



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

치의학석사학위논문

# Bulk fill 복합레진의 중합수축역학

2015년 2월

서울대학교 치의학대학원

치 의 학 과

원승연

# Bulk fill 복합레진의 중합수축역학

지도교수 이 인 복

이 논문을 치의학석사학위논문으로 제출함

2014 년 10 월

서울대학교 치의학대학원

치의학과

원승연

원승연의 석사학위논문을 인준함

2014 년 11 월

위 원 장     임 범 순     (인)

부위원장     이 인 복     (인)

위    원     백 승 호     (인)

## 요약(국문초록)

본 연구의 목적은 새로운 bulk-fill 복합레진의 중합수축의 동력학을 기존의 methacrylate 계열의 복합레진과 비교 분석하는 것이다.

두 종의 bulk-fill 복합레진: non-flowable (QuixFil, Dentsply, Constance, Germany))과 flowable (Filtek Bulk Fill, 3M ESPE, St Paul MN, USA), 두 종의 conventional 복합레진: non-flowable (Filtek Z250, 3M ESPE, St Paul MN, USA)과 flowable (Filtek Z350 XT, 3M ESPE, St Paul MN, USA)의 중합수축의 동력학을 자체 제작한 장비를 이용하여 비교하였다. 광중합 시 발생하는 중합수축과 중합수축응력을 각각 modified bonded disc 방법과 feedback 시스템을 이용하여 600 초 동안 측정하였다. 수집된 데이터의 평균 비교를 위하여 one-way ANOVA와 사후검정 (Duncan-hoc)을 실시하였다( $\alpha=0.05$ ).

광중합 시작 후 600 초 경과시의 중합수축은 2.07-3.66% 였다. Filtek Z350 XT 에서 가장 높았으며, Filtek Bulk Fill > Filtek Z250  $\approx$  QuixFil 순으로 감소하였다( $p < 0.05$ ). 중합수축응력은 2.05-5.40 MPa 이었다. Filtek Z350 XT 에서 가장 큰 값을 보였으며, Filtek Bulk Fill 이 가장 낮은 값을 보였다( $p < 0.05$ ).

Flowable 복합레진에서 Filtek Bulk Fill 은 Filtek Z350 XT 보다 더 낮은 중합수축과 중합수축응력을 보였다. Non-flowable

복합레진에서 Filtek Z250 과 비교 시 QuixFil 의 중합수축은 차이가 없었고, 중합수축응력은 더 크게 나타났다.

.....  
주요어: Bulk-fill 복합레진, Conventional 복합레진, Non-flowable 복합레진, Flowable 복합레진, 중합수축, 중합수축응력  
학 번: 2011-22460

## 목차

I. 서론	1
II. 실험 재료 및 방법	4
III. 실험 결과	8
IV. 고찰	9
V. 결론	13
참고문헌	14
표 및 그림	17

## 표 및 그림 목차

Table 1. Materials used in this study

Table 2. The polymerization shrinkage (%) and shrinkage stress (MPa) of composites

Fig.1. Experimental set-up for the measurement of polymerization shrinkage using an LVDT probe.

Fig.2. Instrument for the measurement of polymerization shrinkage stress using a voice coil motor with feedback mechanism.

Fig.3. Representative curves of the polymerization shrinkage of composites.

Fig.4. Representative curves of the polymerization shrinkage stress of composites.

Fig.5. Polymerization shrinkage (%) of composites.

Fig.6. Shrinkage stress (MPa) of composites.

# I. 서론

복합레진은 1960년대 심미적 수복 재료로 소개된 이후 직접수복에 있어서 가장 널리 사용되고 있다<sup>1)</sup>. 복합레진이 보여준 수복 재료로서의 성공으로 인하여 이에 대한 물리적, 기계적인 성질과 사용방법에 대한 연구가 활발히 진행되었다<sup>2)</sup>. 하지만 여전히 존재하는 복합레진의 중합수축응력과 관련된 여러 가지 문제점들은 사용을 주저하게 만드는 요인이 된다<sup>2)</sup>.

복합레진의 중합은 dimethacrylate 단량체 사이에 교차결합이 형성되면서 일어난다<sup>3)</sup>. 중합 전 단량체들 사이에서는 van der wall force가 존재 하는데, 중합이 시작되면 단량체들 간에 공유결합이 형성되어 거리가 줄어들게 된다<sup>4,5)</sup>. 이 과정에서 발생하는 수축은 수복물과 와동의 계면 사이의 접촉으로 인해 억제되는데 이는 재료 내부나 와동의 계면에 응력을 유발시킨다<sup>1,6)</sup>. 이 때 유발되는 수축응력의 양은 수복물의 점도나 elastic modulus 등의 물리적 성질에 영향을 받는다<sup>4-7)</sup>. 수복 되는 와동의 형태에 의해서도 영향을 받는데, 이 경우에는 비 접촉면에 대한 접촉면의 비율인 C-factor에 의존한다<sup>5,7)</sup>. 또한 충전과 중합방법에 의해서도 응력은 달라진다<sup>7)</sup>.

중합반응에서 발생한 응력으로 인하여 de-bonding, 미세누출, 변연부의 틈 형성으로 인한 이차우식증, 치수 충혈, 술 후 민감증 그리고 교두굴곡이 발생할 수 있다<sup>1,2,8)</sup>. 복합레진의 중합수축응력을 감소시키기 위하여 많은 연구가 진행되었고 몇 가지 방법이 제시되었다. 첫째는 나노 크기의 필러를 사용하여 무기질 필러의



함량을 증가시켜 단위 부피당 반응기의 수를 감소시키는 것이다<sup>4,9)</sup>. 그러나 무기질 필러의 증가는 점도의 문제로 제한 될 수 밖에 없다<sup>6,9)</sup>. 둘째는 단위 반응기당 유기 기질의 분자량을 증가시키는 것이다<sup>4)</sup>. 셋째는 C-factor를 고려하여, 충전 시 접촉면을 최소화시킬 수 있게 적층충전을 하는 것이다<sup>4)</sup>. 또한 낮은 탄성계수를 가지는 base의 사용, 광조사 조절법 등이 직접레진 수복시의 중합수축을 줄이기 위해 제안 되었다<sup>2)</sup>.

지금까지 적층충전법은 직접 레진수복시 중합수축응력을 줄이고, 적절한 광조사 깊이를 얻기 위한 표준 술식이었다<sup>2,10)</sup>. 하지만 이러한 방법은 충전과 광조사를 반복하는데 많은 시간이 소비된다는 단점이 존재한다<sup>11)</sup>. 충전술식을 간소화하고 진료시간을 단축시키기 위하여 여러 제조사들이 4 mm 두께를 한 번에 중합하여 충전할 수 있는 bulk-fill 복합레진을 출시하였다<sup>1)</sup>. 제조사의 주장에 의하면 bulk-fill 복합레진은 필러의 함량과 크기, 레진 기질 그리고 initiation system을 개량하여 4 mm 의 깊이에서도 적당한 중합도와 가지며, 기존의 복합레진과 비교했을 때 비슷한 정도의 기계적 성질을 보인다고 하였다<sup>4,10,12)</sup>.

Bulk-fill 복합레진의 가장 큰 장점은 적층충전과 중합의 단계를 줄여서 치료 시간을 단축시킨다는 것이다<sup>12)</sup>. 또한 conventional 복합레진과 비교 하였을 때 수축응력과 교두굴곡이 감소하였다고 한다<sup>2,12)</sup>. Bulk-fill 복합레진은 광조사시의 투과성을 확보하기 위하여 무기질 필러의 함량을 줄이고 크기를 키웠다<sup>10,12)</sup>. 이 결과 심미적 성질과 물리적 성질이 악화 되었으며, 표면 거칠기는 증가

되었다<sup>12)</sup>. 물리적 성질이 안 좋은 bulk-fill 복합레진의 경우 conventional 복합레진의 capping layer가 필요로 한다. 이 경우 bulk-fill 복합레진의 가장 큰 장점인 수복시간의 단축이 사라지게 된다<sup>12)</sup>.

본 연구의 목적은 새로운 bulk-fill 복합레진의 중합수축의 동력학을 기존의 methacrylate 계열의 복합 레진과 비교 분석하는 것이다. 본 연구의 귀무가설은 “bulk-fill 복합레진의 중합수축과 중합수축응력이 기존의 methacrylate 기질의 복합레진과 차이가 없다” 이다.

## II. 실험 재료 및 방법

### 1. 실험 재료

실험에 두 종의 bulk-fill 복합레진: non-flowable (QuixFil, Dentsply, Constance, Germany))과 flowable (Filtek Bulk Fill, 3M ESPE, St Paul MN, USA), 두 종의 conventional 복합레진: non-flowable (Filtek Z250, 3M ESPE, St Paul MN, USA)과 flowable (Filtek Z350 XT, 3M ESPE, St Paul MN, USA) 을 사용하였다(Table 1).

### 2. 중합수축의 측정

받침대용 슬라이드글라스(Mariefeld, Lauda-Konigshofen, Germany) 위에 일정양의 실험용 복합레진을 올리고, 시편의 두께를 조절하기 위하여 슬라이드 글라스 위에 0.5 mm 두께의 금속 와이어를 올려놓아 space stoper로 사용하였다. 실험용 복합레진 위에 가로 세로 각각 18 mm 두께 0.14 mm의 커버 글라스(Mariefeld)를 덮고 다른 슬라이드 글라스를 이용하여 커버 글라스가 stoper에 닿을 때까지 위에서 눌렀다(Fig 1a).

Watt와 Cash(1991)가 사용한 방법과 같이 LVDT를 이용하여 선형중합수축을 측정 할 수 있는 장치를 제작하였다. Micrometer (Mitutoyo, Kawasaki, Japan)를 부착한 vertical stage (Micro Motion Technology, Buchen, Korea) 상방에 LVDT probe AX-1 (Solartron Metrology, West Sussex, UK)를 장착하고 LVDT

probe 하방에는 시편을 올려놓을 수 있는 원형의 금속링을 위치하고, 금속링 하방에는 복합레진 시편을 중합시키기 위한 광조사기의 tip 끝이 놓였다.

Probe의 calibration은 vertical stage에 달려 있는 micrometer를 이용하여 출력전압 10 V/mm가 되도록 조정하였다. 신호처리 회로와 저역 통과 필터를 거쳐 잡음이 제거된 신호는 National instrument사(Mopac Expwy, Austin, TX, U.S)의 데이터 획득 장치인 PCI-6024를 거쳐 디지털신호로 바뀐 후 역시 동사의 데이터 획득 및 분석 소프트웨어 Labview를 이용하여 파일로 저장되었다.

압착된 복합레진 시편이 놓여져 있는 슬라이드글라스를 측정장치의 시편대 위에 올려 놓은 후 LVDT probe 침부를 동근 시편을 덮고 있는 cover glass의 중심부에 위치시켰다(Fig 1b). Micrometer를 조정하여 출력 전압이 영이 되도록 조절하였다. 광조사 없이 10초 동안 base line을 잡은 후 40초 동안 광조사(VIP Junior, Bisco, Inc, IL, USA)하였다. 광조사기 tip과 시편 사이의 거리는 5 mm로 하였고, 시편의 수직 방향의 길이 변화가 LVDT에 의해 측정되어 10 data point/s의 비율로 600초동안 컴퓨터에 기록되었다.

중합이 완료된 후 시편의 두께를 측정해상도  $1\mu\text{m}$ 의 micrometer (Mitutoyo, Kawasaki, Japan)로 측정하였다. 시편의 축방향 중합수축은 다음과 같이 계산하였다.

$$\epsilon = \frac{\Delta h}{h + \Delta h} \times 100$$

$\epsilon$ : 선형중합수축(%)

$\Delta h$ : 광중합 600초 후 시편의 두께 변화량

$h$ : 광중합 600초 후 시편의 두께

### 3. 중합수축응력의 측정

두께가 1 mm 인 슬라이드 글라스 두 장을 준비하여 끝 단면에 샌드블라스팅 처리한 후 반투명 테이프를 부착하였다. 테이프가 붙어있는 슬라이드 글라스의 옆면에 2 mm 폭의 윈도우를 형성하였다. Silane을 도포하고 공기 건조시킨 후 bonding agent를 얇게 도포하여 10초 동안 광중합 하였다. 이 두 슬라이드 글라스를 3 mm 간격이 되게 한 후, 테이프를 이용하여 고정하였으며, 복합레진이 위치할 윈도우 사이에는 테플론 테이프를 붙여 놓아 레진이 실험 중에 아래의 테이프에 붙지 않도록 하였다.

복합레진의 중합수축응력을 측정하기 위해 Fig 2. 와 같이 제작된 장비를 이용하였다. 금속 block 위에 Voice Coil Motor (MGV52-20-0.5, Akribis systems, Singapore)가 장착되었고 모터에 연결된 stage에 슬라이드 글라스를 고정하였다. 두 슬라이드 사이에 복합레진 시편이 위치하고 광조사에 의해 복합레진이 중합수축함에 따라 Voice Coil Motor에 장착된 slide가 왼쪽의 고정 slide쪽으로 끌리게 되고, 이러한 움직임은 linear encoder에 의해 검출된다.

Voice Coil Motor 구동기는 즉각적으로 편차를 없애기 위해 전류를 흘리게 되고 이는 전압으로 바뀌어 데이터 획득 장치를 거쳐 컴퓨터에 저장된다. Calibration 결과 출력 전압과 voice coil에 작용하는 힘은 선형적이었고 71.37 N/V의 관계를 보였다.

광 조사기의 tip을 시편에서 5 mm 상방에 위치시킨 후, base line을 얻기 위해 10초 동안 광조사 없이 기다린 후 40초 동안 광조사 한다. 총 600초 동안 10 data points/s의 비율로 수축응력을 기록하였다.

#### 4. 통계 처리

실험 2와 3에서 각 그룹당 5회씩 반복해서 측정하였고 얻어진 데이터의 평균비교를 위하여 one-way ANOVA를 유의수준 95%로 시행하였고, Duncan-hoc test 로 사후검정하였다.

### III. 실험결과

복합레진의 시간에 따른 중합수축과 중합수축응력의 변화 곡선은 Fig-3,4와 같다. 시간에 따른 중합수축과 수축응력은 광조사 초기에 급격하게 증가하다가 광조사가 끝나는 시점에서 변곡점을 보이고, 이후 서서히 증가하여 Plateau를 형성하였다. 광중합 시작 후 600초에서의 각 복합레진의 중합수축과 중합수축응력에 대한 평균과 표준편차는 Table 2. 와 Fig-5,6 과 같다.

광중합 시작 후 600초 경과시의 중합수축은 2.07-3.66% 였다. Filtek Z350 XT에서 가장 높았으며, Filtek Bulk Fill > Flitek Z250 ≍ QuixFil 순으로 감소하였다( $p < 0.05$ ).

Flowable bulk-fill 복합레진인 Filtek Bulk Fill은 conventional flowable인 Filtek Z350 XT보다 낮은 수축을 보였으나( $p < 0.05$ ), conventional Filtek Z250과 bulk-fill QuixFil은 서로 유의한 차이를 보이지 않았다( $p > 0.05$ ).

광중합 시작 후 600초 경과시의 중합수축응력은 2.05-5.40 MPa 이었다. Conventional flowable 복합레진인 Filtek Z350 XT에서 가장 큰 값을 보였으며, flowable bulk-fill 복합레진인 Filtek Bulk Fill이 가장 낮은 값을 보였다( $p < 0.05$ ).

## IV. 고찰

복합레진의 중합 시 부피수축을 측정하기 위한 여러 가지 방법들이 고안되었다. 그 중에 대표적인 것은 팽창계를 사용하는 것이다<sup>6)</sup>. 수은팽창계나 물팽창계를 사용할 수 있는데, 이는 사용하기가 어렵고 시간이 많이 소비된다는 단점이 있다<sup>6)</sup>. 밀도의 변화를 이용하여 총 부피 변화를 측정하는 방법도 사용되기도 한다<sup>6)</sup>. 이번 연구에서는 Watts와 cash의 간접측정법을 사용하였는데, 이는 복합레진 시편 위에 놓인 disk의 선형 변화를 측정하여 부피 변화를 계산하는 방법이다<sup>6)</sup>.

중합반응시에 복합레진의 수축이 접착 계면에 의해 방해되거나 충분한 보상성 흐름을 보여주지 못할 때부터 응력이 발생한다<sup>4,6)</sup>. 이렇게 발생하는 수축응력을 측정하기에 가장 이상적인 방법은 strain gauze를 이용하는 것이다<sup>6)</sup>. 하지만 이러한 방법은 수축과정을 반영하지 않는 단점이 있다<sup>6)</sup>. 다른 방법으로는 직접측정법이 있는데, 접착표면 사이에 시료를 넣고 이 접착표면은 인장계에 연결되어 있어 이를 통해 측정한다<sup>6)</sup>. 하지만 이러한 방법은 측정장치의 compliance를 고려하지 않는다면 오차가 크게 나오는데 이러한 단점을 극복하기 위해 feedback system을 이용한다<sup>6)</sup>. Feedback system을 이용한 측정에서는 같은 물질이라도 시료의 높이가 다르면 수축이 다르게 측정된다는 단점이 있다<sup>6)</sup>. 본 실험에서도 시료의 높이를 일정하게 하기 위해 하였으나, 오차가 있을 것이라 생각된다.



모든 레진의 중합수축량과 수축응력은 광조사가 이루어지는 초기에 급격히 증가하다가 광조사가 끝나는 시점에서 변곡점을 보이고, 이후 서서히 증가하여 plateau를 이루었다. 이는 복합레진의 중합열과 광조사기로부터 나오는 열에 의한 열팽창에 의해 중합수축의 일부가 상쇄되었다가 광조사가 끝나는 시점에 발현되기 때문이다<sup>13)</sup>.

각 제조사는 4 mm 이상을 한꺼번에 충전하면서 중합도를 유지시키기 위하여 여러 가지 방법을 사용하였다. 무기질 필러의 양을 감소시키거나 필러의 크기를 증가시켰으며, 다른 개시제를 첨가하는 경우도 있었다<sup>10,14)</sup>. 이렇게 만들어진 bulk-fill 복합레진으로 수복하였을 경우, 적층충전법에서 얻을 수 있는 중합수축감소 효과가 일정부분 줄어든다. 따라서 bulk-fill 복합레진 자체의 중합수축과 수축응력이 적어야 임상적으로 이용될 수 있다. 이번 실험에서 non-flowable bulk-fill로 사용된 QuixFil의 경우 제조사의 주장과는 다르게 기존의 universal 복합레진과 비교하였을 때 더 큰 수축응력을 보여 주었다. Flowable bulk-fill인 Filtek Bulk Fill은 기존의 flowable 복합레진과 비교 시 비슷한 중합수축량을 보였으나, 수축응력은 기존의 universal 복합레진 보다 낮았다. 이러한 결과를 토대로 귀무가설은 기각되었다.

최근의 conventional 복합레진은 중합수축을 줄이고 기계적 성질을 개선하기 위해 무기필러의 함량을 60%까지 올렸다<sup>1)</sup>. 이는 크기가 큰 필러 사이에 나노 크기의 입자를 더함으로써 이루어진다<sup>1)</sup>. 이러한 나노 크기의 입자는 심미성을 향상시키는 결과를 가져온다<sup>10)</sup>.

Bulk-fill 복합레진의 경우 푸른 빛의 투과성이 좋아 가능한 중합의 깊이를 늘려주는데, 이는 무기질 필러의 함량을 줄임으로써 가능하다<sup>10,14)</sup>. Flowable bulk-fill 복합레진인 Fitek Bulk Fill은 실험에 사용된 4가지의 복합레진 중에서 가장 낮은 필러함량을 보인다. 일반적으로 필러의 함량이 낮으면 중합수축량이 많아 짐에도 불구하고, 기존의 flowable 복합레진 보다 낮은 수축량을 보여주었다. 이는 레진 기질의 개선에 의한 것으로 보여진다.

복합레진의 중합수축은 liquid에서 solid 상태로 이행되면서 발생하며, 이를 sol-gel transition이라 한다<sup>15)</sup>. Gel point 이전의 수축은 분자들의 이동에 의해 상쇄되기 때문에 임상적으로 중요하지 않다. Gel point에 도달하기 까지 복합레진의 점도는 증가하고, 더 이상 흐름성을 가지지 못하게 되면서 내부에 응력이 축적된다<sup>4)</sup>. Bulk-fill 복합레진의 경우 초기의 중합속도를 느리게 하여 더 흐를 수 있는 시간을 부여함으로써 conventional 복합레진에 비해 수축응력을 감소시켰다<sup>3,10)</sup>.

일반적으로 유기기질의 함량이 높고 필러의 함량이 낮은 flowable 복합레진은 universal 복합레진에 비해 높은 중합수축과, 낮은 elastic modulus 보인다<sup>7,16)</sup>. Flowable 복합레진에서 흐름성을 높이기 위하여 묽은 단량체를 사용하는 것은 수축응력을 높이는 결과를 초래한다. Fitek Bulk fill은 Oxirane의 사용이나 다른 ring-opening 구조의 중합방법으로 비교적 적은 양의 수축응력을 유발한다<sup>17)</sup>.

최근의 연구 결과에 따르면, bulk-fill 복합레진은 4 mm 두께를 20초간 광중합 하는 것이 물리적인 성질이 유지에 좋다고 한다<sup>6)</sup>. 높은 점도의 bulk-fill 복합레진은 capping을 필요로 하지 않지만<sup>10)</sup>, flowable bulk-fill 복합레진 사용 시에는 2 mm 두께의 universal 복합레진 capping이 필요하다고 한다<sup>2)</sup>. 이러한 과정은 표면의 경도를 강화시켜 줄 뿐만 아니라 추후의 수분 흡착을 방지하는 역할을 한다<sup>2)</sup>.

최근에 발표된 bulk-fill 복합레진 중 기존의 복합레진과 비교하여 중합수축과 수축응력이 개선된 제품이 있었으나, 그렇지 못한 제품도 존재 하였다. 추가적인 연구를 통하여 4 mm 의 두께에서의 중합수축과 수축응력을 측정해서 임상적 의미에 대한 연구가 필요하며, 수축응력에 영향을 미치는 bulk-fill 복합레진의 elastic modulus를 측정하여 응력과의 관계에 대한 연구도 필요할 것으로 생각된다. 또한 앞으로 소개될 여러 제품들의 중합수축역학에 대한 꾸준한 연구가 필요할 것으로 사료된다.

## V. 결론

본 연구에서는 flowable 복합레진에서 Filtek Bulk Fill 은 Filtek Z350 XT 보다 더 낮은 중합수축과 중합수축응력을 보였다. Non-flowable 복합레진에서 Filtek Z250 과 비교 시 QuixFil 의 중합수축은 차이가 없었고, 중합수축응력은 더 크게 나타났다.

## 참고문헌

1. Moorthy A, Hogg CH, Dowling AH, Grufferty BF, Benetti AR, Fleming GJP. Cuspal deflection and microleakage in premolar teeth restored with bulk-fill flowable resin-based composite base materials. *Journal of Dentistry* 40: 500–505, 2012.
2. Jang JH, Park SH, Hwang IN. Polymerization shrinkage and depth of cure of bulk-fill composites and highly filled Flowable resin. *Operative Dentistry* 39, 2014.
3. Par M, Gamulin O, Marovic D, Klaric E, Tarle Z. Effect of temperature on post-cure polymerization of bulk-fill composites. *Journal of Dentistry* 42:1255–1260, 2014.
4. Damanhoury HE, Platt JA. Polymerization shrinkage stress kinetics and related properties of bulk-fill resin composites. *Operative Dentistry* 39:374–382, 2014.
5. Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. *Dental Materials* 21:1150–1157, 2005.
6. Davidson CL, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. *Journal of Dentistry* 25:435–440, 1997.

7. Lee SH, Chang J, Ferracane J, Lee IB. Influence of instrument compliance and specimen thickness on the polymerization shrinkage stress measurement of light-cured composites. *Dental Materials* 23:1093–1100, 2007.
8. Czasch P, Ilie N. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composite. *Clinical Oral Investigations* 17:227–235, 2013.
9. Wolfgang W, Christoph T, Rainer G. Siloranes in dental composites. *Dental Materials* 21: 68–74, 2005.
10. Bucuta S, Ilie N. Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill vs. conventional resin based composites. *Clinical Oral Investigations*, 18:1991–2000, 2014.
11. Guler E, Karaman E. Cuspal deflection and microleakage in premolar teeth restored with bulk-fill resin composites. *Journal of Adhesion Science and Technology* 28:289–2099, 2014.
12. Ilie N, Schoner C, Bucher K, Hickel R. An in-vitro assessment of the shear bond strength of bulk-fill resin composite to permanent and deciduous teeth. *Journal of Dentistry* 42:850–855, 2014.
13. Sang EJ, Kim JY, Lim BS, Choi NS, Lee IB. Effect of

initiator and inhibitor concentration on the polymerization shrinkage kinetics of experimental dental composite. *Korean Journal of Dental Material* 41:29–38, 2014.

14. Ilie N, Stark K. Effect of different curing protocols on the mechanical properties of low–viscosity bulk–fill composites. *Clinical oral investigations*, 2014.
15. Charton C, Colon P, Pla F. Shrinkage stress in light–cured composite resins: Influence of material and photoactivation mode. *Dental Materials* 23:911–930, 2007.
16. Garcia D, Yaman P, Dennison J, Neiva GF. Polymerization shrinkage and depth of cure of bulk fill flowable composite resins. *Operative Dentistry* 39:441–448, 2014.
17. Stansbury JW, Trujillo–Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion–dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. *Dental Materials* 21:56–67, 2005.

**Table 1.** Materials used in this study

<b>Product</b>	<b>Type</b>	<b>Matrix composition</b>	<b>Filer loading</b>	<b>Manufacturer</b>
Filtek Z250	Conventional Non- flowable	Bis-GMA UDMA, TEGDMA	82% by wt 60% by vol	3M ESPE, St Paul, MN, USA
Filtek Z350 XT	Conventional Flowable	Bis-GMA TEGDMA Bis-EMA	65% by wt 55% by vol	3M ESPE, St Paul MN, USA
QuixFil	Bulk-fill Non- flowable	Bis-FMA UDMA TEGDMA	86% by wt 66% by vol	Dentsply, Constance, Germany
Filtek Bulk Fill	Bulk-fill Flowable	Bis-GMA UDMA Bis-EMA	65% by wt 43% by vol	3M ESPE, St Paul MN, USA

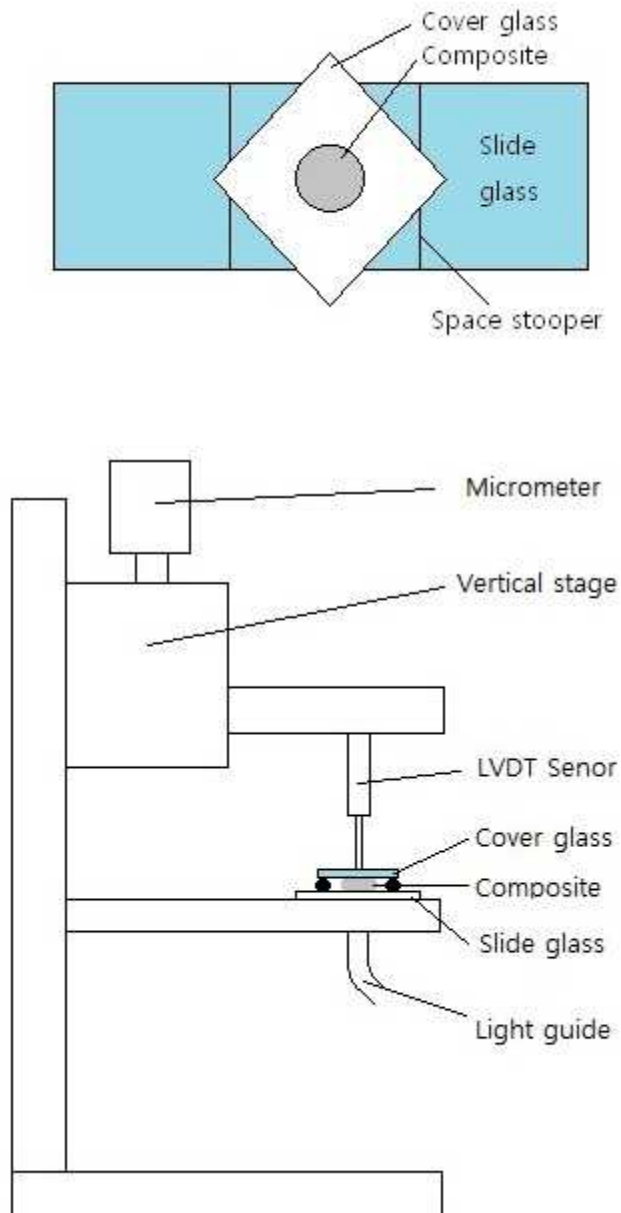
**Table 2.** The polymerization shrinkage (%) and shrinkage stress (MPa) of composites

<b>Group</b>	<b>Polymerization Shrinkage (%)</b>	<b>Shrinkage Stress (MPa)</b>
Filtek Z250	2.11 (0.07) <sup>c</sup>	2.70 (0.27) <sup>c</sup>
Filtek Z350 XT	3.66 (0.07) <sup>a</sup>	5.40 (0.40) <sup>a</sup>
QuixFil	2.07 (0.09) <sup>c</sup>	3.95 (0.09) <sup>b</sup>
Filtek Bulk Fill	3.28 (0.06) <sup>b</sup>	2.05 (0.29) <sup>d</sup>

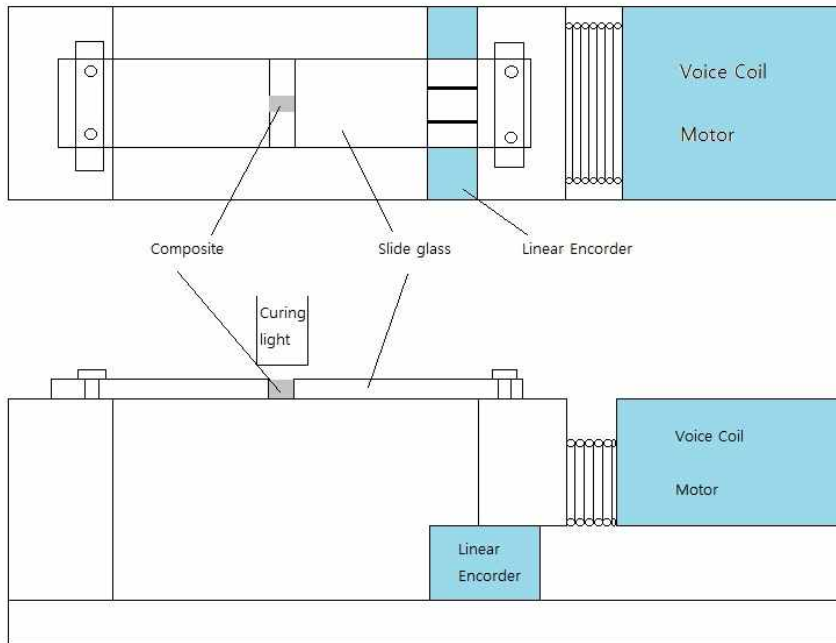
\* Numbers in parenthesis are standard deviations.

\* Same superscript letter in same column means that there is no statistical difference ( $p>0.05$ ).

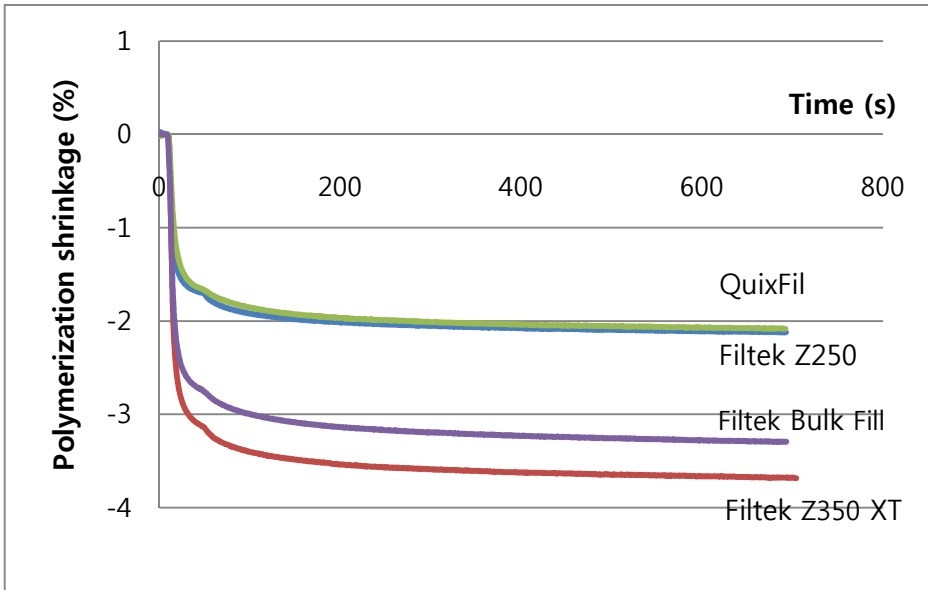




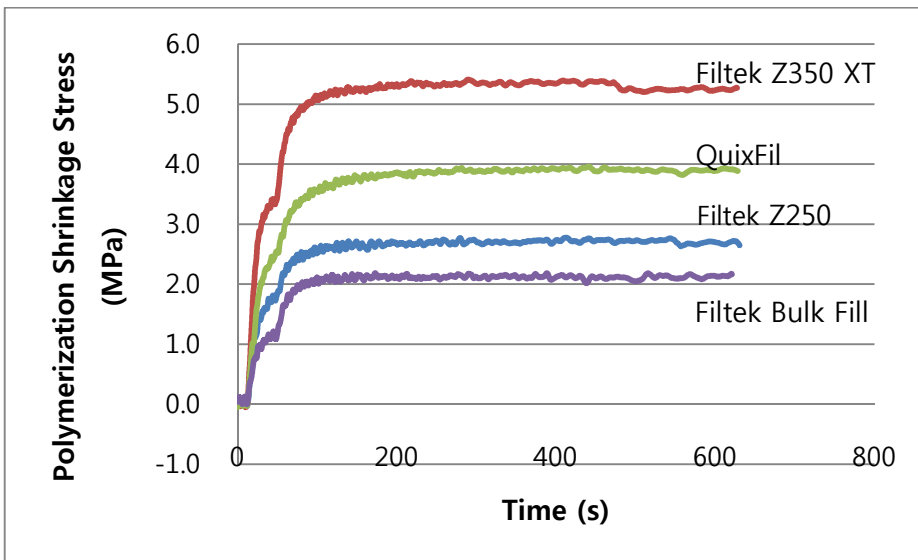
**Figure 1.** Experimental set-up for the measurement of polymerization shrinkage using an LVDT probe.



**Figure 2.** Instrument for the measurement of polymerization shrinkage stress using a voice coil motor with feedback mechanism.



**Figure 3.** Representative curves of the polymerization shrinkage of composites.



**Figure 4.** Representative curves of the polymerization shrinkage stress of composites.

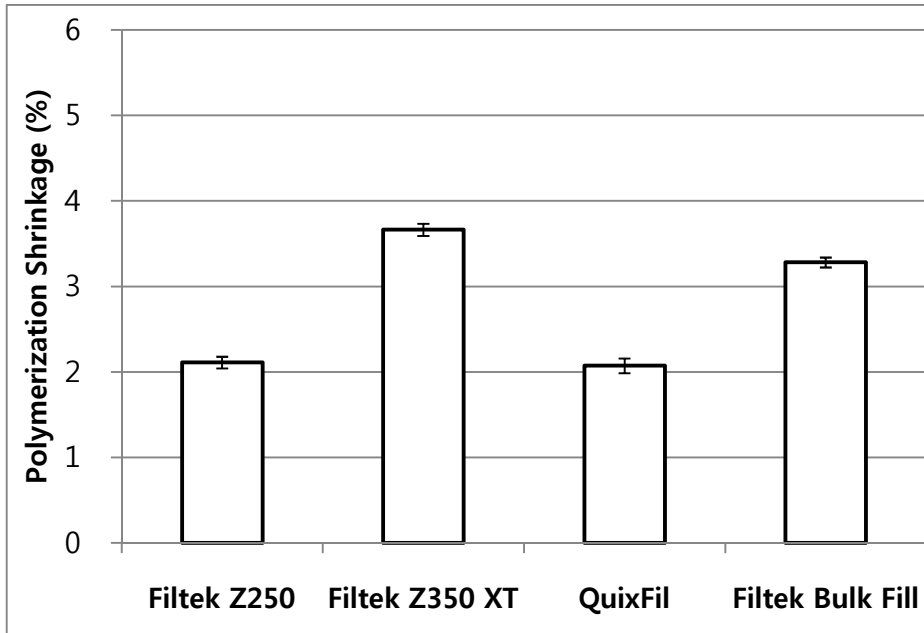


Figure 5. Polymerization shrinkage (%) of composites.

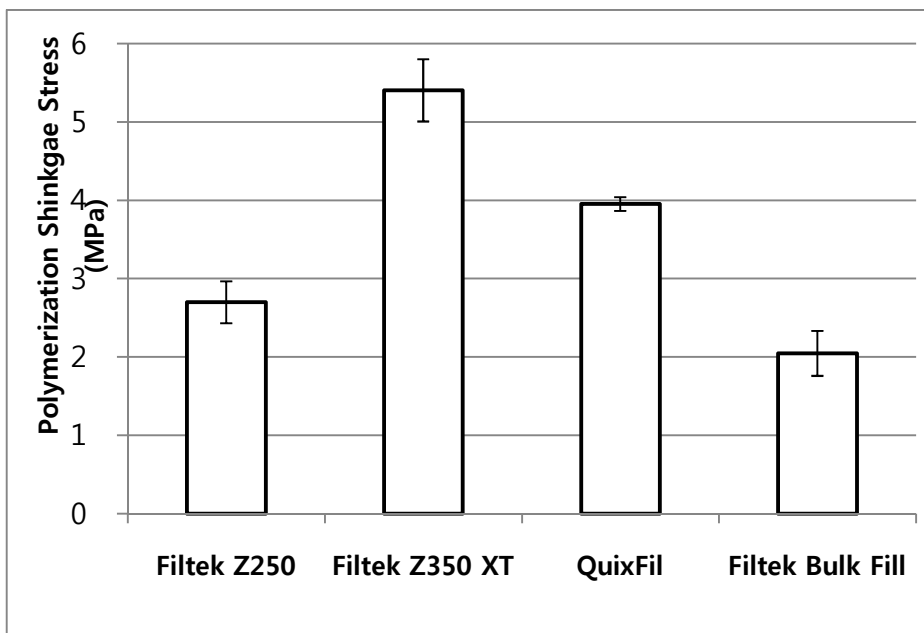


Figure 6. Shrinkage stress (MPa) of composites.

## Abstract

# Polymerization shrinkage kinetics of bulk–fill composites

Won Seung Yeon

School of Dentistry

The Graduate School

Seoul National University

The purpose of this study was to analyze the polymerization shrinkage kinetics of new bulk–fill composites compared with the conventional methacrylate–based composites.

Two types of bulk–fill composites: a non–flowable (QuixFil, Dentsply, Constance, Germany) and a flowable (Filtek Bulk Fill, 3M ESPE, St Paul MN, USA), and two types of the conventional composites: a non–flowable (Filtek Z250, 3M ESPE, St Paul MN, USA) and a flowable (Filtek Z350 XT, 3M ESPE, St Paul MN, USA) were used in the experiments (n = 5).

Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress were measured using a modified bonded disc method and a feedback system, respectively. During measurements, composites were light cured for 40 s and the data were obtained for 600 s. The mean values of each group were analyzed by one-way ANOVA and Duncan-hoc test ( $\alpha = 0.05$ ).

Polymerization shrinkage was 2.07 to 3.66%. Filtek Z350 XT showed the highest polymerization shrinkage, followed by Filtek Bulk Fill, Filtek Z250, and QuixFil. Polymerization shrinkage stress was 2.05–5.40 MPa. The highest and lowest values were obtained in Filtek Z350 XT and Filtek Bulk Fill, respectively ( $p < 0.05$ ).

Filtek Bulk Fill showed lower polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress than Filtek Z350 XT, while QuixFil exhibited similar polymerization shrinkage and higher polymerization shrinkage stress when compared with Filtek Z250.

.....

**keywords :** Bulk-fill composite, Conventional composite, Non-flowable composite, Flowable composite, Polymerization shrinkage, Polymerization shrinkage stress  
***Student Number :*** 2011-22460