

Digitalna holografška interferometrija - nova metoda mjerenja polimerizacijskoga skupljanja kompozitnih materijala

Alena Knežević¹
Nazif Demoli²
Zrinka Tarle¹
Marjan Šolc²

¹Zavod za dentalnu patologiju
Stomatološkog fakulteta
Sveučilišta u Zagrebu
²Institut za Fiziku, Zagreb

Sažetak

Polimerizacija kompozitnih materijala smatra se iznimno važnim čimbenikom dugotrajnosti kompozitnog ispuna. Kakvoća polimerizacije utječe na fizičko-mehanička svojstva, stabilnost boje, volumetrijske promjene restoracije te na biokompatibilnost samoga materijala. Neizbježna posljedica stvrdnjavanja kompozitnih materijala jest polimerizacijsko skupljanje. Iznos polimerizacijskoga skupljanja do sada se je mjerio s više različitih postupaka. Digitalna holografška interferometrija, opisana u ovome radu, jedini je postupak koji omogućuje da se izravno prati polimerizacijsko skupljanje u svakoj sekundi osvjetljavanja kompozitnog materijala. Vrijednosti polimerizacijskoga skupljanja dobivene ovim postupkom u okviru su veličina polimerizacijskoga skupljanja izmjerenih drugim postupcima.

Ključne riječi: kompozitni materijali, polimerizacijsko skupljanje, digitalna holografška interferometrija, program za obradbu interferograma.

Acta Stomat Croat
2005; 145-153

IZVORNI ZNANSTVENI
RAD
Primljeno: 22. travnja 2004.

Adresa za dopisivanje:

Alena Knežević
Zavod za dentalnu patologiju
Stomatološki fakultet
Sveučilište u Zagrebu
Gundulićeva 5, 10000 Zagreb
tel.: 01 48 02 113
fax: 01 48 02 159
e-mail: aknezevic@sfg.hr

Uvod

Polimerizacijsko skupljanje ili kontrakcija kemijska je reakcija svojstvena smolama. To je dimenzijska nestabilnost kompozitnih materijala uvjetovana polimerizacijom organske matrice. Ukupna veličina skupljanja za nepunjene smole iznosi 7,9%, a za punjene 2,5-5,5% prema Feilzeru (1), odnosno 1,67 - 5,65% prema Segueri (2).

U polimerizacijskom skupljanju sudjeluje nekoliko čimbenika: oblikovanje i priprava kaviteta, sastav kompozitnih materijala, način postavljanja kompozitnih materijala u kavitet i izvor svjetlosti.

Polimerizacijsko skupljanje utječe na kakvoću i dugotrajnost kompozitnog ispuna te se zato predlažu

različiti postupci da bi se ono otklonilo ili svelo na najmanju moguću mjeru: uporaba dentinskih adheziva i hibridizacija dentina, slojevito postavljanje kompozitnih materijala u kavitet, uvođenje novih monomernih sustava, te izbor optimalnog izvora svjetla za polimerizaciju.

Veličina polimerizacijskoga skupljanja može se mjeriti izravno: mjerenjem dimenzijskih promjena materijala nastalih tijekom procesa polimerizacije, ili posredno: ispitivanjem mikropropuštanja.

U izravna mjerenja ubrajaju se: dilatometrijski postupak (živin ili vodeni dilatometar), linometar, mjerenje razlika specifične težine i gustoće materijala, "strain-gauge" metoda i druge (3-5).

U posredne postupke mjerenja polimerizacijskoga skupljanja ubrajaju se mjerenja propuštanja određivanjem dubine prodora bakterija, zračnim tlakom, radioizotopima, elektromehaničkim ispitivanjima, penetracijom tekućine, elektronskom mikroskopijom te termičkim i mehaničkim cikliranjem (3, 4).

Najnoviji postupak mjerenja polimerizacijskoga skupljanja uporabom digitalne holografške interferometrije, koji je rađljen u ovome radu, po svojim se značajkama može ubrojiti u izravne postupke mjerenja polimerizacijskoga skupljanja kompozitnih materijala.

Interferogrami nastaju bilježenjem superpozicije dviju ili više valnih fronta koherentne svjetlosti. Neovisno o tipu interferometra, dobiveni zapis, koji se sastoji od dvodimenzijske raspodjele svijetlih i tamnih pruga, pokazuje neku razmjernu promjenu. Tumačenje promjene moguće je raščlambom raspodjele pruga (gustoća i orijentacija pruga) uz poznate početne uvjete valnih fronta (valna dužina svjetlosti, odnos divergencije, srednji kut) i poznavajući narav očekivane promjene (translacija, rotacija, deformacija, promjena indeksa loma).

Interferencija valova je pojava koja nastaje na mjestima presijecanja valova koherentne svjetlosti. Ona izražava modifikaciju intenziteta dobivenu superpozicijom na mjestu presijecanja valova i opažamo ju kao pojavu svijetlih i tamnih pruga na zaslonu. Pruge su rezultat konstruktivne i destruktivne interferencije. Konstruktivna interferencija nastaje na mjestima gdje su valovi u fazi, a destruktivna gdje su valovi međusobno pomaknuti u fazi za π , pa se brijeg jednoga poklapa s dolom drugog vala i oni se poništavaju. Vidljivost pruga interferencije (ili dubina modulacije sinusne rešetke) ovisi o parametrima kao što su: koherencija svjetlosti, stabilnost sustava, razlika optičkih puteva, itd. Sve te parametre nužno je optimalno uskladiti kako bi točnost određivanja raspodjele pruga bila što veća.

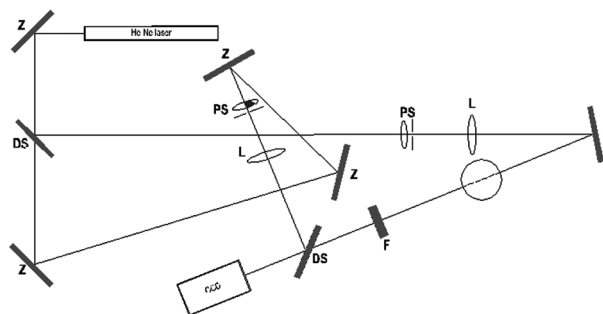
Klasična holografška interferometrija predmnijeva snimanje holograma (mokri postupak) i promatranje deformacija u realnome vremenu ili pak uporabom neke druge tehnike. No interferencijsku sliku moguće je izravno zabilježiti CCD kamerom i spremi u memoriju računala. Zbog male prostorne rezolucije CCD kamere treba paziti na ograničenja s obzirom na kut između snopova i otvora u sustavu.

Tako spremljena slika sadržava informaciju analognu postupku klasične holografške interferometrije. Digitalni pristup raščlambi interferograma ima cijeli niz prednosti s obzirom na programske mogućnosti računala. Primjerice, praćenje pomaka promatranog uzorka može se jednostavno automatizirati. Konačno, svi parametri pomaka dobivaju se brzo i objektivno (6-8).

Svrha rada bila je prikazati digitalnu holografšku interferometriju i program za obradbu interferograma kao jedinu od dosadašnjih ispitivanih metoda koja omogućuje praćenje polimerizacijskoga skupljanja u svakoj sekundi osvjetljavanja uzorka kompozitnoga materijala.

Materijali i postupci

Na Slici 1 prikazana je shema optičkog uređaja. Laserski snop je podijeljen s pomoću djelitelja snopa (DS1) na dva dijela. Jedan dio, vođen zrcalima (Z) i kolimiran prostornim širiteljem (PS1) i lećom (L1), reflektira se na klinastom djelitelju (DS2) te pada izravno na CCD kameru. Drugi dio, kolimiran prostornim širiteljem (PS2) i lećom (L2), reflektira se od zrcala (Z) te pada na zrcalo nosača uzorka. No-



Legenda / Legend:

- Z - zrcalo / mirror
- L1 - leća 1 / lens 1
- L2 - leća 2 / lens 2
- DS 1 - djelitelj snopa 1 / divisor 1
- DS 2 - djelitelj snopa 2 / divisor 2
- PS 1 - prostorni širitelj snopa 1 / space divisor 1
- PS 2 - prostorni širitelj snopa 2 / space divisor 2
- CCD - CCD camera
- F - filter

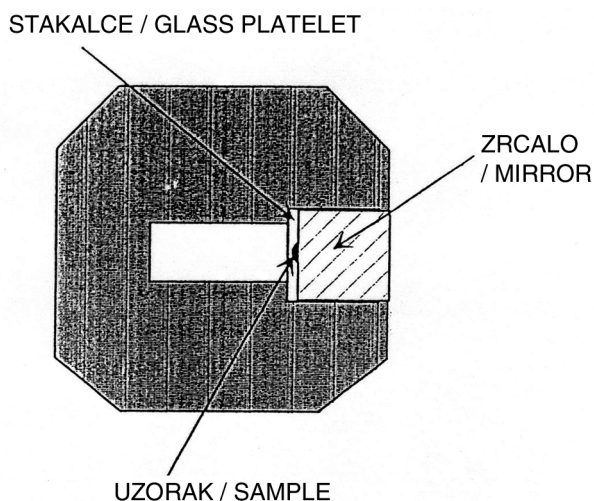
Slika 1. Shematski prikaz postave eksperimenta

Figure 1. Schematic representation of experimental set up

sač uzorka prikazan je na slici 2 a,b. On omogućuje da snop plave svjetlosti ($\lambda_p = 468 \text{ nm}$) s donje strane fotopolimerizira uzorak, a da se istodobno mjeri skupljanje ili rastezanje uzorka s pomoću laserske crvene svjetlosti ($\lambda_c = 633 \text{ nm}$).

Za potrebe mjerenja polimerizacijskoga skupljanja načinjeni su uzorci debljine 0,65 mm. Uzorak je smješten između dviju folija od kojih je svaka debela 0,75 mm. Takav uzorak smješten je u prsten od inoxa debljine 1 mm i stlačen između dviju okruglih inox ploča do debljine 1 mm tako da je ukupna debljina uzorka s folijom iznosila 1 mm. Uzorci kompozitnog materijala Spectrum TPH (Dentsply GmbH, Konstanz, Njemačka) polimerizirani su programom niskog intenziteta, 400 mW/cm^2 , Astralis 7 halogene žarulje (Vivadent, Schaan, Liechtenstein) te Lux-o-Max diodnim uređajem (Akeda Dental, Lystrup, Danska) koji prvih 10 sekundi emitira svjetlost jakosti 50 mW/cm^2 a ostalih 30 sekundi svjetlost jakosti 150 mW/cm^2 . Provedeno je po deset uzastopnih mjerenja. Tako dobivene vrijednosti rezultat su linearnog polimerizacijskog skupljanja.

Uzorak je stavljen na staklenu pločicu koja leži na pomičnome dijelu nosača uzorka iznad otvora za fotopolimerizaciju uzorka. Na uzorak (pokriven folijom) pomaknuto od ruba stavlja se staklena pločica, koja je s gornje strane naparena slojem aluminija (zrcalo) te služi za usmjeravanje snopa laserske svjetlosti (Slika 2 a, b).



Slika 2a. Shema nosača uzorka
Figure 2a. Schematic representation of sample holder

Dakle, dva snopa laserske svjetlosti interferiraju, jedan koji dolazi sa zrcala smještenog na površini uzorka i drugi koji dolazi s fiksnoga zrcala. CCD kamera bilježi tako nastalu interferencijsku sliku koja se dalje obrađuje računalno.

Raspodjelu intenziteta zabilježene interferencije možemo opisati s pomoću izraza:

$$I_p(x,y) = I_0(x,y) + I_1(x,y) \cos \varphi(x,y)$$



Slika 2b. Nosač uzorka s uzorkom
Figure 2b. Sample holder with the sample

u kojem je $I_0(x,y)$ pozadinski intenzitet, $I_1(x,y)$ je amplituda i $\varphi(x,y)$ relativna faza između dvaju interferirajućih valova.

Nakon deformacije (ili pomaka) uzorka imamo

$$I_k(x,y) = I_0(x,y) + I_1(x,y) \cos[\varphi(x,y) + \Delta\varphi(x,y)]$$

u kojemu je $\Delta\varphi$ promjena faze nastala deformacijom uzorka. U gornjoj jednadžbi pretpostavili smo da je promjena mala i da ne utječe na pozadinski intenzitet i amplitudu interferencijskih pruga.

Promjena faze i stvarni trodimenzijski vektor pomaka povezani su relacijom:

$$\Delta\varphi(x,y) = \frac{2\pi}{\lambda} \left(\frac{\rho}{k_r} - \frac{\rho}{k_p} \right) \cdot d(x,y)$$

u kojoj je λ duljina vala laserske svjetlosti, $\frac{\rho}{k_r}$ i $\frac{\rho}{k_p}$ su vektori rasvjete i promatranja, a $\frac{\rho}{d}$ je vektor po-

maka. Vidimo da su k_r i k_p gotovo kolinearni, pa vrijedi relacija:

$$\Delta\varphi(x,y) = 2d\frac{2\pi}{\lambda}$$

odakle slijedi da za

$$d = n \cdot \frac{\lambda}{2}$$

dobivamo maksimum (svijetlu prugu), a za

$$d = (2n - 1) \frac{\lambda}{2}$$

dobivamo minimum (tamnu prugu).

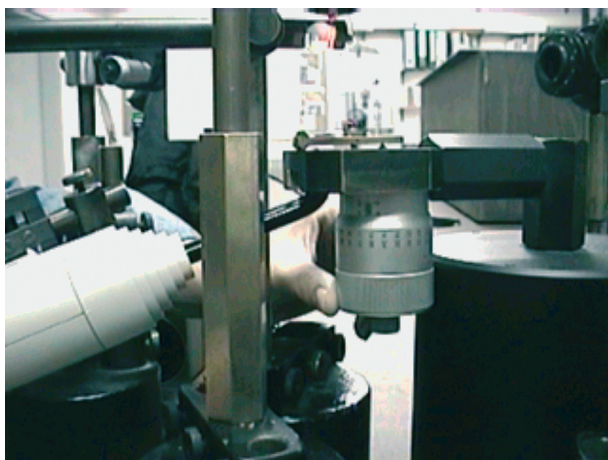
U gornjim jednadžbama n označava redni broj pruge.

Pomak d zakreće zrcalo koje leži na uzorku što rezultira povećanjem gustoće pruga na CCD kameri. To zakretanje može se kompenzirati mikrometarskim vijkom s preciznim očitanjem ($2\ \mu\text{m}$). Ako konačni pomak (linearno skupljanje) uzorka označimo s x , tada vrijedi:

$$d = 0,375x$$

gdje je 0,375 faktor prijenosa nosača uzorka.

Dakle, mikrometarskim vijkom (Slika 3) određujemo konačno linearno skupljanje uzorka, a račlanbom interferencijske slike dobivamo vremensko ponašanje debljine uzorka od početnoga stanja do konačnog.



Slika 3. Mikrometarski vijak
Figure 3. Micrometer screw

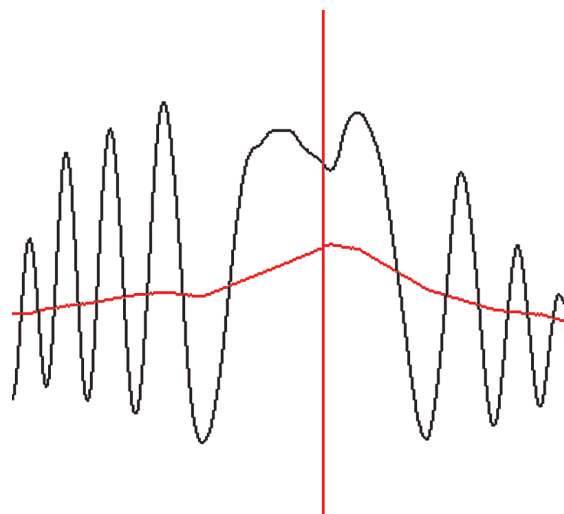
Program za obradbu interferograma

Snimljeni interferogrami nalaze se u datotekama od oko 70 slika. One su komprimirane u AVI datoteku s jednim od na računalu raspoloživih kompresorskih algoritama. Slike su snimljene u intervalima od 1 sekunde, a početak mjerenja se podudara s prvom slikom.

Odabrana se datoteka učitava i dekomprimira u pojedine interferograme, koji su tada spremni za obradbu. Prvi stupanj pripreme slike normalizacija je raspona razine interferograma. Slike su snimljene monokromatski s okomitom rezolucijom od 8 bitova po pixelu. Budući da najčešće slike nisu u intervalu od razine 0 za crno pa do razine 255 za bijelo, sliku treba normalizirati kako bi se nalazila u željenom intervalu vrijednosti, od 0 do 255, i kako bi se oduzela eventualna izdignutost cijele slike iz razine pozadine.

Tako obrađenu sliku potrebno je filtrirati kako bi se uklonile smetnje neželjenih interferencija i kako bi se istaknuo koristan signal. Filtracija se izvodi višestrukom uporabom Gausova niskopropusnog filtra matrice.

Taj će se filter upotrijebiti 15 puta za redom nakon čega se interferogram ponovno normalizira kako bi se vratio maksimalan raspon podataka od 0 do 255. Nakon normalizacije, filtracije i ponovne normalizacije, interferogram je spreman za brojenje pruga.



Slika 4. Histogram pruga interferencije
Figure 4. Histogram of stripe counting

Brojenje pruga interferencije izvodi se vodoravno, s lijeva na desno. Za početak brojenja potrebno je odrediti središte krugova interferencije od kojega počinje brojenje.

Na Slici 4 histogram prikazuje amplitudu signala odabranog reda crnom bojom. Crvena okomita linija označava odabrani vodoravni položaj od kojega će početi brojenje pruga na desno. Brojenje pruga izvodi se tako da se broji svaki prolazak linije histograma preko crvene vodoravne linije, koja je niskopropusno filtrirana srednja vrijednost vrhova i dolova vala histograma.

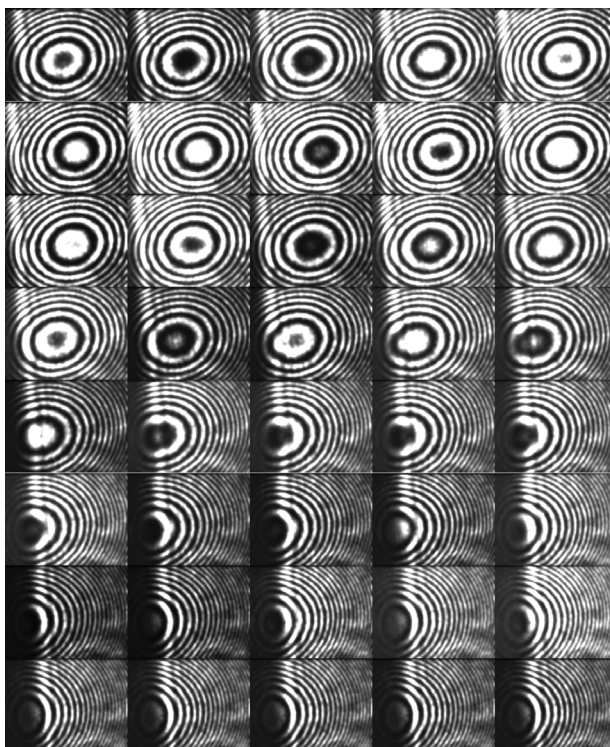
Histogram mora pokazivati lijepe glatke valove. Ako su valovi neravni, potrebno je povećati broj filtracija Gausova filtra. Ako pak amplituda valova previše pada s povećanjem njihove frekvencije, po-

trebno je smanjiti broj filtracija Gausova filtra. Nakon što se središte pravilno smjesti, broje se presjecišta krivulje i srednje vrijednosti te se vrijednost pohranjuje u Excel tablicu.

Rezultati mjerenja polimerizacijskoga skupljanja očitani su na tri načina. Prvi je način prikaz interferometrijske slike na računalu u obliku filma, odnosno niza od 40 slika, od kojih svaka odgovara jednoj sekundi osvjetljavanja.

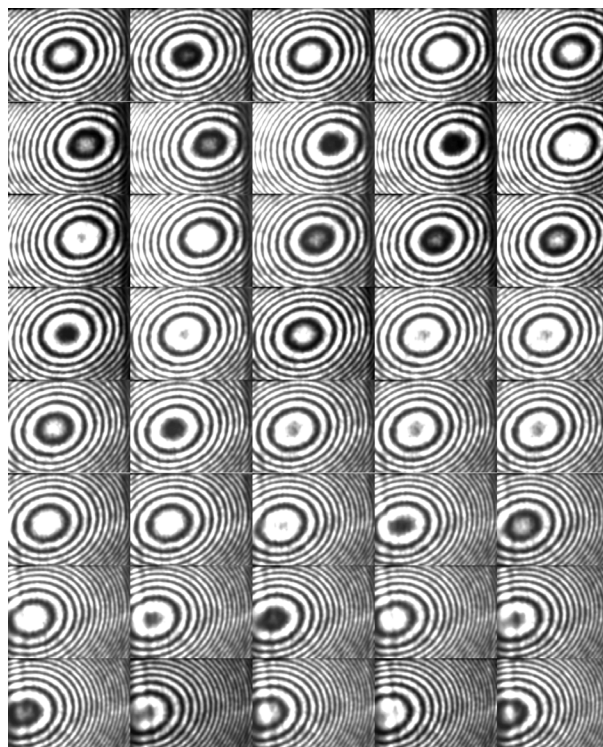
Drugi način skupljanja očitano je bilježenjem razlike u pomaku na mikrometerskome vijku na početku i na kraju mjerenja.

Treći način dobivenih vrijednosti polimerizacijskoga skupljanja jest preko navedenih formula te programa za obradbu interferograma.



Slika 5a. Polimerizacijsko skupljanje Spectrum TPH kompozitnoga materijala tijekom 40 sekundi polimerizacije "programom niskog intenziteta" Astralis 7 halogenog uređaja (smjer promatranja: od prvoga reda s lijeva na desno te se nastavlja istim slijedom u svakom sljedećem retku. Prva sličica u nizu predstavlja 1. sekundu, a zadnja predstavlja 40. sekundu)

Figure 5a. Polymerization shrinkage of Spectrum TPH composite material during 40 seconds of illumination with "low intensity" program of the Astralis 7 halogen curing unit



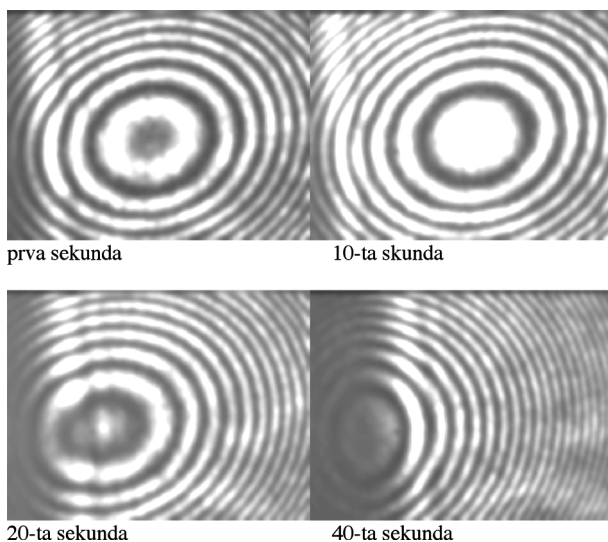
Slika 5b. Polimerizacijsko skupljanje Spectrum TPH kompozitnoga materijala tijekom 40 sekundi polimerizacije Lux-o-Max uređajem (smjer promatranja: od prvoga reda s lijeva na desno te se nastavlja istim slijedom u svakom sljedećem retku. Prva sličica u nizu predstavlja 1. sekundu, a zadnja predstavlja 40. sekundu)

Figure 5b. Polymerization shrinkage of Spectrum TPH composite material during 40 seconds of illumination with Lux-o-Max curing unit

Rezultati

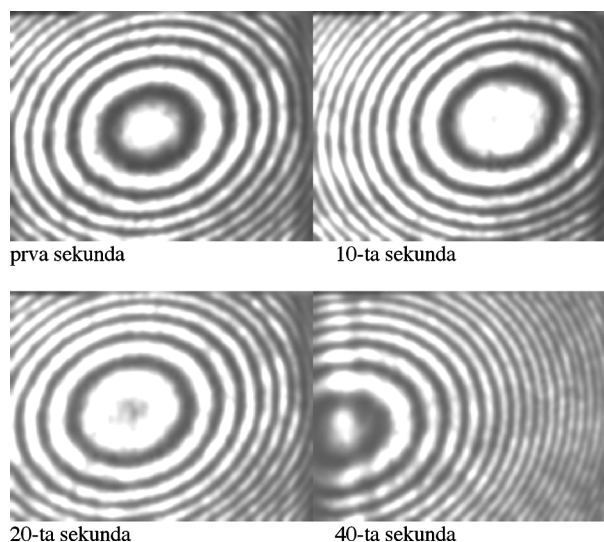
Na Slici 5a prikazano je polimerizacijsko skupljanje Spectrum TPH kompozitnog materijala tijekom osvjetljavanja programom “niskog intenziteta” Astralis 7 halogene žarulje a na Slici 5b polimerizacijsko skupljanje tijekom osvjetljavanja Lux-o-Max uređajem. Na Slici 6a i 6b prikazana je interferometrijska snimka na početku osvjetljavanja (središnja kružnica u sredini slike), te njezin pomak, odnosno skupljanje kompozitnog materijala u 10-toj, 20-toj i 40-toj sekundi osvjetljavanja.

Početna slika za oba izvora svjetla je ista. Kod halogenog uređaja na Slici 6a, koja prikazuje polimerizacijsko skupljanje u 10-toj sekundi, vidi se minimalni pomak središta kružnice udesno, što predstavlja u literaturi opisivanu tzv. “početnu ekspanziju”, za razliku od LED uređaja (Slika 6b) gdje se vidi veći pomak središta pruge udesno. Budući da je intenzitet halogenog uređaja veći, ekspanzija se događa unutar prvih nekoliko sekundi pa maleni odklon udesno u 10-toj sekundi već predstavlja vraćanje središta pruge prema središtu i pomak ulijevo, što označava početak polimerizacijskoga skupljanja.



Slika 6a. Polimerizacijsko skupljanje Spectrum TPH kompozitnog materijala polimeriziranoga “programom niskom intenziteta” Astralis 7 halogenog uređaja u prvoj, 10-toj, 20-toj i 40-toj sekundi osvjetljavanja

Figure 6a. Polymerization shrinkage of Spectrum TPH composite material polymerized with “low intensity” program of the Astralis 7 halogen curing unit in the 10th, 20th and 40th second of illumination



Slika 6b. Polimerizacijsko skupljanje Spectrum TPH kompozitnoga materijala polimeriziranoga Lux-o-Max uređajem u prvoj, 10-toj, 20-toj i 40-toj sekundi osvjetljavanja

Figure 6b. Polymerization shrinkage of Spectrum TPH composite material polymerized with Lux-o-Max curing unit in the 10th, 20th and 40th second of illumination

U Tablici 1 dane su srednje vrijednosti provedenih mjerenja očitane mikrometarskim vijkom (μm) te izračunane programom za obradbu interferograma (%).

Za polimerizacijsko skupljanje očitano mikrometarskim vijkom moguće je očitati samo konačni iznos skupljanja, pa su zato rezultati zabilježeni nakon 40 sekundi osvjetljavanja. Prigodom obradbe rezultata programom za obradbu interferograma dane su vrijednosti u postotcima (%) u 10-toj, 20-toj i 40-toj sekundi.

Rasprava

Stvrdnjavanje, odnosno polimerizacija kompozitnih materijala uvijek je povezana sa skupljanjem zbog stvaranja kratkih kovalentnih sveza između monomera. Posljedica toga obično je mikropukotina između kompozitnog ispuna i stijenki kaviteta s posljedičnim mikropropuštanjem i mogućom iritacijom pulpe, toplinskom osjetljivošću i sekundarnim karijesom. Može se reći da je polimerizacijsko skupljanje jedan od glavnih čimbenika koji određuje klini-

Tablica 1. Polimerizacijsko skupljanje Spectrum TPH kompozitnoga materijala polimeriziranoga programom "niskog intenziteta" Astralis 7 halogenog uređaja i Lux-o-Max uređajem

Table 1. Polymerization shrinkage of Spectrum TPH composite material polymerized with "low intensity" program of the Astralis 7 and Lux-o-Max curing unit

Izvor svjetla / Source illumination	POLIMERIZACIJSKO SKUPLJANJE / POLYMERISATION SHRINKAGE Spectrum TPH kompozitnoga materijala / Spectrum TPH composite material			
	Rezultati dobiveni programom za obradbu interferometrije (% linearno skupljanje) ($x \pm sd$) / Results of the program for processing the interferogram (% linear shrinkage) ($x \pm sd$)			Rezultati dobiveni mikrometerskim vijkom (μm) / ($x \pm sd$) / Results with micrometer screw (μm) ($x \pm sd$)
	10 sekundi / 10 second	20 sekundi / 20 second	40 sekundi / 40 second	40 sekundi / 40 second
Program "niskog intenziteta" Astralis 7 halogenog uređaja / "Low intensity" program Astralis 7 halogen lamps	0.23±0.32	0.58±0.71	0.83±0.39	53.2±1.08
Lux-o-Max uređaj / Lux-o-Max diode device	-0.01±0.29	0.21±0.42	0.78±0.98	42.6±0.98

čku vrijednost i dugotrajnost kompozitnog ispuna (3, 9).

Konvencionalne metode za mjerenje polimerizacijskoga skupljanja uključuju vodeni i živin dilatometar kojim se mjeri ukupno polimerizacijsko skupljanje tijekom osvjetljavanja kompozitnih materijala te "strain guage/transducer" metoda koja bilježi polimerizacijsko skupljanje nakon gel točke polimerizacijskog procesa (10). Tehnika kojom su obuhvaćene spomenute dvije tzv. je "bonded-disk" metoda koja se rabi za određivanje "okvirnog" (približnog) iznosa polimerizacijskog skupljanja (11). Njome se disk (debljine približno 7-9 mm) restaurativnoga materijala stavlja na staklenu pločicu (približne debljine 1 mm) te sveza uzorka (restaurativnoga materijala) sa supstratom (staklena pločica) približno daje rezultat volumetrijskog skupljanja prema jednoj osi (prema središtu) (11).

Svaka od tih tehnika ima svoje prednosti i nedostatke. Živin dilatometar potencijalno je štetnoga učinka i veoma je osjetljiv na termičke promjene (12).

Postupak "vodenog dilatometra" također je jako ovisan o temperaturi, a na rezultate mjerenja također može utjecati i apsorpcija vode u restaurativni materijal (13).

"Bouyancy metoda" nije osjetljiva na promjene temperature, ali je vrlo osjetljiva na mjehuriće zraka apsorbirane na površini restaurativnoga materijala (9).

Tehnike za mjerenje linearnoga polimerizacijskog skupljanja, kao što su uporaba linometra te "contact displacement transducer" postupak, manje su osjetljive na utjecaj okolnih čimbenika, ali se potencijalne pogreške mogu javiti pod utjecajem gravitacijskoga opterećenja mjernog sustava (14).

Jedna od često opisivanih metoda za mjerenje volumetrijskog polimerizacijskog skupljanja koja daje ukupan iznos skupljanja jest i metoda uporabe "piknometra" koja je neovisna o utjecaju temperaturnih promjena, a temelji se na mjerenju volumena smole prije i poslije polimerizacije (9).

Rezultati polimerizacijskoga skupljanja dobiveni linearnim ili volumetrijskim postupcima podudaraju se samo u slučaju tzv. "homogenoga skupljanja", tj. kada se restaurativni materijal skuplja jednoliko uzduž svih triju dimenzija tijekom osvjetljavanja uređajem za polimerizaciju (11).

Već se od prije zna da je polimerizacijsko skupljanje ovisno o većem broju čimbenika, među kojima su najznačajniji: intenzitet uređaja za polimerizaciju, sastav kompozitne smole, vrijeme osvjetljava-

vanja i temperatura (bilo zbog izvora svjetla ili zbog kemijskih reakcija u materijalu koje se događaju tijekom samog procesa polimerizacije) (15-17). Također se zna da polimerizacijski proces može biti podijeljen u dvije faze: pregelacijsku i postgelacijsku fazu. Međufaza, odnosno gel-točka, jest trenutak kod kojega "nema povratka", to je trenutak stvrdnjavanja materijala. Polimerizacijsko skupljanje javlja se i u pregelacijskoj i postgelacijskoj fazi. Skupljanje koje nastaje u pregelacijskoj fazi (nestvrdnuti kompozit) može biti kompenzirano "tečenjem" materijala (18).

Digitalna holografška interferometrija razmjerno je jednostavan postupak mjerenja polimerizacijskog skupljanja kompozitnih materijala, to više što omogućuje dvostruki nadzor iznosa skupljanja: izravnim očitavanjem polimerizacijskog skupljanja na mikrometru kao rezultat pomaka mikrometerskoga vijka prije i nakon prestanka polimerizacije, te naknadnog preračunavanja broja pruga uz ne samo slikovni već i broječni iznos skupljanja u svakoj sekundi osvjetljavanja. Sve prije spomenute metode daju konačan iznos skupljanja a ne pokazuju kakav je tijek skupljanja tijekom procesa iluminacije kao što omogućuje digitalna holografška interferometrija. Upravo je zbog toga ta metoda vrlo važna za procjenu kakvoće pojedinih polimerizacijskih uređaja (različitog intenziteta tj. polimerizacijskih programa) i kompozitnih materijala. Zbog toga smo kao prikaz tijekom polimerizacijskog skupljanja izabrali uređaje temeljene na hladnom izvoru svjetla i nižeg intenziteta (LED uređaj Lux-o-Max) te halogenog uređaja višeg intenziteta (Astralis 7). Početna faza polimerizacijskoga procesa na interferografskim slikama vidi se kao negativan pomak ili ekspanzija ($-0,1 \pm 0,29\%$ za Lux-o-Max uređaj), odnosno pomak udesno, a polimerizacijsko se skupljanje vidi kao pomak ulijevo (Slika 5a,b; 6a,b). Početna ekspanzija opažena je i kod osvjetljavanja programom niskoga intenziteta Astralis 7 halogenog uređaja, ali zbog ujednačenosti jakosti svjetla (kontinuirano osvjetljavanje jakosti 400 mW/cm^2) opaženo je samo unutar prvih pet sekundi (Slika 5a, 6a). Produžena ekspanzija opažena je kod osvjetljavanja Lux-o-Max diodnim uređajem, što se pripisuje nižim početnim intenzitetom svjetla (prvih 10 sekundi jakost 50 mW/cm^2) (Slika 5b, 6b). Ukupno skupljanje nakon 40 sekundi osvjetljavanja uzorka kompozitnog materijala veće je kod halogenoga nego kod diodnoga uređaja, što se vidi iz Tablice 1. Takav prikaz tijekom polimerizacijskoga

skupljanja nije bio ostvariv ni s jednim od spomenutih i do sada opisanih postupaka za mjerenje polimerizacijskoga skupljanja u stručnoj literaturi, premda su rezultati polimerizacijskoga skupljanja dobiveni u ovom ispitivanju u skladu s rezultatima polimerizacijskoga skupljanja izmjerenih od drugih autora: Meiers i suradnici izmjerili su vrijednosti linearnoga polimerizacijskog skupljanja u granicama od 0,8 do 1% (19); Goldman (20), Watts i suradnici (21), Feilzer i suradnici (22), te De Gee i suradnici (14) dobili su vrijednosti od 0,52 do 0,99% linearnoga skupljanja.

Zaključak

Postupak digitalne holografške interferometrije omogućuje izravno očitati ukupno polimerizacijsko skupljanje kompozitne smole neposredno nakon prestanka osvjetljavanja kao rezultat razlike u pomaku, tj. promjeni volumena prije i nakon polimerizacije uzorka s jedne strane, a s druge strane omogućuje slikovito praćenje zbivanja na ekranu računala u svakoj sekundi tijekom polimerizacijskoga procesa. Taj postupak omogućuje također dvostruki nadzor konačnoga skupljanja: iznos skupljanja određen mikrometerskim vijkom podudara se s iznosom skupljanja izračunanog iz promjene broja pruga nakon 40 sekundi osvjetljavanja uzorka kompozitnoga materijala uređajem za polimerizaciju.

Literatura

1. FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Increased wall to wall curing contraction in thin bonded resin layers. *J Dent Res* 1989; 68: 48-50.
2. SEGUERA A, DONLY KJ, CROLL TP. The effect of polymerization shrinkage during veneer placement. *Quintessence Int* 1992; 23: 629-32.
3. REES JS, JACOBSEN PH. The polymerization shrinkage of composite resins. *Dent Mater* 1989; 5: 41-4.
4. PARK SH, KREJCI I, LUTZ F. Consistency in the amount of linear polymerization shrinkage in syringe-type composites. *Dent Mater* 1999; 15: 442-6.
5. TARLE Z, MENIGA A, RISTIĆ M, ŠUTALO J, PICHLER G, DAVIDSON CL. The effect of the photopolymerization method on the quality of composite resin samples. *J Oral Rehabil* 1998; 25: 436-42.
6. PEDRINI G, FRONING P, TIZIANI HJ, SANTOYO FM. Shape measurement of microscopic structures using digital holograms. *Optics Communications* 1999; 164: 257-68.

7. DEMOLI N, KNEŽEVIĆ A, TARLE Z, MENIGA A, ŠUTALO J, PICHLER G. Digital laser interferometry for measuring of the resin composite thickness variation during blue light polymerization. *Optics Communications* 2004; 231: 45-51.
8. DEMOLI N, PICHLER G, KNEŽEVIĆ A, TARLE Z, MENIGA A, ŠUTALO J. Measurement of the composite resin thickness variations using digital intererometry. *Proceedings of SPE* 2003; 5144: 343-9.
9. COOK WD, FORREST M, GOODWIN AA. A simple method for the measurement of polymerization shrinkage in dental composites. *Dent Mater* 1999; 15: 447-9.
10. WATTS DC, CASH AJ. Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible light cured materials: methods development. *Dent Mater* 1991; 7: 281-7.
11. WATTS DC, MAROUF AS. Optimal specimen geometry in bonded-disk shrinkage-strain measurements on light cured biomaterials. *Dent Mater* 2000; 16: 447-51.
12. DE GEE AJ, DAVIDSON CL, SMITH A. A modified dilatometer for continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials. *J Dent* 1997; 9: 36-42.
13. LAI JH, JOHNSON AE. Measuring polymerization shrinkage of photoactivated restorative materials by a water-filled dilatometer. *Dent Mater* 1993; 9: 169-43.
14. DE GEE AJ, FEILZER AJ, DAVIDSON CL. True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer. *Dent Mater* 1993; 9: 11-4.
15. KNEŽEVIĆ A, TARLE Z, MENIGA A, ŠUTALO J, PICHLER G, RISTIĆ M. Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. *J Oral Rehabil* 2001; 28: 586-91.
16. TARLE Z, KNEŽEVIĆ A, MENIGA A, ŠUTALO J, PICHLER G. Polymerization kinetics of composites cured by low intensity blue superbright LED's (abstract). *J Dent Res* 1999; 78: 395.
17. MENIGA A, KNEŽEVIĆ A, TARLE Z, ŠUTALO J, PICHLER G. The efficiency of different light sources for composite curing (abstract). *J Dent Res* 1999; 78: 395.
18. SWIFT EJ. Visible light curing. *J Esthet Rest Dent* 2001; 13: 16-7.
19. MEIERS JC, KAZEMI R, MEIER CD. Microleakage of packable composite resins. *Oper Dent* 2001; 26: 121-6.
20. GOLDMAN M. Polymerization shrinkage of resin based restorative materials. *Austr Dent J* 1983; 28: 156-61.
21. WATTS DC, HINDI AA. Intrinsic "soft-start" polymerization shrinkage kinetics in an acrylate based resin composite. *Dent Mater* 1999; 15: 39-45.
22. FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Curing contraction of composites and glass-ionomer cements. *J Prosthet Dent* 1998; 59: 297-300.