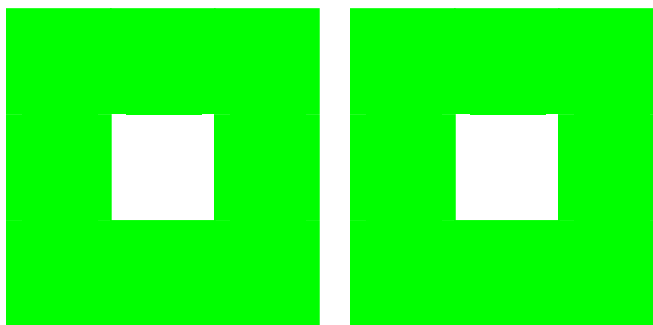
Obr. 49. Obrázek rozložení světelného pole lampy Valo



Obr. 50. Rozložení intenzity světla v ústí světlovodu po použití programu MatLab

			0,9122	0,8913	0,8913							0,8824	0,9148	0,9122				
			0,9094	0,9387	0,9240	0,9345	0,8927					0,9363	0,9388	0,9613	0,9404	0,9307		
			0,9080	0,9115	0,9324	0,9707	0,9477	0,9282	0,8941			0,9347	0,9541	0,9654	0,9847	0,9500	0,9259	0,9291
0,8941	0,9359	0,9668	0,9847	0,9568	0,9512	0,9296	0,9220	0,8808		0,9436	0,9331	0,9621	0,9968	1,0000	0,9823	0,9766	0,9452	0,9355
0,9220	0,9554	0,9882	1,0000	0,9749	0,9268	0,9206	0,9261	0,8976		0,9154	0,9315	0,9444	0,9645	0,9670	0,9742	0,9331	0,9210	0,9073
0,9115	0,9345	0,9394	0,8376	0,9777	0,9449	0,9185	0,9171	0,8885		0,9202	0,9460	0,9694	0,9895	0,9605	0,9492	0,9702	0,9525	0,9371
			0,9073	0,9289	0,9289	0,9338	0,9449	0,9108	0,9066			0,9428	0,9758	1,0000	0,9645	0,9371	0,9404	0,9291
			0,8962	0,9115	0,9199	0,9094	0,9024					0,9323	0,9541	0,9831	0,9790	0,9492		
			0,8767	0,8787	0,8829								0,9388	0,9275	0,9371			

Obr. 51. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Charisma lampy Valo (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu)
 (100 – 90) %, (90 – 80) %

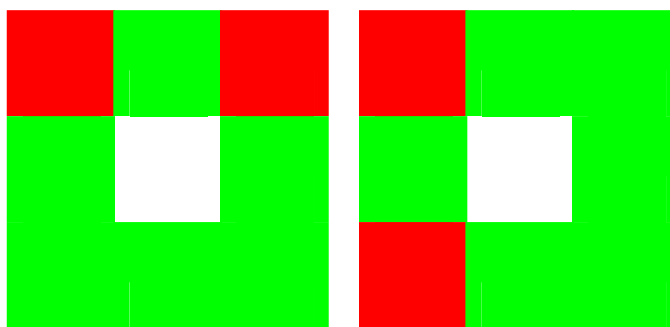


Obr. 52. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíška. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Charisma (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu) pro lampu Valo

			0,8403	0,8573	0,8395							0,8556	0,8472	0,8482			
		0,8972	0,9164	0,9537	0,9258	0,8825						0,8477	0,8817	0,9019	0,8876	0,8709	
	0,8863	0,8998	0,9450	0,9318	0,9574	0,9220	0,8606				0,8842	0,9152	0,9059	0,9330	0,9803	0,9133	0,9281
0,9028	0,9382	0,9424	0,9303	0,9695	0,9770	0,9548	0,9510	0,8554	0,8679	0,8896	0,9162	0,9236	0,9512	0,9276	0,9714	0,9414	0,9197
0,9311	0,9642	0,9808	0,9751	0,9363	0,9375	0,9740	0,9748	0,9202	0,8630	0,9093	0,9616	0,9369	1,0000	0,9310	0,9192	0,9645	0,9364
0,9073	0,9638	0,9529	0,9518	0,9793	1,0000	0,9763	0,9714	0,9205	0,8773	0,8664	0,9138	0,9685	0,9783	0,9576	0,9374	0,9330	0,9330
	0,9397	0,9416	0,9503	0,9582	0,9597	0,9695	0,9224			0,8689	0,9128	0,9576	0,9650	0,9113	0,9216	0,9335	
		0,9469	0,9352	0,9778	0,9458	0,9288					0,8935	0,9049	0,9182	0,9142	0,8985		
			0,9484	0,9574	0,9495							0,8832	0,8847	0,8556			

Obr. 53. Pole rozložení relativní tvrdosti kompozitu Tetric lampy Valo (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu)

(100 – 90) %, (90 – 80) %



Obr. 54. Výsledky statistického srovnání tvrdosti jednotlivých segmentů v ploše polymerovaného tělíška. Rozdíl vytvrzení mezi segmenty kompozitu Tetric (vlevo horní a vpravo dolní povrch zrcadlově převrácen tak, aby odpovídal hornímu, červená barva ukazuje signifikantní rozdíl tvrdosti oproti středu) pro lampu Valo

Jako optimální homogenita vytvrzení kompozitního materiálu se jeví intenzita světla, která je stejná v každém bodě světlovodu. V literatuře Vandewalle [26] se hovoří o tzv. „Top Hat Factoru“, který by se měl ideálně blížit $THF=1$, tedy podmínkám, kdy v celé ploše světlovodu vymezeném jeho okraji je intenzita světla v každém bodě stejná. U běžně používaných lamp však THF dosahuje podle typu světlovodu hodnot 0,610-0,785, které se blíží spíše gaussovskému rozdělení intenzity $THF=0,5$ s maximální intenzitou ve středu světlovodu. Jak ukazují naše výsledky, světelné pole řady použitých lamp má k symetrickému rozložení intenzity světla, ať již gaussovského typu nebo s $THF=1$, daleko. Nicméně u některých typů lamp rozdíly v homogenitě intenzity nejsou velké. Výsledkem nehomogenity světelného svazku je nerovnoměrné vytvrzení kompozitního materiálu. K jeho charakterizaci použil Arikawa [27] relativní rozdíl mezi největší a nejmenší tvrdostí, vztažený k maximální tvrdosti nalezené v ploše tělíška. V tomto případě může ale náhodný výsledek výrazně ovlivnit hodnocení homogenity vytvrzení. Kromě toho pro hodnocení homogenity vytvrzení má stejnou váhu bod v jakémkoliv místě ozářené plochy, tedy i na okraji tělíška, kde je jeho vliv pro klinickou praxi téměř bezvýznamný.

V této práci byl proto použit jiný přístup. Spočíval v tom, že proměřovaná plocha kompozitu se rozdělí na několik segmentů o velikosti 2 x 2 mm, vždy s několika měřenými body. Statisticky se hodnotí rozdíl průměrů okrajových segmentů oproti středovému segmentu obdobných rozměrů. Lze předpokládat, že tento postup je především méně náchylný k vlivu náhodných chyb. Provedená měření jasně ukazují, že na homogenitu vytvrzení kompozitního materiálu má vliv typ polymerační lampy, geometrické uspořádání světelného zdroje v případě LED lamp, vlnová délka

a intenzita světla emitovaná různými diodami u LED-2 typů. Významným faktorem je i typ fotoiniciátoru použitého v kompozitním materiálu. S ohledem na proměnlivost řady těchto faktorů u lamp a u kompozitních materiálů různých výrobců však nelze formulovat jednoznačné pravidlo týkající se výběru optimální kombinace lampa – kompozitní materiál. Výhodným se však jeví multispektrální více diodová lampa s kompaktním uspořádáním diodových polí na malé ploše a s celkovým světelným výkonem okolo 1000 mW/cm².

4. Závěr

Výsledky práce ukazují, že:

1. Výkon polymeračních lamp ne vždy odpovídá požadavkům technických norem. Stejně tak rozsah vlnových délek emitovaného světla neodpovídá ve všech případech údajům výrobce, což může snižovat stupeň polymerace kompozitních materiálů.
2. U výkonných halogenových a LED polymeračních lamp by neměla být prodlužována výrobcem doporučená doba polymerace, a to z důvodu ochrany pulpy před přílišným zahříváním.
3. Pro polymeraci dimetakrylátových a epoxidových kompozitních materiálů jsou nejvhodnější halogenové a multispektrální LED polymerační lampy, které mají oproti klasickým LED lampám širší emisní spektrum a tím zasahují i do oblasti absorpce nekafrchinonových fotoiniciačních systémů.
4. Jak naznačují výsledky nalezené u kompozitního materiálu Tetric, ke kvalitnímu vytvrzení materiálů s fotoiniciátory typu Lucirin TPO, aktivovanými světlem kratších vlnových délek, výrazně napomáhá u LED polymeračních lamp přítomnost diod emitujících krátkovlnné „fialové světlo“ v oblasti 400 nm.
5. Homogenita světla na výstupu ústí světlovodu není u většiny lamp zcela zaručena. Ale dopad na vytvrzení kompozitního materiálu je u řady sledovaných lamp jen v okrajových částech polymerované plochy.

5. Literatura

1. Bowen, R.L., *Dental filling material comprising vinyl silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bis phenol and glycidyl acrylate*. U S Pat, 1962(3): p. 66, 122.
2. Anusavice, K.J., *Phillip's Science of Dental Materials 11th edition*. 2003: Saunders comp.
3. Stansbury, J.W., *Curing dental resins and composites by photopolymerization*. J Esthet Dent, 2000. **12**(6): p. 300-8.
4. J. Jakubiak, X.A., J. P. Fouassier, A. Sionkowska, E. Andrzejewska, L. Å. Linden and J. F. Rabek, *Camphorquinone–amines photoinitiating systems for the initiation of free radical polymerization* Polymer, 2003. **44**(18): p. 5219-5226
5. Taira, M., et al., *Analysis of photo-initiators in visible-light-cured dental composite resins*. J Dent Res, 1988. **67**(1): p. 24-8.
6. Alvim, H.H., et al., *Analysis of camphorquinone in composite resins as a function of shade*. Dent Mater, 2007. **23**(10): p. 1245-9.
7. Asmussen, E. and A. Peutzfeldt, *Polymerization contraction of resin composite vs. energy and power density of light-cure*. Eur J Oral Sci, 2005. **113**(5): p. 417-21.
8. Shin, D.H. and H.R. Rawls, *Degree of conversion and color stability of the light curing resin with new photoinitiator systems*. Dent Mater, 2009. **25**(8): p. 1030-8.
9. Brackett, M.G., et al., *The effect of light curing source on the residual yellowing of resin composites*. Oper Dent, 2007. **32**(5): p. 443-50.
10. Moszner, N., U. Salz, and J. Zimmermann, *Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review*. Dent Mater, 2005. **21**(10): p. 895-910.
11. Tay, F.R., et al., *Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives*. J Adhes Dent, 2001. **3**(3): p. 207-25.
12. Suh, B.I., et al., *Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers*. J Adhes Dent, 2003. **5**(4): p. 267-82.
13. Tay, F.R., et al., *Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive*. J Adhes Dent, 2003. **5**(1): p. 27-40.
14. Emami, N. and K.J. Soderholm, *Influence of light-curing procedures and photoinitiator/co-initiator composition on the degree of conversion of light-curing resins*. J Mater Sci Mater Med, 2005. **16**(1): p. 47-52.
15. Porto, I.C., et al., *Influence of the photoinitiator system and light photoactivation units on the degree of conversion of dental composites*. Braz Oral Res, 2010. **24**(4): p. 475-81.
16. Neumann, M.G., et al., *Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units*. J Dent, 2005. **33**(6): p. 525-32.
17. Ikemura, K., et al., *UV-VIS spectra and photoinitiation behaviors of acylphosphine oxide and bisacylphosphine oxide derivatives in unfilled, light-cured dental resins*. Dent Mater J, 2008. **27**(6): p. 765-74.
18. ISO, Č.E., *Stomatologie – Aktivní aktivátory polymerace – část 1: Křemenné a halogenové světelné zdroje*. 2006. **10650-1**.

19. ISO, Č.E., *Stomatologie – Aktivní aktivátory polymerace – část 2: Diodové (LED) světelné zdroje*. 2008. **10650-2**.
20. Ferracane, J.L., et al., *Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure*. J Dent Res, 1997. **76**(8): p. 1508-16.
21. Sideridou, I.D. and D.S. Achilias, *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): p. 617-26.
22. Michelsen, V.B., et al., *Identification of organic eluates from four polymer-based dental filling materials*. Eur J Oral Sci, 2003. **111**(3): p. 263-71.
23. Lieu, C., T.M. Nguyen, and L. Payant, *In vitro comparison of peak polymerization temperatures of 5 provisional restoration resins*. J Can Dent Assoc, 2001. **67**(1): p. 36-9.
24. Knezevic, A., et al., *Influence of light intensity from different curing units upon composite temperature rise*. J Oral Rehabil, 2005. **32**(5): p. 362-7.
25. Brandt, W.C., et al., *Effect of different photo-initiators and light curing units on degree of conversion of composites*. Braz Oral Res, 2010. **24**(3): p. 263-70.
26. Vandewalle, K.S., H.W. Roberts, and F.A. Rueggeberg, *Power distribution across the face of different light guides and its effect on composite surface microhardness*. J Esthet Restor Dent, 2008. **20**(2): p. 108-17; discussion 118.
27. Arikawa, H., et al., *Effect of inhomogeneity of light from light curing units on the surface hardness of composite resin*. Dent Mater J, 2008. **27**(1): p. 21-8.
28. Althoff, O. and M. Hartung, *Advances in light curing*. Am J Dent, 2000. **13**(Spec No): p. 77D-81D.
29. Stahl, F., et al., *Light-emitting diode (LED) polymerisation of dental composites: flexural properties and polymerisation potential*. Biomaterials, 2000. **21**(13): p. 1379-85.
30. Rueggeberg, F.A., Twiggs, S.W., Caughman, W.F., Khajotia, S., *Lifetime intensity profiles of 11 light-curing units*. J Dent Res, 1996. **75**: p. 380.
31. Powers, J.M., Sakaguchi, R.L., *Craig's restorative dental materials*. Mosby, 2006: p. 207.
32. Dunn, W.J. and A.C. Bush, *A comparison of polymerization by light-emitting diode and halogen-based light-curing units*. J Am Dent Assoc, 2002. **133**(3): p. 335-41.
33. Price, R.B., C.A. Felix, and P. Andreou, *Knoop hardness of ten resin composites irradiated with high-power LED and quartz-tungsten-halogen lights*. Biomaterials, 2005. **26**(15): p. 2631-41.
34. 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): p. 729-38.
35. Rueggeberg, F.A. and R.G. Craig, *Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite*. J Dent Res, 1988. **67**(6): p. 932-7.
36. Watts, D.C. and A. al Hindi, *Intrinsic 'soft-start' polymerisation shrinkage-kinetics in an acrylate-based resin-composite*. Dent Mater, 1999. **15**(1): p. 39-45.
37. Weinmann, W., C. Thalacker, and R. Guggenberger, *Siloranés in dental composites*. Dent Mater, 2005. **21**(1): p. 68-74.
38. Bradna, P., Comba, L., Froněk, J., Houšová, D., *Kam směřuje vývoj polymeračních lamp? Čes. Stomat.*, 2010. **110**(3): p. 61-68.

39. AG, I.V., *Tetric EvoCeram brochure*. 2010.
40. Froněk, J., *Pražské dentální dny a Studentská vědecká konference*. 2009.
41. ISO, Č.E., *Stomatologie - Rekonstrukční polymerní materiály*. 2009. **4049**.
42. Rueggeberg, F.A. and D.H. Margeson, *The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system*. *J Dent Res*, 1990. **69**(10): p. 1652-8.
43. conVERTER, W. *Web conVERTER*. 2011; Available from: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrдост-knoop.htm>.
44. UK, Ú.I.b.L., *Návod na obsluhu laboratorního zkušebního zařízení NL 01*.

6. Přílohy

6.1 Prezentování výsledků

- Srovnání účinnosti halogenových a LED dentálních polymeračních lamp – 9. Studentská vědecká konference (SVK) 1. LF UK 2008 (2. místo v sekci nelékařské – ošetřovatelské)
- Hodnocení vlivu polymeračních lamp na kvalitu vytvrzení kompozitních materiálů – Pražské dentální dny (PDD) 2008
- Spolehlivost měření světelného výkonu polymeračních lamp ručními radiometry – 10. SVK 1. LF UK 2009
- Curing of epoxy- and dimethacrylate-based composite materials using different polymerization lamps – International Association for Dental Research 2009 v Mnichově



Hodnocení vlivu polymeračních lamp na kvalitu vytvrzení kompozitních materiálů

Jan FRONĚK¹⁾, Pavel BRADNA²⁾

¹⁾Student 3. ročníku oboru zdravotnická technika, 1. lékařská fakulta UK v Praze, ²⁾Výzkumný ústav stomatologický - 1. lékařská fakulta UK a Všeobecná fakultní nemocnice v Praze

Současné kompozitní materiály mohou obsahovat nejenom různé typy fotoiniciátorů, ale i monomery s výrazně odlišným mechanismem polymerace. K jejich polymeraci se používají polymerační lampy s různými zdroji světla, výkonem a šířkou emisního spektra, nezaručující vždy optimální polymeraci a vlastnosti vytvrzeného kompozitu.

Cíl: Porovnat účinnost několika typů polymeračních lamp při vytvrzování kompozitních materiálů odlišného mechanismu polymerace.

Materiály a metodika

Kompozitní materiály

Charisma (A2, ^{Heraeus-Kulzer}) - mikrohybridní kompozit **dimetakrylátového** typu tuhnoucí **radikálovou polymerací** iniciovanou klasickým systémem kafrcinon-amin.

Filtek Silorane (A3, ^{3M-ESPE}) - nízkosmršitelný **epoxidový** kompozit tuhnoucí **kationtovou polymerací** iniciovanou tříšložkovým systémem kafrcinon-amin-jodoniová sůl.

Polymerační lampy

Halogenové (emise v rozsahu 400-500 nm):

Heliolux DXL 1 (750*/930** mW/cm², Ivoclar-Vivadent)

Megalux (>1000*/2000** mW/cm², Mega Physik)

LED 1 - úzké emisní spektrum (440-490 nm):

DioPower (1400*/<400** mW/cm², ^{CMS Dental})

Translux Power Blue (1000*/530** mW/cm², ^{Heraeus-Kulzer})

BluePhase C8 (800*/890** mW/cm², ^{Ivoclar-Vivadent})

LED 2 - lampy se širším emisním spektrem (380-550 nm):

G-Light (1200*/910** mW/cm², ^{GC})

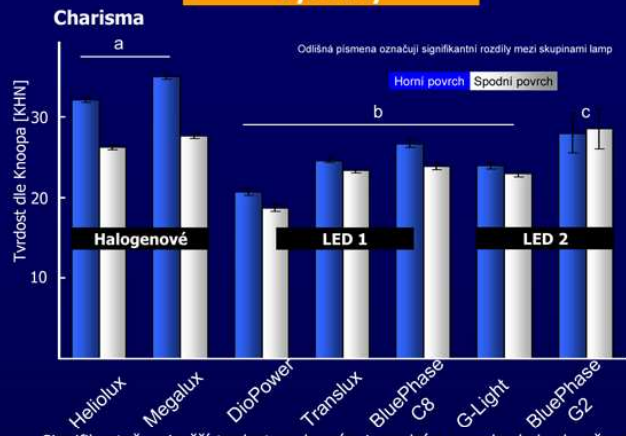
BluePhase G2 (1200*/1040** mW/cm², ^{Ivoclar-Vivadent})

Měření tvrdosti dle Knoop

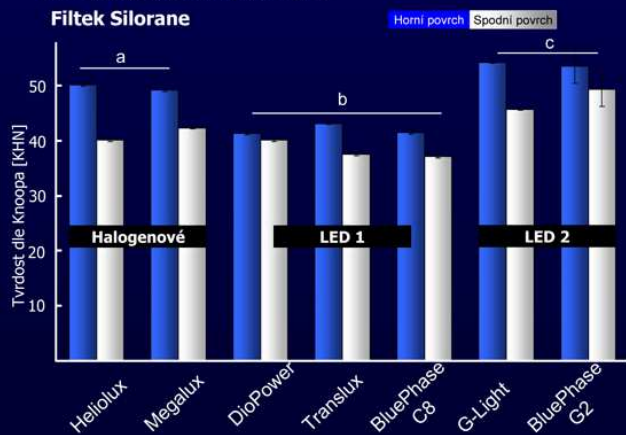
Rozsah vytvrzení byl charakterizován měřením (n=3) **tvrdosti horní (ozářené) a spodní strany** tělísek tloušťky 2 mm polymerovaných po dobu 20 sekund. Měření byla uskutečněna 15 minut po ukončení polymerace.

*údaj výrobce/**naměřená hodnota (kalibrovaný radiometr EVT/Preciosa EVT a BluePhase Meter/Ivoclar-Vivadent).

Výsledky



Signifikantně nejvyšší tvrdost na horním i spodním povrchu byla dosažena s halogenovými lampami a LED 2 lampou BluePhase G2 (Anova, $\alpha=0,05$). Větší rozdíly na horním povrchu pro halogenové lampy mohou být důsledkem jejich větší tepelné emise.



Nejvyšší tvrdost obou povrchů byla nalezena pro LED 2 a halogenové lampy a výrazně přesahovala tvrdost typického mikrohybridního kompozitu.

Závěr

Vytvrzení kompozitních materiálů **běžnými LED lampami nemusí dosahovat úrovně**, jako při polymeraci výkonnými halogenovými lampami. Perspektivní se však jeví LED lampy s širším emisním spektrem, které dobře vyhovují i pro polymeraci epoxidového kompozitu.

S podporou Rozvojového programu MŠMT 237601/2008



Curing of epoxy- and dimethacrylate-based composite materials using different polymerization lamps



Bradna P., Froněk J., Comba L., Housova D.

Institute of Dental Research, 1.st Faculty of Medicine of the Charles University and General University Hospital Testing Laboratory for Dental Materials No. 1250, Prague, Czech Republic

Objectives

To compare efficacy of QTH and LED polymerization lamps in curing dimethacrylate- and low-shrinkage epoxy-based composite materials.

Materials

Light-curing microhybrid restorative composite materials:

a) Dimethacrylate-based polymerized by the *free radical mechanism*

Charisma (A2, Heraeus-Kulzer) with camphorquinone/amine photoinitiator system.

TetricEvoCeram (XL, Ivoclar-Vivadent) with camphorquinone/monoacylphosphine oxide/amine system.

b) Epoxy-based polymerized by *cationic ring opening mechanism*

Filtek Silorane (A3, 3M-ESPE) - low-shrinkage composite material with camphorquinone/iodonium salt/amine system.

Polymerization lamps

QTH:

Heliolux DXL 1 (650 mW/cm², Ivoclar-Vivadent)

Megalux (1160 mW/cm², Mega Physik)

LED 1: a single-peak wavelength emission:

DioPower (370 mW/cm², CMS Dental)

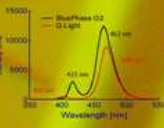
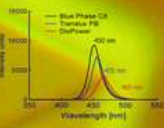
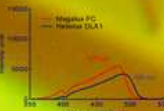
Translux Power Blue (740 mW/cm², Heraeus-Kulzer)

BluePhase C8 (960 mW/cm², Ivoclar-Vivadent)

LED 2: a dual-peak wavelength emission:

G-Light (1100 mW/cm², GC)

BluePhase G2 (1210 mW/cm², Ivoclar-Vivadent)



Methods

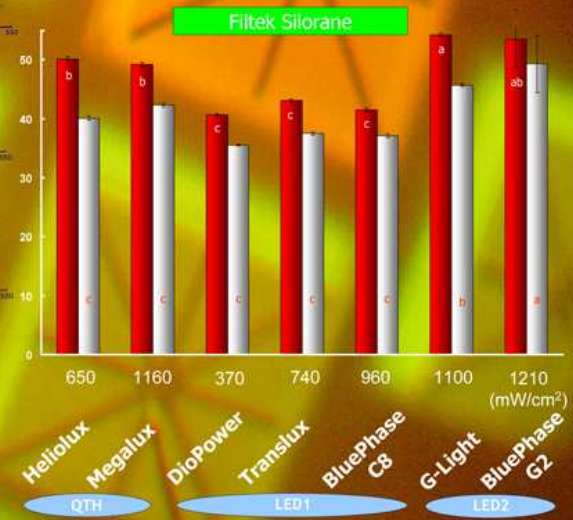
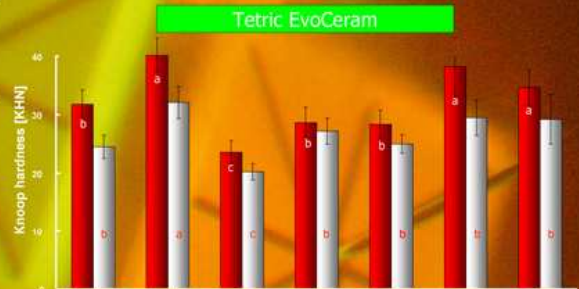
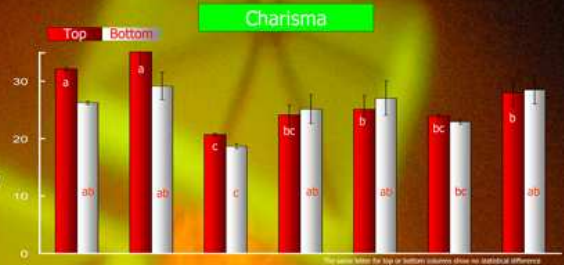
Knoop microhardness: Top and Bottom of 2 mm thick specimens polymerized for 20 seconds and measured 15 minutes after irradiation. Repeated measures ANOVA ($n=3$, 5 measurements on each specimen surface), $\alpha=0.05$.

Power density (radiant excitation, mW/cm²) and **spectral distribution:** Optometer P-9710-1 (Gigahertz-Optik) and AstraNet (AstraNet Systems Ltd) radiometers with integration spheres.



Supported by Ministry of Education Youth and Sports, Grant No. 237601/2008.

Results



Conclusions

1. Epoxy- and dimethacrylate-based composite materials with multicomponent photoinitiator systems can be adequately polymerized with the QTH lamps or with dual-peak wavelength LED lamps.
2. Dual-peak wavelength LED lamps seem to be promising alternative to the universal QTH lamps.

6.2 Obrázky použitých polymeračních lamp



Heliolux DLX1



Megalux Fast-Cure



DioPower



Translux Power Blue



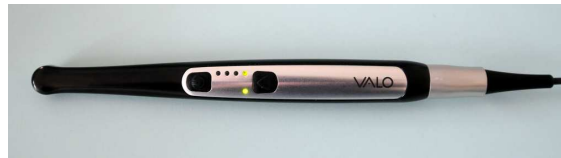
BluePhase C8



G-Light



BluePhase G2



Valo