

Revidert rapport for prosjektet
UTLØSNINGSPRODUKTER FRA TANNFYLLINGSMATERIALER

Sammendrag:

NIOM, Nordisk Institutt for Odontologiske Materialer, har undersøkt utløsningsprodukter fra hvite tannfyllingsmaterialer kvalitativt og kvantitativt. De undersøkte materialene er lysherdende kompositter (Charisma, Filtek Z100, Filtek Z250, Revolution Formula 2, Spectrum TPH og Tetric EvoCeram), kompomerer (Dyract eXtra og F2000) og glassionomerer (Fuji II LC og Photac Fil Quick) vanlige på det norske markedet. Utløsningen er gjort in vitro i vann ved 37 °C over 1, 7 og 30 døgn. Kjemisk analyse av utløsningsmediet er gjort med GC/MS og LC/MS-MS.

Analysene av utløsningsvæskene til de ulike materialene viser innhold av både monomerer og tilsetningsstoff i alle tilfeller. Den største utløsningen skjer i løpet av det første døgnet, mens videre utløsning er liten. Den høyeste konsentrasjonen av monomer i utløsningsvæske er av TEGDMA hvor det ble funnet opptil 72 µg/cm² i utløsningen fra et av materialene.

Kompomerenes og glassionomerenes fysiske egenskaper (bøyestyrke, hardhet og abrasjon) er bestemt.

Kompomerene har omtrent tilsvarende fysiske egenskaper som komposittene både når det gjelder bøyestyrke, hardhet og abrasjon. Glassionomerene oppnår verdier for hardhet og abrasjon i samme område som de andre materialene, men viser en lavere bøyestyrke.

Prosjektet er en videreføring av prosjektet "Karakterisering av kompositte tannfyllingsmaterialer" som ble avsluttet i september 2005. Begge prosjektene er blitt finansiert av Sosial- og helsedirektoratet.

Hilde Molvig Kopperud
Prosjektleder, NIOM

19. juni 2007

INNHold

Innledning	3
Bakgrunn	3
Materialer	4
Metoder	6
Resultater og diskusjon	7
1. Innholdsstoffer i matrisen	7
2. Bøyestyrke	11
3. Hardhet	12
4. Abrasjon	14
5. Utløsning i vann	15
Konklusjoner	18
Referanser	19
Forkortelser	20
Vedlegg	21

UTLØSNINGSPRODUKTER FRA TANNFYLLINGSMATERIALER

Hilde Molvig Kopperud, forsker, dr. scient.
NIOM - Nordisk Institutt for Odontologiske Materialer, Postboks 70, 1305 Haslum, Norge

Innledning

Prosjektet "Utløsningsprodukter fra tannfyllingsmaterialer" er blitt gjennomført ved Nordisk Institutt for Odontologiske Materialer, NIOM, i perioden april 2005 til mars 2006, ledet av forsker Hilde Molvig Kopperud. Prosjektet er finansiert av Sosial- og helsedirektoratet. Hovedmål ved prosjektet var å studere utløsningsprodukter fra polymerbaserte restaureringsmaterialer, såkalte "hvite" tannfyllingsmaterialer, på det norske markedet. I tillegg skulle enkelte av materialenes fysiske egenskaper bestemmes: bøyestyrke, hardhet og abrasjon. "Utløsning fra tannfyllingsmaterialer" er en videreføring av prosjektet "Karakterisering av kompositte tannfyllingsmaterialer" som ble avsluttet i september 2005. Prosjektet omfatter videre studier av de samme komposittene samt fire nye materialer, to kompomerer og to glassionomerer.

Bakgrunn

Polymerbaserte tannfyllingsmaterialer er de hyppigst brukte fyllingsmaterialene i Norge i dag (Dahl *et al.* 2003, Gimmestad *et al.* 2004). Dette er i samsvar med anbefalinger i Sosial- og helsedirektoratets "Retningslinjer for bruk av tannrestaureringsmaterialer" (2003). De polymerbaserte tannfyllingsmaterialene omfatter kompositter, kompomerer og glassionomerer som alle har til felles at de inneholder en organisk polymerbasert matrise og et fyllstoff hovedsakelig av uorganisk materiale. Hovedtyngden av disse materialene er lysherdende, mens også rent kjemisk herdende og såkalt dual-herdende (både lys- og kjemisk herdende) materialer finnes. Komposittene dominerer markedet og har også lengst levetid (Dahl *et al.* 2001). Gjennomsnittlig funksjonstid for fyllinger som skiftes er 12,7 år for amalgam, og 9,3 år for kompositt. Glassionomer og resinforsterket glassionomer har vesentlig kortere levetid, mindre enn halvparten av den til amalgam og kompositt.

Tannfyllingsmaterialer regnes som medisinskteknisk utstyr og skal derfor CE-merkes i henhold til Lov om medisinsk utstyr (1995). I tillegg kan materialene prøves etter aktuell ISO-standard, men dette er ikke påkrevd. Standarden ISO 4049 *Polymerbaserte fyllings-, restaurerings- og sementeringsmaterialer* stiller krav til komposittene. Her deles kravene avhengig av bruken av materialet: type 1 for okklusalt brukte materialer og type 2 for alle andre materialer. Kompomerene er ikke spesifikt inkludert i noen standard, men det er naturlig å sammenlikne materialeegenskapene med kravene i ISO 4049. ISO 9917-2 *Vannbaserte sementer - Del 2: Lysaktiverede sementer* vil gjelde for glassionomerene og inkluderer også såkalte "restorative cements". Standardene beskriver de krav som den internasjonale standardiseringsorganisasjonen (ISO) har satt til materialer av den aktuelle typen. Krav er gitt, avhengig av materialtype, til blant annet arbeidstid, herdetid, lysfølsomhet, herdedybde, bøyestyrke, vannopptak og løselighet, farge og fargestabilitet, og røntgenopasitet, og skal sikre funksjonell og sikker bruk av materialet for pasienten.

Utløsning av forbindelser fra dentale materialer kan forårsake biologiske reaksjoner til skade for pasienten. Bivirkningsgruppen i Bergen mottar informasjon om eventuelle bivirkninger som skyldes bruk av dentale materialer. Generelt er rapporteringsfrekvensen mindre for plastbaserte materialer enn for amalgam, og på samme nivå som andre materialtyper som metaller og legeringer. Det er vist at etter en liten økning i rapporteringen av bivirkninger fra dentale plastmaterialer i perioden 1994-97 var det til dels en senkning i antall bivirkningsrapporter fra polymerbaserte materialer i påfølgende år (Björkman L og Helland V 2001). Likevel er det kjent at det skjer en utlekking av forbindelser fra polymerbaserte dentale materialer (Geurtsen W 1998, Michelsen VB *et al.* 2003), og Sosial- og helsedirektoratet etterlyser i *Retningslinjer for bruk av tannrestaureringsmaterialer* økt kunnskap om alternative restaureringsmaterialer og deres helseeffekter. NIOM gjør nå et arbeid hvor både utløsningsprodukter fra tannfyllingsmaterialer og eventuelle biologiske effekter kartlegges. I dette prosjektet bestemmes utløsningsprodukter fra ulike polymerbaserte tannfyllingsmaterialer. Både GC/MS og LC/MS-MS analysemetoder er benyttet til å bestemme utløsningsprodukter fra materialene. Kombinasjonen av de to metodene gjør at det er mulig å identifisere både lav- og høymolekylære utløsningsprodukter fra materialene. I tillegg er de fysiske egenskapene bøyestyrke, hardhet og abrasjon bestemt for glassionomerene og kompomerene. I parallelle prosjekter ved NIOM studeres utløsningsproduktenes biologiske effekter.

Materialer

Materialene i undersøkelsen omfatter komposittene som var inkludert i prosjektet "Karakterisering av kompositt tannfyllingsmaterialer" og i tillegg to kompomerer og to glassionomerer. Komposittene ble valgt på bakgrunn av informasjon gitt til NIOM av Fylkestannlegene i Norge i en telefonisk spørreundersøkelse utført i 2004. De vanligste brukte lysherdende komposittene ble valgt. Kompomerene og glassionomerene i prosjektet ble også valgt blant de lysherdende og mest brukte produktene. En oversikt over materialene er vist i tabell 1. Det ble undersøkt til sammen ti materialer. Alle materialene er av fargen A3.

I tabell 2 er merkingen av materialene i henhold til Lov for medisinsk utstyr og eventuell ISO-sertifisering angitt. Alle produktene har den påkrevde CE-merkingen. For fire av de seks komposittene er det også oppgitt at de tilfredsstillt kravene i ISO 4049, ved merking på produktets forpakning eller i produktets bruksanvisning. Kompomerene har ingen ISO-merking, men det er heller ikke entydig hvilken ISO-standard de hører inn under. En påbegynt revisjon av ISO 4049 vil trolig spesifikt inkludere kompomerene i denne standarden. En av de to glassionomerene er merket med ISO 9917-2.

Tabell 1: Materialene i undersøkelsen.

Materiale	Produsent	Materialtype ¹
Charisma	Heraeus Kulzer	Kompositt: Lysherdende Microglass composite, røntgenopak
Filtek Z100	3M ESPE	Kompositt: Lysherdende kompositt med røntgenkontrast
Filtek Z250	3M ESPE	Kompositt: Lys-aktivert, radiopak restaureringskompositt
Revolution Formula 2	Kerr	Kompositt: Et tynnere, lysherdende hybridresin-materiale
Spectrum TPH	Dentsply DeTrey	Kompositt: Sub-mikron hybrid kompositt
Tetric EvoCeram ²	Ivoclar Vivadent	Kompositt: Lysherdende, røntgenopak nanohybridkompositt
Dyract eXtra	Dentsply DeTrey	Kompomer: Universal Compomer Restorative ³
F2000	3M ESPE	Kompomer: compomer fyllingsmateriale, lysherdende, fluoravgivende pasta med røntgenkontrast
Fuji II LC (Improved)	GC Corporation	Glassionomer: Radiopake lyspolymeriserende forsterket glasionomerfylldningscement ⁴
Photac Fil Quick Aplicap	3M ESPE	Glassionomer: Lysherdende glassionomer fyllingsmateriale.

¹ Informasjon fra produsentenes norske bruksanvisninger.

² Tetric EvoCeram erstatter ifølge produsent og leverandør Tetric Ceram, som fases ut av markedet.

³ Bruksanvisning til produktet ble ikke levert på norsk/skandinavisk.

⁴ Bruksanvisning til produktet ble ikke levert på norsk.

Tabell 2: Merking av materialene.

Produkt	CE-merking	ISO-merking
Charisma	Ja	ISO 4049
Filtek Z100	Ja	ISO 4049
Filtek Z250	Ja	ISO 4049
Revolution Formula 2	Ja	Nei
SpectrumTPH	Ja	Nei
Tetric EvoCeram	Ja	ISO 4049
Dyract eXtra	Ja	Nei
F2000	Ja	Nei
Fuji II LC	Ja	ISO 9917-2
Photac Fil Quick	Ja	Nei

Metoder

Den kjemiske analysen av innholdsstoffene i materialene (kompomerene og glassionomerene) og identifisering og kvantifisering av utløsningsprodukter er utført vha. gasskromatografi/massespektrometri (GC/MS) og væskekromatografi/massespektrometri (LC/MS-MS). For GC/MS analysene ble et Perkin Elmer TurboMass Autosystem XL instrument benyttet med en DB-5 MS kolonne (J&W Scientific, USA). LC/MS-MS-analysene ble gjort på en Agilent 1100-serie LC med en Zorbax Eclipse KDB-C8 kolonne og UV-DAD og/eller MSⁿ (Ion Trap) detektor (alt fra Agilent Technologies, USA). Identifikasjon av toppene i kromatogrammene ble gjort ved hjelp av NIST-databasesøk, samt ved sammenlikning av massespekter/UV-spekter og retensjonstider for komponentene med tilsvarende for referanseforbindelser.

Sammensetningen til glassionomerene og kompomerene, dvs. den organiske (polymer-) baserte delen av materialene før herding, ble analysert etter oppløsning i et egnet organisk løsningsmiddel. Dette ble gjort som et utgangspunkt for utløsningsanalysene. Mengdebestemmelse av fyllstoffet (kompomer- og glassionomermaterialene) ble gjort gravimetrisk ved total fyllstoffbestemmelse og uorganisk fyllstoffbestemmelse ved forbrenningsanalyse. Sammensetningen til de uherdete komposittene ble funnet og rapportert i prosjektet "Karakterisering av kompositt tannfyllingsmaterialer".

For undersøkelse av herdet materiale ble hvert materiale herdet med herdelampe og herdetid i henhold til bruksanvisningen for det aktuelle materialet, se tabell 3.

Bøystyrkebestemmelse ble utført i henhold til ISO 4049 *Polymerbaserte fyllings-, restaurerings- og sementeringsmaterialer*. Det ble gjort en 3-punkts nedbøyning til fraktur av prøvelegemet oppstod og bøystyrken ble beregnet. Et Lloyds LRX instrument (Storbritannia) ble benyttet.

Hardhetsmålinger av herdet materiale ble utført etter Vickers hardhetsmetode med Zwick Hardness Tester 3212 (Tyskland) med 0,5 kg belastning i 15 sekunder, i henhold til referanse gitt i ISO 10477:1992 *Polymerbaserte krone og bro materialer*.

Abrasjonsmålinger ble gjort med et eget utstyr for børsting av prøvelegemer. En referansetannpasta i henhold til ISO 11609 *Dentistry - Toothpastes* ble brukt som abrasivt materiale. 30 000 børsteganger ble benyttet. Legemenes vekttap samt endring i ruhet (R_a) ble registrert. En SurfTest SJ-201P (Mitutoyo) ble benyttet til ruhetsmålingene.

Utløsningsanalyser ble gjort med referanse i ISO 10993-12 *Biologisk evaluering av medisinsk utstyr - Del 12: Prøveframstilling og referansematerialer*. Prøvelegemer av fyllingsmaterialene med diameter 5 mm og høyde 2 mm ble lysherdet og deretter direkte plassert i 3,0 ml vann (Millipore Elix) i et mørkt og tett prøveglass. Hvert prøveglass ble så rystet forsiktig ved 37 °C i 1, 7 eller 30 døgn før løsningene ble tatt ut og analysert. Det ble laget og analysert 3 løsninger for hver tid for hvert materiale. Identifikasjon av utløste forbindelser ble gjort tilsvarende som analyser av råmaterialene. Kvantifisering ble gjort med vanlige metoder vha. standardløsninger med kjente konsentrasjoner for de aktuelle forbindelsene.

Tabell 3: Herdemetoder for de undersøkte materialene (for A3 farge hvis flere alternativ).

Materialer	Produsentens anbefalt lampe og belysningstid ¹	Benyttet lampe og belysningstid
Charisma	"Translux" 20 s	Translux CL 20 s
Filtek Z100	"Herdelampe fra 3M ESPE eller av annet fabrikat med tilsvarende lysintensitet" 40 s	3M XL 3000 40 s
Filtek Z250	"Synlig lyskilde med høy intensitet, som 3M ESPE herdingslys" 20 s	3M XL 3000 20 s
Revolution Formula 2	"Effektiv polymeriseringslampe feks. Optilux 501" 40 s	VCL Complete 40 s
Spectrum TPH	"VCL polymeriseringslampe" 20 s	Spectrum 800 20 s
Tetric EvoCeram	"Lysintensitet på minst 500mW/cm ² : Astralis 5, Astralis 7, bluephase (LED)" 20 s	Astralis 7, Hi Power 20 s
Dyract eXtra	"Light curing unit (> 500 mW/cm ²) for 40 s" 10 s ²	Spectrum 800 20 s
F2000	"Herdelampe, feks fra 3M ESPE" 40 s	3M XL 3000 40 s
Fuji II LC	"Polymeriseringslampe med hvitt lys (470 nm bølgelengde)" 20 s	VCL 400 20 s
Photac Fil Quick (Dual-herdende)	"Blått halogen- eller LED-lys (feks. Elipar Freelight)" 20 s	3M XL 3000 20 s

¹ Fra materialenes bruksanvisning.

² Ikke entydig forklart.

Resultater og diskusjon

Utløsningsprodukter fra tannmaterialene er bestemt og kvantifisert. I tillegg er sammensetning, hardhet, bøyestyrke og abrasjon bestemt for de materialene som ikke inngikk i det foregående prosjektet (Karakterisering av tannfyllingsmaterialer). Der hvor det er naturlig er resultatene sammenholdt med informasjon fra produsent eller krav i aktuelle ISO-standarder.

1. Innholdsstoffer i organisk matrise

Sammensetning av komponentene og glassionomerens organiske matrise før herding er analysert ved hjelp av LC/MS-MS og/eller GC/MS. Mengdene av de ulike komponentene er ikke bestemt. Enkelte tilsetningsstoffer er kun til stede i veldig små mengder, mens hovedkomponentene (monomerene) kan ha en høy konsentrasjon. Komposittenes sammensetning er tidligere analysert og rapportert unntatt Tetric EvoCeram som har erstattet Tetric Ceram. Derfor er også Tetric EvoCeram analysert for sammensetning nå. Resultatene er sammenliknet med den informasjonen produsentene oppgir i helse-, miljø-, og sikkerhets (HMS)-databladene (produktdatablad) og i materialenes bruksanvisninger. For alle materialene er det identifisert flere komponenter enn de som var oppgitt i HMS-databladene. En del av de identifiserte komponentene er oppgitt med mulige helseskadelige egenskaper i databasen RTECS (Registry of Toxic Effects of Chemical Substances), se tabellene 4-8. RTECS opererer med klassifiseringen M - Mutagent, I - Irriterende (allergen), R - Reproduksjonsskadelig, og T - Tumorigent.

Alle materialene er lysherdende (Photac Fil Quick er dualherdende). Analysene viser at alle materialene inneholder den lysaktiverte initiatoren kamferkinon. Kamferkinon blir aktivert av blått lys i bølglengdeområdet 450-500 nm, med et absorpsjonsmaksimum på 468 nm, og er den mest brukte lysaktiverte initiatoren i dentale materialer. Den er ikke oppgitt å ha helseskadelige egenskaper i databasen RTECS. Ingen annen lysaktivert initiativator ble identifisert.

Tetric EvoCeram (Ivoclar Vivadent) er en kompositt og erstatter Tetric Ceram. Ifølge våre analyser er TEGDMA ikke tilstede i det nye materialet. Derimot identifiserer vi monomeren Bis-EMA som ikke ble funnet i Tetric Ceram. Tetric EvoCeram inneholder dermed monomere Bis-GMA, Bis-EMA og UDMA (tabell 4). Vi finner også spor av 2-HEMA og trimetylheksametylendiisocyanat i materialet, trolig som forurensninger fra UDMA. I tillegg finnes små mengder metylmetakrylat (MMA), også som en forurensning. MMA ble ikke funnet i Tetric Ceram. Tetric EvoCeram inneholder i tillegg initiatoren kamferkinon og aktivatoren etyl-4-dimetylaminobenzoat. Etyl-4-dimetylaminobenzoat kan også virke som en UV-stabilisator i materialet. Enkelte komponenter fra Tetric Ceram finner vi ikke igjen i Tetric EvoCeram.

Tabell 4: Sammensetning av organisk matrise for Tetric EvoCeram.

Kjemikalier	CAS-nr	Funnet, NIOM	Oppgitt av produsent	RTECS ¹
2-HEMA	868-77-9	X		M, R
Bis-EMA	24448-20-2	X		-
Bis-GMA ²	1565-94-2	X	X	M
Etyl-4-dimetylaminobenzoat	10287-53-3	X		-
Kamferkinon	10373-78-1	X		-
MMA (lite)	80-62-6	X		M, I, R, T
Trimetylheksametylendiisocyanat	28679-16-5	X		-
UDMA ²	72869-86-4 ³	X	X	-

¹ Mulige helseskader ifølge RTECS - Registry of Toxic Effects of Chemical Substances, National Institute for Occupational Safety and Health, USA. M - Mutagent, I - Irriterende, R - Reproduksjonsskadelig, T - Tumorigent

² Hovedkomponent GC/MS og/eller LC/MS

³ CAS-nummer oppgitt av produsent

Dyract eXtra (Dentsply DeTrey) er en kompositt og det produktet hvor vi finner flest forbindelser i råmaterialet (tabell 5). Den har også flest forbindelser oppgitt av produsent. I Dyract eXtra identifiseres monomere Bis-EMA, hydroksypropylmetakrylat, TEGDMA og trimetylolpropantrimetakrylat som hovedkomponenter. Produsenten oppgir at materialet inneholder UDMA, men denne er ikke funnet ved NIOM. Derimot er det identifisert 2-HEMA og trimetylheksametylendiisocyanat som typisk finnes i materialer som inneholder UDMA. Produsenten oppgir også at materialet inneholder en karboksylsyremodifisert dimetakrylat (TCB resin). Dette er en monomer produsert fra tetrakarboksylsyrebutan og hydroksyetylmetakrylat (Hse KMY *et al.* 1999). Denne forbindelsen har ikke vært tilgjengelig som referanse så ingen sikker identifikasjon er blitt gjort, men topper i kromatogrammene kan tyde på tilstedeværelse av denne typen monomerer. Vi finner i tillegg monomere DEGDMA og MMA som forurensninger. Stabilisatorene BHT og UV-9 er begge identifisert i Dyract eXtra, i tillegg til initiatoren kamferkinon og aktivatoren etyl-4-dimetylaminobenzoat.

Tabell 5: Sammensetning av organisk matrise for Dyract eXtra.

Kjemikalier	CAS-nr	Funnet, NIOM	Oppgitt av produsent	RTECS
2-HEMA	868-77-9	X		M, R
BHT	128-37-0	X	X	M, I, R, T
Bis-EMA ¹	24448-20-2	X		-
DEGDMA	-	X		-
Etyl-4-dimetylaminobenzoat	10287-53-3	X	X	-
Hydroksypropylmetakrylat ¹	27813-02-1	X		-
Kamferkinon	10373-78-1	X	X	-
Karboksylysyremodifisert dimetakrylat (TCB resin)		Se tekst	X	-
MMA	80-62-6	X		M, I, R, T
TEGDMA ¹	109-16-0	X	X	M
Trimetylheksametylendiisocyanat	28679-16-5	X		-
Trimetylolpropantrimetakrylat ¹	3290-92-4	X	X ²	M, I, R
UDMA	-	-	X	-
UV-9	131-57-7	X	X ³	M, R, T

¹ Hovedkomponent GC/MS og/eller LC/MS

² Oppgitt som "Trimethacrylate resin"

³ Oppgitt som "UV-stabilisator"

F2000 (3M ESPE) er den andre komponenten i undersøkelsen. Produsenten oppgir kun innhold av Bis-GMA og flere uspesifiserte "dimetakrylater". I analysene fant vi ikke Bis-GMA, men monomerene glyserol-1,3-dimetakrylat (GDMA) og glycidylmetakrylat hvorav den første dominerer (tabell 6). Også her er MMA til stede som en forurensning. I tillegg er initiatoren kamferkinon, aktivatoren etyl-4-dimetylaminobenzoat og stabilisatoren BHT detektert. Det er også funnet spor fra andre forbindelser i GC/MS analysene, trolig metakrylater, men disse har ikke kunnet identifiseres nøyaktig. Det er publisert at F2000 inneholder oligomerer med dimetakrylatfunksjonalitet (Hse KMY *et al.* 1999).

Tabell 6: Sammensetning av organisk matrise for F2000.

Kjemikalier	CAS-nr	Funnet, NIOM	Oppgitt av produsent	RTECS
BHT	128-37-0	X		M, I, R, T
Bis-GMA	1565-94-2	-	X	M
"Dimetakrylater"			X	
Etyl-4-dimetylaminobenzoat	10287-53-3	X		-
GDMA ¹	1830-78-0	X		-
Glycidylmetakrylat	106-91-2	X		M, I, R
Kamferkinon	10373-78-1	X		-
MMA	80-62-6	X		M, I, R, T

¹ Hovedkomponent GC/MS og/eller LC/MS

Fuji II LC (GC Corporation) er en glassionomer basert på polyakrylsyre. Produsenten oppgir et CAS-nummer for denne forbindelsen som ikke er gyldig. I tabell 7 er det oppgitt CAS-nummeret for polyakrylsyre funnet fra nettstedet ChemFinder.org. RTECS søket er gjort på dette CAS-nummeret. Polyakrylsyre kan ikke identifiseres sikkert med våre instrumenter, men vi finner uidentifiserte topper i kromatogrammene som kan komme fra denne polymeren eller derivater av den. Produsenten oppgir i tillegg at materialet inneholder monomeren TEGDMA, men denne er ikke identifisert. Analysene ved NIOM viser at Fuji II LC inneholder monomerene 2-HEMA og UDMA som hovedkomponenter. I tillegg finnes monomerene glycidylmetakrylat og GDMA i mindre mengder, og MMA som en forurensning. Ingen tilsetningsstoffer utenom initiatoren kamferkinon er identifisert.

Tabell 7: Sammensetning av organisk matrise for Fuji II LC.

Kjemikalier	CAS-nr	Funnet, NIOM	Oppgitt av produsent	RTECS
2-HEMA ¹	868-77-9	X	X	M, R
GDMA	1830-78-0	X		-
Glycidylmetakrylat	106-91-2	X		M, I, R
Kamferkinon	10373-78-1	X		-
MMA	80-62-6	X		M, I, R, T
Polyakrylsyre	2594-54-5 ² 9003-01-4 ³	Se tekst	X	-
TEGDMA	109-16-0	-	X	M
UDMA ¹	-	X		-

¹ Hovedkomponent GC/MS og/eller LC/MS

² Oppgitt av produsent i HMS-datablad, men kan ikke være et gyldig CAS-nummer

³ CAS-nr fra ChemFinder.org for polyakrylsyre

Photac Fil Quick (3M ESPE) er også en glassionomer. Her identifiseres monomerene 2-HEMA og UDMA som hovedkomponenter. I tillegg finnes små mengder av MMA (forurensning). Tilsetningsstoffene kamferkinon (initiator) og BHA er identifisert. BHA (Butylated hydroxyanisole) er en blanding av 2 og 3 isomerene av *tert*-butyl-4-metoksyfenol og er en antioksidant (UV-stabilisator) som blant annet også brukes i matvarer.

Tabell 8: Sammensetning av organisk matrise for Photac Fil Quick.

Kjemikalier	CAS-nr	Funnet, NIOM	Oppgitt av produsent	RTECS
2-HEMA ¹	868-77-9	X	X	M, R
BHA	25013-16-5	X		M, R, T
Kamferkinon	10373-78-1	X		-
MMA	80-62-6	X		M, I, R, T
UDMA ¹	72869-86-4 ²	X	X	-

¹ Hovedkomponent GC/MS og/eller LC/MS

² Oppgitt av produsent.

Fyllstoffmengden i alle materialene er bestemt gravimetrisk, se tabell 9. Både total og uorganisk mengde er bestemt. Deretter er eventuell organisk del beregnet. Kompositten Tetric EvoCeram inneholder en betydelig andel organisk fyllstoff i forskjell fra det utgatte produktet Tetric Ceram hvor fyllstoffet hovedsakelig var av uorganisk materiale. For komponenten F2000 ser den organiske andelen av fyllstoffet ut til å være reell. Derimot er det usikkert om Dyract eXtra, Fuji II LC og Photac Fil Quick inneholder organisk baserte fyllstoffpartikler. Fyllstoffmengde og komposisjon oppgis ofte unøyaktig av produsent, men mengdemessig ser det ut til at analysene ved NIOM stemmer overens med oppgitte data der dette kan kontrolleres.

Tabell 9: Fyllstoffmengde bestemt ved gravimetriske analyser, prosent av total vekt.

Materiale	Tetric EvoCeram	Dyract eXtra	F2000	Fuji II LC	Photac Fil Quick
Totalt	82,1	75,5	82,8	98,3 ¹	74,9
Uorganisk	72,8	74,5	80,4	97,4	75,9
Organisk	9,3	1,0	2,4	0,9	-1,0
Oppgitt av produsent	82-83 % hvorav 75-76 % uorganisk ²	Ikke oppgitt	60-100 % ³	60-100 % ^{1, 3}	> 99 ^{1, 3}

¹ Prosent av pulveret.

² Oppgitt i bruksanvisningen.

³ Oppgitt i datablad.

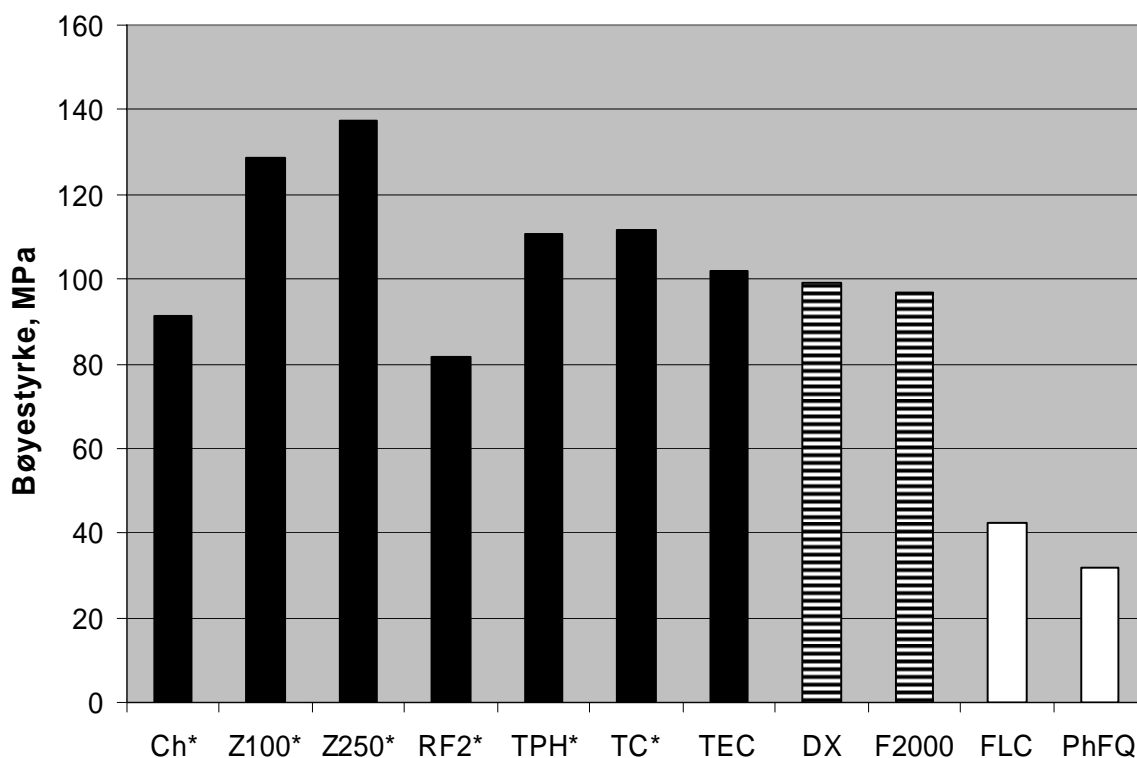
2. Bøystyrke

Bøystyrke er en av flere tester som kan brukes til å angi materialers mekaniske egenskaper. I standarden ISO 4049 stilles det krav til denne egenskapen. Kravet er høyere for materialer som kan brukes okklusalt (type 1) enn for andre materialer (type 2), henholdsvis 80 MPa og 50 MPa. I standarden for lysherdende vannbaserte sementer, ISO 9917-2 som et av materialene er sertifisert etter (Fuji II LC), er kravet til bøystyrke 20 MPa for den aktuelle materialtypen. Målemetoden er lik i begge standardene. Bøystyrken til de undersøkte materialene er målt med et Lloyds LRX instrument. Resultatene er vist i tabell 10 og figur 1. I figuren er også resultater fra komposittene målt i prosjektet "Karakterisering av kompositt tannfyllingsmaterialer" tatt med. Disse materialene er merket med * etter navnet.

Tabell 10: Bøystyrke til komponenter og glassionomerer målt etter ISO 4049/ISO9917-2 (MPa).

Materiale	Tetric EvoCeram	Dyract eXtra	F2000	Fuji II LC	Photac Fil Quick
Bøystyrke	102	99	97	43	32
ISO-krav	≥ 80	-	-	≥ 20	-

Tidligere (Karakterisering av kompositte tannfyllinger) er alle de testede komposittene undersøkt og har vist bøyestyrkeverdier høyere enn kravet. Kun én kompositt er testet nå, Tetric EvoCeram. Dette er et universalmateriale og skal ha en bøyestyrke over 80 MPa for å bestå ISO-kravet. Med en bøyestyrke på 102 MPa tilfredsstillers Tetric EvoCeram kravet. De to kompomerene Dyract eXtra (99 MPa) og F2000 (97 MPa) har ikke oppgitt samsvar med ISO standard, men hører mest naturlig inn under ISO 4049. Dyract eXtra markedsføres som et universalmateriale og også F2000 har indikasjonsområde for okklusale fyllinger. De tilfredsstillers begge kravet til bøyestyrke i ISO 4049 (80 MPa). Glassionomerer Fuji II LC oppgir sertifisering etter ISO 9917-2. Materialet oppnår en bøyestyrke på 43 MPa og tilfredsstillers dermed kravet i standarden (20 MPa). Den andre glassionomerer, Photac Fil Quick oppgir ikke samsvar etter ISO, men har en bøyestyrke på 32 MPa, over kravet i ISO 9917-2. Fuji II LC har indikasjonsområde blant annet for klasse III og V kaviteter samt fyllinger i melketenner. Photac Fil Quick har i tillegg indikasjon for små fyllinger i klasse I. Polymerbaserte fyllingsmaterialer med slike indikasjonsområder skal ifølge ISO 4049 ha bøyestyrke på minst 50 MPa. Begge glassionomerer ligger under denne verdien, men de trenger verken å være eller er utprøvet etter denne standarden.



Figur 1: Bøyestyrke til kompositter (■), kompomerer (▨) og glassionomerer (□) etter ISO 4049 / ISO 9917-2. * Data fra tidligere undersøkelse ("Karakterisering av kompositte tannfyllingsmaterialer").

3. Hardhet

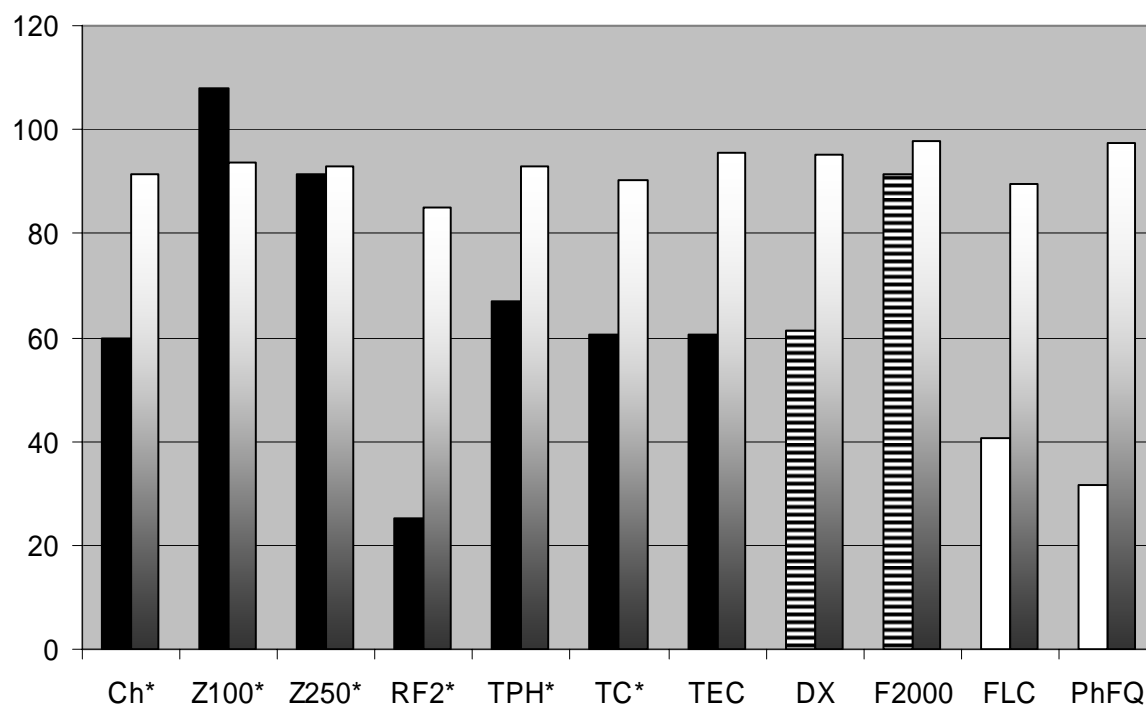
Vickers hardhetsmetode ble benyttet til å måle hardheten til herdet materiale. Metoden gir et hardhetstall (HV 0.5) for øvre del av prøvelegemet hvor herdebelysning har skjedd. I tillegg kan man få et tilsvarende tall for måling på undersiden (nedre) av prøvelegemet. Forholdet mellom tallene kan gi en indikasjon på hvor godt materialet er herdet. Det er ikke krav til hardhet i standardene ISO 4049 og ISO 9917-2 selv om dette kan sees på som

en klinisk relevant parameter. Begge standardene inkluderer derimot krav til herdedybde, men undersøkt med en annen metode. Undersøkelse av herdedybde er ikke inkludert i dette prosjektet.

Resultatene av hardhetsmålingene er presentert i tabell 11 og i figur 2 hvor resultatene fra "Karakterisering av komposittetannfyllingsmaterialer" også er tatt med (markert med *). Det er store forskjeller i hardhet mellom de ulike produktene, mens forholdstallet for hardhet mellom ikke-belyst (nedre) og belyst (øvre) side av materialet er relativt jevnt for alle materialene. Forholdet mellom disse tallene (hardhet på undersiden mot hardhet på oversiden) kan gi en indikasjon på hvor godt materialet er herdet. Resultatene viser omtrent samme forhold for alle materialene, og høye verdier noe som tyder på god herding. Hardheten til Tetric EvoCeram er lik hardheten til Tetric Ceram. Hardheten til kompomerene (Dyract eXtra og F2000) ligger på samme nivå som de tidligere undersøkte komposittene. Hardheten til glassionomerene (Fuji II LC og Photac Fil Quick) ligger noe lavere enn komposittene og kompomerene, men høyere enn verdien for "flow" kompositt Revolution Formula 2.

Tabell 11: Vickers hardhetsmålinger, øvre side (HV 0.5) og forholdet mellom nedre og øvre side av prøvelegemet (%).

Materiale	Tetric EvoCeram	Dyract eXtra	F2000	Fuji II LC	Photac Fil Quick
HV 0.5 øvre	60,7	61,4	90,6	40,7	31,4
Nedre/øvre	95,6	95,1	97,9	89,7	97,4



Figur 2: Hardhet (HV 0.5) målt etter Vickers metode til kompositter (■), kompomerer (▨) og glassionomerer (□), samt forholdstallet (graderte søyler) for hardheten mellom nedre og øvre flate (prosent). * Data fra tidligere undersøkelse ("Karakterisering av komposittetannfyllingsmaterialer").

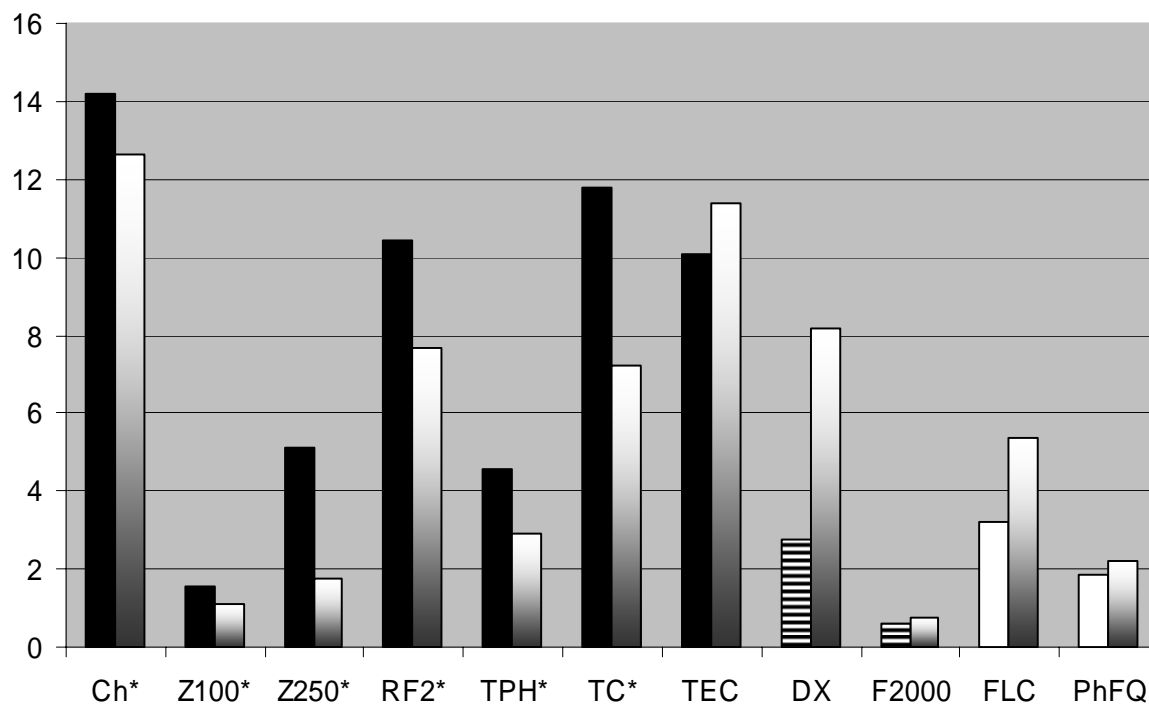
4. Abrasjon

Slitasje av tannfyllingsmaterialer kan skje ved tygging, bruksisme og tannbørsting, men kan være en vanskelig parameter å måle, både klinisk og i lab. Laboratoriestudier kan gi nyttig informasjon selv om resultatene ikke direkte kan relateres til en viss klinisk slitasjebelastning. Abrasjonsmålinger er her gjort med et eget utstyr for børsting av prøvelegemer med en tannbørste med flat bust. En referansetannpasta i henhold til ISO 11609 Dentistry - Toothpastes ble brukt som abrasivt materiale. 30 000 børsteganger ble benyttet. Legemenes vekttap (utgangsvekt for alle materialene var ca 1,0 g) samt endring i ruhet (R_a) ble registrert. Resultatene er vist i tabell 12.

Tabell 12: Abrasjonstest: Ruhet (R_a , μm) før og etter børsting samt vekttap (mg/prøvelegeme).

Materiale	Tetric EvoCeram	Dyract eXtra	F2000	Fuji II LC	Photac Fil Quick
R_a før	0,07	0,10	0,25	0,31	0,39
R_a etter	10,09	2,77	0,60	3,21	1,85
Vekttap	11,44	8,16	0,73	5,36	2,20

Sammenliknet med komposittene ga glassionomerene og kompomerer F2000 en noe ruere overflate ved forhåndspolering før abrasjonstesten (R_a før). Slitasjen til de nye materialene, målt ved ruheten i overflaten etter børsting (R_a etter), var i det samme området som for komposittene (figur 3, * markerer verdier fra prosjektet "Karakterisering av kompositt tannfyllingsmaterialer"). Kompomerer F2000 viste den minste slitasjen og det minste vekttapet av alle materialene.



Figur 3: Ruhet i overflaten av materialene etter abrasjon for kompositter (■), kompomerer (□) og glassionomerer (▒), og tilhørende vekttap (graderte søyler). * Data fra tidligere undersøkelse ("Karakterisering av kompositt tannfyllingsmaterialer").

5. Utløsning i vann

Utløsningsanalyser er gjort med små prøvelegemer av fyllingsmaterialene som er lysherdet og deretter direkte plassert i vann i et prøveglass. Prøveglassene er så rystet forsiktig ved 37 °C i 1, 7 og 30 døgn før løsningsene er tatt ut og analysert med GC/MS og LC/MS. Minimum 3 paralleller ble laget for hver tid for hvert materiale. Identifisering av utløste forbindelser er gjort og monomerer og tilsetningsstoffer ble kvantifisert der hvor det var mulig. Tabell 13 viser resultatene etter utløsning over 1 døgn samlet i en oversikt over alle utløste forbindelser fra alle materialene. Et eksempel på utløsning av monomer over tid (1, 7 og 30 døgn) er gitt i figur 4 for utløsningen av TEGDMA fra de forskjellige materialene. I vedleggene bak er alle data vist i tabellene 14-23.

Resultatene viser at det løses ut både monomer og tilsetningsstoffer fra alle de undersøkte materialene. Generelt viser analysene at den største utløsningen skjer i løpet av det første døgnet, trolig hovedsakelig fra forbindelser i overflaten av materialene. Konsentrasjonen etter 7 og 30 døgns utløsning kan enten øke eller avta. Forklaringen kan være at det etter det første døgnet skjer en fortsatt langsom utløsning av en liten mengde resterende frie forbindelser i materialet, noe som vil gi en økning i akkumulert utløsning. Over tid vil det i tillegg kunne skje en konkurrerende degradering av de utløste forbindelsene som gjør at den totale konsentrasjonen av forbindelsene i løsningen kan gå ned. Dette er tydeligst for monomeren 2-HEMA. Utløsningsresultatene etter 7 og 30 dager gir derfor ikke et korrekt bilde av den faktiske utløsningen.

Utløsning av monomer. Monomere 2-HEMA, TEGDMA, UDMA og Bis-GMA løser ut fra alle materialer som inneholder disse monomere. 2-HEMA løser ut i større mengde hvis forbindelsen er til stede i materialet som en hovedmonomer (Fuji II LC og Photac Fil Quick), og kun i liten mengde hvis forbindelsen i utgangspunktet er en forurensning. 2-HEMA er et lite monometakrylat som relativt lett vil kunne diffundere ut av materialet og har i tillegg større vannløselighet enn de andre monomere. TEGDMA, UDMA og Bis-GMA er alle dimetakrylater og større molekyler, Bis-GMA er størst. Dimetakrylater har to reaktive grupper som kan inngå i polymeriseringen (herdingen) av materialet og sjansen for at minst en av dem vil være bundet i materialets organiske nettverk er derfor større enn for monometakrylater. Likevel ser vi en til dels betydelig utløsning også av disse monomere, spesielt av TEGDMA hvor utløsningen fra Revolution Formula 2 etter 1 døgn er 72 µg/cm².

Utløst mengde av TEGDMA og Bis-GMA kan for komposittene sammenliknes med restmonomermengder bestemt i prosjektet "Karakterisering av komposittetannfyllingsmaterialer". Det ser ut til å være en positiv korrelasjon mellom restmonomermengde og mengde utløst monomer. For materialer hvor det er målt en høy restmonomermengde av monomeren TEGDMA vises også en høy konsentrasjon av utløst monomer. Unntatt er Revolution Formula 2 som har den klart høyeste konsentrasjonen av utløst TEGDMA, mens restmonomermengden ikke var blant de høyeste. Den store utløsningen fra dette materialet kan skyldes at Revolution Formula 2 er et "flow"-materiale med mye mindre fyllstoff enn de andre materialene, og at utløsningen derfor går lettere.

Tilsvarende trender sees for Bis-GMA, men her er utløsningen mye lavere selv om restmonomermengden er høy. Det kan skyldes størrelsen på molekylet og dets to reaktive grupper. Sammenlikning av restmonomermengde og utløsning av UDMA er ikke mulig på grunn av for liten datamengde for denne monomeren. Bis-EMA er ikke identifisert i utløsningene fra noen av materialene selv om den kan være tilstede i betydelige mengder i råmaterialene. Årsaken til dette er ikke klar, men kan skyldes samme effekter som spiller inn for utløsning av Bis-GMA.

Tabell 13: Utløsning fra tannfyllingsmaterialer i vann etter 1 døgn ved 37 °C, µg/cm². Gjennomsnittsverdier.

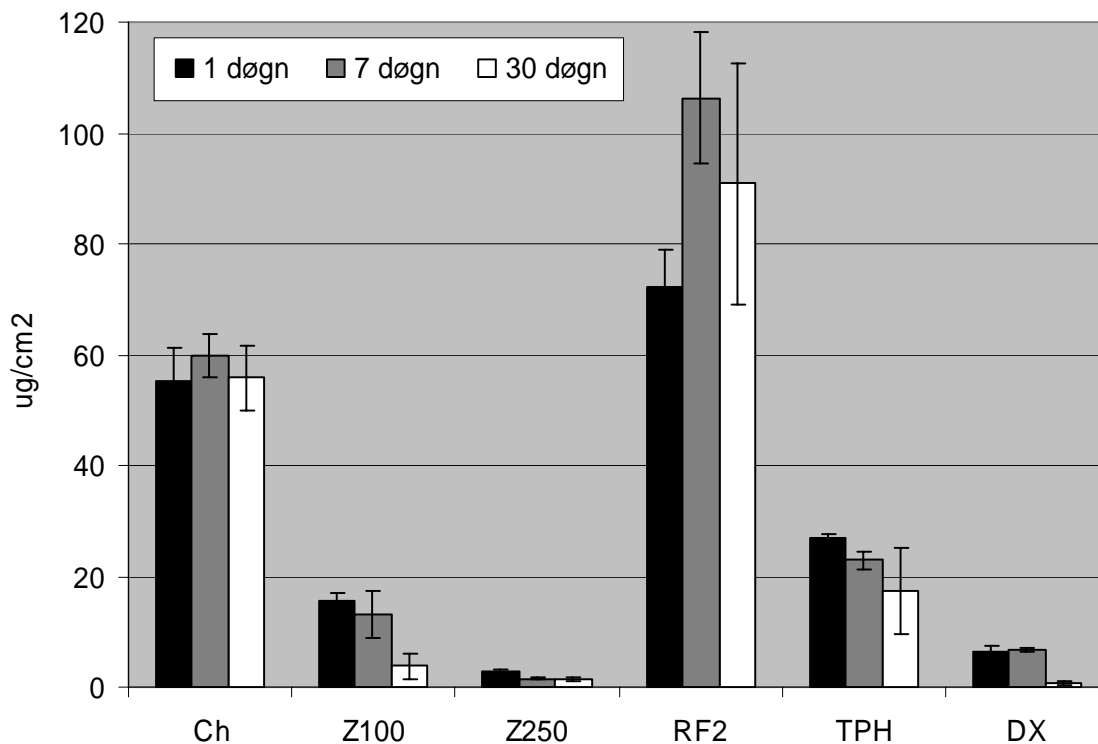
Materialer Kjemikalier	Charisma	Filtek Z100	Filtek Z250	Revolution Formula 2	Spectrum TPH	Tetric EvoCeram	Dyract eXtra	F2000	Fuji II LC	Photac Fil Quick
2-HEMA			0,07			0,09	0,91		11,7	12,1
BHA										2,5
BHT							D ¹	D		
Bis-GMA	0,34	0,09	0,11	0,13		0,26				
DEGDMA				D						
EGDMA				D						
Etyl-4-dimetyl amino benzoat		0,29	0,55		0,29	0,32	1,7	3,1		
Fenol				1,4						
Glycidylmetakrylat								0,85		
GDMA								D		
Hydroxypropyl methacrylate							D			
Kamferkinon	D		D	D		D	D	D	D	D
TEGDMA	55	15	2,7	72	27		6,3			
Trimetylheksametylen- diisocyanat						D	D			
Trimetylolpropan- trimetakrylat							D			
UDMA			3,0			3,6			0,23	8,9

¹ D - detekter

Glycidylmetakrylat finnes i uherdet materiale for F2000 og Fujii II LC, men identifiseres kun i utløsningen fra F2000. Dette skyldes trolig at den i utgangspunktet er til stede i større mengde i F2000, og at eventuell utløsning fra Fujii II LC er så liten at den ikke kan detekteres.

Monomerene GDMA og hydroksypropylmetakrylat har begge doble toppe i kromatogrammene og utløsning av disse er ikke kvantifisert. Hydroksypropylmetakrylat er identifisert i utløsningsvæsken fra Dyract eXtra, det eneste materialet hvor denne monomeren er funnet. GDMA er detektert i utløsningen fra F2000, men ikke fra Fuji II LC hvor monomeren også er tilstede i råmaterialet. Dette skyldes trolig at F2000 inneholder betydelig mer GDMA i råmaterialet enn Fuji II LC.

De monomerene (DEGDMA, EGDMA, MMA) som antas å være til stede i uherdet materiale kun som forurensninger (se *Innholdsstoffer i organisk matrise* over), finnes vanligvis ikke igjen i utløsningene. Unntatt er DEGDMA og EGDMA som er identifisert utløst fra Revolution Formula 2. Årsaken kan være at monomerene i utgangspunktet er til stede i større mengde i dette materialet, samt materialets egenskaper som såkalt "flowable" kompositt.



Figur 4: Utløsning av TEGDMA i vann ved 37 °C (µg/cm²). Gjennomsnitt av 3 paralleller.

Utløsning av tilsetningsstoffer. Kamferkinon er detektert i utløsningene fra de fleste materialene. Identifiseringen av kamferkinon er til dels vanskelig på grunn av at kun små mengder er utløst. Det kan se ut som kamferkinon degraderes i utløsningen over tid slik at mengden kamferkinon reduseres i utløsningene fra 1 til 30 dager. Etyl-4-dimetylamino benzoat løser ut fra alle materialer hvor denne forbindelsen er identifisert i råmaterialet. Utløsningen for dette tilsetningsstoffet er kvantifisert (tabell 12). Det er relativt liten forskjell i utløst mengde fra materiale til materiale, men fra de to komponentene Dyract eXtra og F2000 finner vi noe større mengder enn fra de andre materialene.

Detektering av BHT var vanskelig på grunn av veldig små mengder i utløsningene. Sikker identifisering ble kun gjort i utløsningene fra de to komponentene, mens spor av utløst BHT kunne sees fra enkelte av de andre materialene også. BHA er identifisert i utløsningen fra Photac Fil Quick. Stabilisatoren UV-9 ble ikke funnet i utløsningene fra noen av materialene.

Konklusjoner

- Alle de undersøkte materialene løser ut både monomer og tilsetningsstoffer, bestemt ved analyse av utløsningsvæskene etter 1, 7 og 30 døgn.
- Den største utløsningen av monomer fra et materiale er av TEGDMA fra Revolution Formula 2 hvor det ble bestemt $72 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ etter utløsning i 1 døgn. Revolution Formula 2 er et "flowable" kompositt.
- Monomerene 2-HEMA, TEGDMA, UDMA, Bis-GMA og hydroksypropylmetakrylat løser ut fra alle materialer som inneholder disse monomerene.
- Kamferkinon er detektert i utløsningene fra de fleste materialene.
- Etyl-4-dimetylaminobenzoat løser ut fra alle materialer hvor denne forbindelsen er identifisert i råmaterialet.
- Enkelte av utløsningsforbindelsene er listet i RTECS som mulig helseskadelige, men en eventuell toksisk respons vil være doseavhengig og må vurderes separat.
- Komponentene oppnår verdier for de undersøkte fysikalske egenskapene (bøystyrke, hardhet og abrasjon) tilsvarende dem funnet for komposittene tidligere.
- Glassionomerene oppnår noe lavere verdier for bøystyrke, men har også lavere krav i den aktuelle standarden (ISO 9917-2).
- De materialene som er prøvet etter ISO-standarder tilfredsstiller kravene i standarden til bøystyrke (ISO 4049: Charisma, Filtek Z100, Filtek Z250 og Tetric EvoCeram, og ISO9917-2: Fuji II LC).

Referanser

- Björkman L, Helland V. Ingen økning av bivirkningsrapporter om plastfyllinger. *Nor Tannlegeforen Tid* 2001; 111: 22-4.
- Dahl JE, Mjör IA, Moorhead JE. Fyllingsterapi i Norge, materialvalg, holdbarhet og årsaker til revisjon. *Nor Tannlegeforen Tid* 2001; 111: 552-6.
- Dahl JE, Mjör IA, Moorhead JE. Bruken av plastbaserte materialer øker. *NIOM-info, spesialutgave* 2003.
- Geurtsen W. Substances released from dental resin composites and glass ionomer cements. *Eur J Oral Sci* 1998; 106: 687-95.
- Gimmestad AL, Holst D, Grytten J, Skau I. Exit amalgam? - Amalgambruk i tannhelsetjenesten i Norge 2002. *Nor Tannlegeforen Tid* 2004; 114: 284-6.
- Hse KMY, Leung SK, Wei SHY. Resin-ionomer restorative materials for children: A review. *Aus Dent J* 1999; 44: 1-11.
- ISO 4049 Tannpleie - Polymerbaserte fyllings-, restaurerings- og sementeringsmaterialer. International Organization for Standardization (2000).
- ISO 9917-2 Tannpleie - Vannbaserte sementer - Del 2: Lysaktiverede sementer. International Organization for Standardization (1998).
- ISO 10477 Polymerbaserte krone og bro materialer. International Organization for Standardization (1992).
- ISO 10993-12 Biologisk evaluering av medisinsk utstyr - Del 12: Prøveframstilling og referansematerialer. International Organization for Standardization (2002).
- ISO 11609 Dentistry - Toothpastes. International Organization for Standardization (1995).
- Kopperud HM. Karakterisering av kompositte tannfyllingsmaterialer. *NIOM-rapport for Sosial- og helsedirektoratet*. 2005.
- Lov om medisinsk utstyr, 1995-01-12.
- Michelsen VB, Lygre H, Skalevik R, Tveit AB, Solheim E. Identification of organic eluates from four polymer-based dental filling materials. *Eur J Oral Sci* 2003; 111: 263-71.
- Retningslinjer for bruk av tannrestaureringsmaterialer. Sosial- og helsedirektoratet, IS-1086. 2003.

Forkortelser

2-HEMA	2-Hydroksyetylmetakrylat, monomer
BHA	<i>Tert</i> -butyl-4-metoksyfenol (Butylated Hydroxy Anisole), stabilisator
BHT	2,6-Di- <i>tert</i> -butyl-4-metylphenol, (Butylated Hydroxy Toluene) , stabilisator
Bis-EMA	2,2-[Isopropylidenbis(p-fenylenoksy)]dietylenmetakrylat, monomer
Bis-GMA	Bisfenol A-glycidyl dimetakrylat, monomer
Ch	Charisma
DAD	Diode Array Detector
DEGDMA	Dietylenglykoldimetakrylat, monomer
DX	Dyract eXtra
FLC	Fuji II LC
GC	Gas Chromatography (gasskromatografi)
GDMA	Glyserol-1,3-dimetakrylat
HMS	Helse, miljø og sikkerhet
I	Irriterende (RTECS klassifikasjon) (allergen)
ISO	International Organization for Standardization
LC	Liquid Chromatography (væskekromatografi)
M	Mutagent (RTECS klassifikasjon)
MMA	Metylmetakrylat, monomer
MS	Mass Spectrometry (massespektrometri)
NIST	National Institute of Science and Technology, USA
PHFQ	Photac Fil Quick
R	Reproduksjonsskadelig (RTECS klassifikasjon)
R _a	Ruhet (målt i mikrometer)
RF2	Revolution Formula 2
RTECS	Registry of Toxic Effects of Chemical Substances, National Institute for Occupational Safety and Health, USA
T	Tumorigent (RTECS klassifikasjon)
TC	Tetric Ceram
TEC	Tetric EvoCeram
TEGDMA	Trietylenglykoldimetakrylat, monomer
TPH	Spectrum TPH
UDMA	(Di)Uretandimetakrylat, monomer
UV	Ultrafiolett
UV-9	2-Hydroksy-4-metoksy benzofenon, stabilisator
Z100	Filtek Z100
Z250	Filtek Z250

Vedlegg

Resultater fra utløsningsanalyser. Fyllingsmaterialer i vann ved 37 °C. D = detektert.

Tabell 14: Utløste forbindelser fra Charisma i vann ved 37 °C.

Charisma	1 døgn	7 døgn	30 døgn
Bis-GMA	0,34 ± 0,07	0,24 ± 0,05	0,40 ± 0,05
Kamferkinon	-	D	-
TEGDMA	55 ± 6	60 ± 4	56 ± 6

Tabell 15: Utløste forbindelser fra Filtek Z100 i vann ved 37 °C.

Filtek Z100	1 døgn	7 døgn	30 døgn
Bis-GMA	0,09 ± 0,02	0,04 ± 0,02	0,06 ± 0,02
Etyl-4-dimetylaminobenzoat	0,29 ± 0,01	0,49 ± 0,09	0,27 ± 0,01
TEGDMA	16 ± 1	13 ± 4	4 ± 2

Tabell 16: Utløste forbindelser fra Filtek Z250 i vann ved 37 °C.

Filtek Z250	1 døgn	7 døgn	30 døgn
2-HEMA	0,07 ± 0,01	0,02 ± 0,01	0,13 ± 0,11
Bis-GMA	0,11 ± 0,01	0,07 ± 0,08	0,10 ± 0,02
Etyl-4-dimetylaminobenzoat	0,55 ± 0,14	1,4 ± 0,6	0,44 ± 0,11
Kamferkinon	D	-	-
TEGDMA	2,7 ± 0,4	1,5 ± 0,3	1,4 ± 0,4
UDMA	3,0 ± 0,3	3,3 ± 0,5	2,4 ± 0,3

Tabell 17: Utløste forbindelser fra Revolution Formula 2 i vann ved 37 °C.

Revolution Formula 2	1 døgn	7 døgn	30 døgn
Bis-GMA	0,13 ± 0,02	0,16 ± 0,01	0,15 ± 0,02
DEGDMA	D	D	D
EGDMA	D	D	D
Fenol	1,4 ± 0,4	2,2 ± 0,2	2,2 ± 0,3
Kamferkinon	D	D	D
TEGDMA	72 ± 7	106 ± 12	91 ± 22

Tabell 18: Utløste forbindelser fra Spectrum TPH i vann ved 37 °C.

Spectrum TPH	1 døgn	7 døgn	30 døgn
Etyl-4-dimetylaminobenzoat	0,29 ± 0,01	0,43 ± 0,11	0,27 ± 0,01
TEGDMA	27 ± 1	23 ± 2	17 ± 8

Tabell 19: Utløste forbindelser fra Tetric EvoCeram i vann ved 37 °C.

Tetric EvoCeram	1 døgn	7 døgn	30 døgn
2-HEMA	0,09 ± 0,01	0,20 ± 0,02	0,37 ± 0,00
Bis-GMA	0,26 ± 0,06	0,26 ± 0,05	0,17 ± 0,03
Etyl-4-dimetylaminobenzoat	0,32 ± 0,02	0,34 ± 0,03	0,26 ± 0,01
Kamferkinon	D	D	D
Trimetylheksametylendiisocyanat	D	D	D
UDMA	3,6 ± 0,2	4,5 ± 0,2	4,0 ± 0,7

Tabell 20: Utløste forbindelser fra Dyract eXtra i vann ved 37 °C.

Dyract eXtra	1 døgn	7 døgn	30 døgn
2-HEMA	0,9 ± 0,1	1,4 ± 0,4	3,3 ± 5,8
BHT	D	D	D
Etyl-4-dimetylaminobenzoat	1,7 ± 0,1	2,0 ± 0,02	1,5 ± 0,1
Hydroksypropylmetakrylat	D	D	D
Kamferkinon	D	D	D
TEGDMA	6,3 ± 1,1	6,8 ± 0,3	0,6 ± 0,4
Trimetylheksametylendiisocyanat	D	D	D
Trimetylyolpropantrimetakrylat	D	-	-

Tabell 21: Utløste forbindelser fra F2000 i vann ved 37 °C.

F2000	1 døgn	7 døgn	30 døgn
BHT	D	D	-
Etyl-4-dimetylaminobenzoat	3,1 ± 0,2	2,6 ± 1,1	1,4 ± 0,0
GDMA	D	D	D
Glycidylmetakrylat	0,85 ± 0,03	0,93 ± 0,24	0,56 ± 0,01
Kamferkinon	D	D	D

Tabell 22: Utløste forbindelser fra Fuji II LC i vann ved 37 °C.

Fuji II LC	1 døgn	7 døgn	30 døgn
2-HEMA	12 ± 10	2,6 ± 2,4	0,84 ± 0,62
Kamferkinon	D	D	D
UDMA	0,23 ± 0,11	-	-

Tabell 23: Utløste forbindelser fra Photac Fil Quick i vann ved 37 °C.

Photac Fil Quick	1 døgn	7 døgn	30 døgn
2-HEMA	12 ± 10	12 ± 3	11 ± 5
Kamferkinon	D	D	-
<i>Tert</i> -butyl-4-meoksyfenol	2,5 ± 1,0	3,4 ± 0,7	4,0 ± 0,5
UDMA	8,9 ± 0,5	9,3 ± 1,5	8,2 ± 0,5