

Shear Bond Strength of Orthodontic Brackets Bonded with Self-etching Primer to Intact and Pre-conditioned Human Enamel

Scherhaftfestigkeit orthodontischer Brackets unter Konditionierung mit selbstätzendem Primer auf intakter und vorbehandelter Schmelzoberfläche

Elie W. Amm¹, Louis S. Hardan², Joseph P. BouSerhal¹, Bettina Glasl³, Björn Ludwig^{3,4}

Abstract

Objective: The purpose of this study was to evaluate the shear bond strength of orthodontic bracket when bonded to pre-conditioned and intact enamel using a self-etching primer within 6 hours and after thermal cycling.

Material and Methods: One hundred and twenty freshly-extracted human teeth were divided into four groups according to how the buccal surface to be bonded had been pre-conditioned: 1) acid-etched with 37% phosphoric acid, 2) sand-blasted with 50 microns aluminum-oxide, 3) matted with diamond burr, and 4) intact enamel used as control. Orthodontic metal brackets were bonded to the teeth using the same composite resin (Transbond™ XT) and self-etching primer (Transbond™ Plus Self-Etching Primer). Brackets were debonded within 6 hours or after thermal cycling for 2500 times (5 °C – 37 °C – 55 °C). Shear bond strength was measured on a testing machine at a crosshead speed of 3 mm/min. The bracket-failure interface was quantified according to the modified adhesive remnant index score (ARI). Data were analyzed using the two-way ANOVA test, Scheffé confidence interval of differences of means, and the chi-square test ($p < 0.05$).

Results: All the pre-conditioned groups showed significantly higher shear bond strength before and after thermal cycling than

Zusammenfassung

Ziel: Ziel der Studie war die Ermittlung der Scherhaftfestigkeit von auf vor- und unbehandelten Schmelzoberflächen adhäsiv befestigten Brackets unter Verwendung eines selbstkonditionierenden Primers. Dabei waren die Versuche nach 6-stündiger Lagerung im Wasser bzw. nach Temperaturwechsel-Belastung der Proben angesetzt.

Material und Methodik: Anhand der Konditionierung ihrer Buccalflächen wurden 120 frisch extrahierte humane Zähne in vier Gruppen unterteilt: 1. konventionelle Ätzung der Schmelzoberfläche mit 37%iger Phosphorsäure, 2. gestrahlte Schmelzoberfläche mit 50 µm Aluminiumoxid-Partikeln, 3. Oberflächenbearbeitung mit diamantiertem Schleifkörper und 4. intakter Schmelz als Referenzgruppe. Unter Verwendung desselben Kompositklebers (Transbond™ XT) und selbstkonditionierenden Primers (Transbond™ Plus Self-Etching Primer) wurden Metallbrackets auf die Buccalflächen der Zähne geklebt. Die Brackets wurden entweder nach 6 Stunden Wasserlagerung oder nach 2500 Zyklen einer Temperaturwechsel-Belastung (5 °C – 37 °C – 55 °C) wieder von den Zähnen abgelöst. Die Scherhaftung wurde in einer Materialprüfapparatur unter einer Vorschubgeschwindigkeit von 3 mm/min getestet. Das Versagen des Adhäsivverbundes am Schmelz-Bracket-Übergang wurde über eine modifizierte ARI-Skala (Adhesive remnant index score) erfasst. Die Ergebnisse wurden durch zweifaktorielle Varianzanalyse (ANOVA), den Signifikanztest nach Scheffé und den χ^2 -Test ($p < 0.05$) statistisch bewertet.

Ergebnisse: Unabhängig von der beschriebenen Lagerung der Proben zeigten die Zähne aus den vorbehandelten Gruppen eine

¹Department of Orthodontics, School of Dental Medicine, Saint Joseph University, Beirut, Lebanon,

²Department of Restorative Dentistry, School of Dental Medicine, Saint Joseph University, Beirut, Lebanon,

³Private Orthodontic Practice, Traben-Trarbach, Germany,

⁴Department of Orthodontics, University Hospital Saarland, Homburg/Saar, Germany.

Received: June 23, 2008; accepted: August 12, 2008

J Orofac Orthop 2008;69: 383–92

DOI 10.1007/s00056-008-0812-8

the control group. There was no significant correlation between thermal cycling and shear bond strength. The ARI scores revealed that the bond failed primarily on the adhesive-enamel interface in all groups before and after thermal cycling, with the exception of the acid-etched group, whose bonds failed mainly on the adhesive-bracket interface after thermal cycling.

Conclusion: The authors recommend that the enamel be pre-conditioned before applying the self-etching primer when greater shear bond strength is desired.

Key Words: Shear bond strength · Self-etching primer · Pre-conditioned enamel · Thermal cycling

signifikant höhere Scherhaftfestigkeit als die Kontrollgruppe. Es war kein signifikanter Einfluss der Temperaturwechsel-Belastung auf die Scherhaftung nachweisbar. Die ARI-Bewertung zur Frakturanalyse belegte, dass in beiden Testreihen hauptsächlich die Adhäsiv-Schmelz-Verbindung versagte, mit Ausnahme der zusätzlich vorgeätzten Proben, bei denen der Frakturbereich nach Thermocycling meist an der Grenzfläche Bracket-Adhäsiv lag.

Schlussfolgerung: Nach den vorliegenden Ergebnissen befürworten die Autoren zur Steigerung der Scherhaftung eine zusätzliche Schmelzkonditionierung vor dem Auftragen von selbstständenden Primern.

Schlüsselwörter: Scherhaftfestigkeit · Selbstkonditionierender Primer · Schmelzkonditionierung · Thermocycling

Introduction

Ever since adhesively-attached brackets triggered the change from banding to bonding in orthodontics, researchers have devoted particular attention to improving the quality and duration of bonded orthodontic appliances [13–15, 19]. There have been many generations of products and systems in adhesive dentistry, such as the evolution from 3-step etching-primer bonding to the one-step self-etching primer (Figure 1).

Nowadays many orthodontists use 5-to-5 bonding, having practically abandoned all band use. This leads to an im-

Einleitung

Seit der Einführung adhäsiv befestigter Brackets ist die Verbesserung von Qualität und Haltbarkeit ein Schwerpunkt wissenschaftlicher Forschung [13–15, 19]. Viele Generationen von Produkten und Systemen haben das Gebiet der adhäsiven Zahnmedizin durchlaufen, wie der Übergang des dreiphasigen Arbeitsablaufes „Etch-Prime-Bond“ zur „One-step“-Applikation mit selbstkonditionierenden Primern zeigt (Abbildung 1).

Heute benutzen viele Kieferorthopäden für den ganzen Zahnbogen Brackets, so dass immer seltener Bänder zementiert werden. Dieser Wechsel führte aufgrund der besseren Reinigungsmöglichkeiten seitens des Patienten, selteneren Irritationen sowie reaktiven Entzündungen der umgebenden Gewebe zu hygienischeren intraoralen Verhältnissen. Zudem bringt die Klebetechnik den Verzicht auf das für die Band-Anpassung nötige approximale Separieren mit sich und bietet dem Patienten eine geringere ästhetische Beeinträchtigung [23]. Dennoch bleibt das Versagen der Klebeverbindung ein Hauptproblem im täglichen Praxisbetrieb, wodurch sich nicht nur die Stuhlzeiten, sondern auch die Gesamtbehandlungsdauer verlängern. Zur Verbesserung der Klebequalität in der Kieferorthopädie und damit zur Reduktion des Zeitaufwandes wurden die Forschung und Entwicklung in vier hauptsächlichen Bereichen vorangetrieben: 1. Klebematerialien, 2. Polymerisationsquellen, 3. Design der retentiven Bracket-Basis, und 4. Schrittfolge des Klebeprotokolls und zugehörige intraorale Vorbereitung des Arbeitsfeldes.

Systematische Übersichten von Mandall et al. [20, 21] kamen zu dem Schluss, dass eine genaue Qualifizierung und Bewertung orthodontischer adhäsiver Befestigungsmethoden schwierig ist.

Die Klebematerialien, Polymerisationsquellen und das Bracket-Design der Retentionsflächen sind in erster Linie von der dentalen Industrie bestimmt. Im Wesentlichen können nur die strukturellen Prozessabläufe sowie intraorale

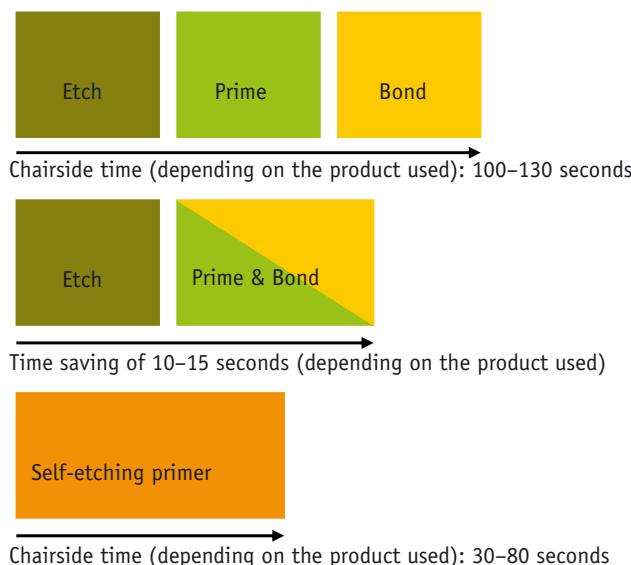
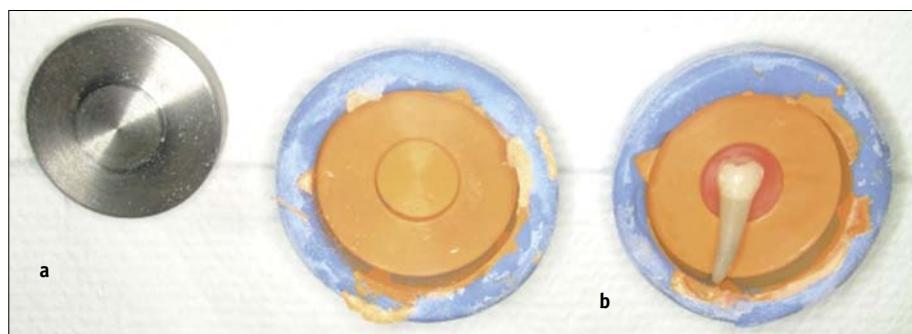


Figure 1. Bonding procedures using “3-steps”, “2-steps” and universal bonding agents.

Abbildung 1. Arbeitsablauf unter Verwendung von Mehrflaschen-Systemen und bei „Single-Step“-Applikation.

Figures 2a and 2b. Punch for producing acrylic blocks fitting to the universal testing machine (a) and embedded tooth (b).

Abbildungen 2a und 2b. Stempel für die Herstellung von zur Prüfapparatur kongruenten Probenhalterungen (a) und in fertige Halterung eingebetteter Zahn (b).



proved oral environment by enhancing the patient's ability to remove plaque and by minimizing soft-tissue irritations and hyperplastic gingivitis. Further direct bonding benefits include no need for separation while providing the patient with a less obtrusive orthodontic appliance [23]. Nevertheless, bracket-bonding failure remains a major problem in current orthodontic practice, increasing chair time and lengthening treatment. To improve bond strength in orthodontics and reduce chair time, many investigations have been conducted in four major fields, namely: 1) bonding materials, 2) light source, 3) bracket mesh design, and 4) the step-by-step protocol and its related bonding conditions.

In their systematic review, Mandall et al. [20, 21] reported that it is difficult to draw any definitive conclusions regarding the superiority of any orthodontic adhesive for bonding purposes.

Bonding materials, light source and bracket mesh design are largely determined by the dental industry, while bonding conditions and protocols are the only factors the clinician effectively controls. From this perspective, the optimization of bonding strength is the focus of research in clinical care.

Numerous studies in adhesive dentistry have proven that enamel preparation prior to applying conventional etching-bonding systems is necessary to increase shear bond strength, however, "one-step" systems are rarely employed with self-etching primer in orthodontics.

The purpose of this study was to evaluate the shear bond strength (within 6 hours and after thermal cycling) of orthodontic brackets when bonded to sand-blasted, acid-etched, burr-treated and intact enamel using a self-etching primer.

Materials and Methods

One hundred and twenty freshly-extracted human teeth were collected and stored in a solution of 0.1% (weight/volume) thymol. The criteria for tooth selection were intact buccal enamel, use of no previous pre-conditioners or chemical agents such as hydrogen peroxide, no cracks caused by extraction forceps, and absence of caries.

The teeth were embedded in acrylic resin with the buccal surfaces available for bonding (the buccal surface of each

Konditionen direkt vom Anwender kontrolliert werden, wodurch eine Optimierung der Ergebnisse vor allem im Bereich der klinischen Sorgfalt liegt.

Eine Vielzahl von Untersuchungen zur Adhäsivtechnik belegt die Bedeutung der Schmelzkonditionierung vor Aufbringung konventioneller Verbundmaterialien, wobei die Anwendung von „Single-step“-Systemen in der Kieferorthopädie noch selten ist.

Ziel dieser Studie war die Ermittlung der Scherhaftfestigkeiten orthodontischer Brackets auf sandgestrahltem, rotierend mattiertem und unbehandeltem Schmelz unter Anwendung eines selbstkonditionierenden Primers. Die Abschertests wurden nach 6 Stunden Wasserlagerung bzw. nach Lagerung im Thermolastgerät durchgeführt.

Material und Methodik

In 0,1%iger Thymol-Lösung wurden 120 frisch extrahierte menschliche Zähne aufbewahrt. Die Kriterien für die Auswahl der Zähne waren eine intakte und kariesfreie Schmelzoberfläche, das heißt keine nachweisbare frühere Einwirkung chemischer Produkte an den Buccalfächern (wie bleichende Substanzen auf Wasserstoffperoxid-Basis) oder im Zuge der Extraktion erfolgte Verletzung des Schmelzes.

Die Zähne wurden in Acryl-Halteblocks fixiert, wobei ihre bukkalen Flächen für die Anbringung der Brackets und Applikation der Kraftvektoren in der Prüfapparatur gleichmäßig ausgerichtet wurden (Abbildung 2). Nach Aushärtung der Haltevorrichtungen wurden die Zahnoberflächen mit Bimsstein und Prophylaxebürstchen jeweils für 10 Sekunden gereinigt.

Die Zähne wurden vier Gruppen zu je 30 Proben randomisiert zugewiesen und pro Gruppe zu je zwei Testreihen à 15 Stück (bestehend aus vier Schneidezähnen, zwei Eckzähnen, vier Prämolaren, vier ersten oder zweiten Molaren und einem Weisheitszahn) zusammengestellt. Im Anschluss wurden die Zähne nach dem für die Einzelgruppen vorgesehenen Protokoll vorbehandelt:

Protokoll 1: Die Buccalfächer wurden mit 37%iger Phosphorsäure für jeweils 10 Sekunden angeätzt, danach für weitere 10 Sekunden mit Wasser gereinigt und wiederum 10 Sekunden unter ölfreier Druckluft getrocknet.

tooth was monitored for alignment with the force vector of the testing machine) (Figure 2). After the acrylic resin had been cured, the tooth surfaces to be bonded were cleansed with pumice and a rubber prophylactic brush for 10 seconds.

The teeth were randomly divided into four groups (each including 30 teeth which were further subdivided into two groups of 15 teeth; each group of 15 teeth was composed of four incisors, two cuspids, four bicuspids, four first or second molars, and one third molar). The buccal surface of each tooth was then pre-conditioned according to one of the four protocols below:

Group 1: the buccal surfaces of 30 teeth were acid-etched with 37% phosphoric acid for 10 seconds, then rinsed with water for 10 seconds, and then air-dried for 10 seconds using oil-free compressed air.

Group 2: the buccal surfaces of 30 teeth were sandblasted with 50 microns of aluminum-oxide for 5 seconds, then rinsed with water for 10 seconds, followed by 10 seconds of air drying.

Group 3: the buccal surfaces of 30 teeth were given a matt finish with a diamond burr of medium roughness for three to four applications parallel to the buccal surface with light force (to ensure the enamel's matted finish without burring) and then rinsed with water for 10 seconds followed by 10 seconds of air drying.

Group 4: the buccal surfaces of the final 30 teeth, which were used for control, were rinsed with water for 10 seconds followed by 10 seconds of air drying.

Orthodontic metal brackets (mandibular incisor, Victory Series™, 3M Unitek, Monrovia, CA, USA) were used in this study.

The same composite resin (Transbond™ XT, 3M Unitek, Monrovia, CA, USA) was used for bonding in all the groups and thereafter, the same self-etching primer (Transbond™ Plus Self-Etching Primer, 3M Unitek, Monrovia, CA, USA) (Figure 3) according to the manufacturer's instructions. Each tooth was light-cured for 10 seconds occlusally and 10 seconds cervically with a 500-mW/cm² halogen light source.

Each bracket was subjected to a 300-g compressive force with a force gauge (Dontrix Gauge, GAC International Inc., Bohemia, NY, USA) for 10 seconds according to Bishara et al. [1, 2, 4–8], and excess bonding resin was removed with a small scaler. After curing the resin, all samples were stored in de-ionized water at 37 °C for 6 hours.



Figure 3. Transbond™ Plus Self-Etching Primer.

Abbildung 3. Der selbstätzende Primer Transbond™ Plus Self-Etching.

Protokoll 2: Die Buccalflächen wurden mit Aluminium-oxidpartikeln (50 µm) für 5 Sekunden bestrahlt, dann für 10 Sekunden mit Wasser gespült und weitere 10 Sekunden getrocknet.

Protokoll 3: Die Buccalflächen wurden mit einem Diamanten mittlerer Körnung matt finanziert. Die Bearbeitung erfolgte unter sanfter Druckausübung in flächenhafter Führung über die Schmelzoberfläche (drei bis vier Applikationen parallel zur Buccalfläche), so dass ein mattierter Effekt ohne sichtbaren Substanzverlust entstand. Im Anschluss wurden die Flächen für jeweils 10 Sekunden gespült und luftgetrocknet.

Protokoll 4: Diese Zähne wurden als Kontrollgruppe für je 10 Sekunden unter Wasser gereinigt und trocken geblasen.

Für die Abscherversuche wurden Metallbrackets für untere Schneidezähne der Victory-Series™ (3M Unitek, Monrovia, CA, USA) verwendet.

In allen Testreihen kamen dabei der selbstkonditionierende Primer Transbond™ Plus Self-Etching (3M Unitek, Monrovia, CA, USA) (Abbildung 3) und im Anschluss für das Bonding der Brackets das orthodontische Komposit Transbond™ XT (3M Unitek, Monrovia, CA, USA) nach Angaben des Herstellers zur Anwendung. Jeder Zahn wurde jeweils für 10 Sekunden in okklusaler und zervikaler Richtung mit einer Halogen-Polymerisationslampe (500 mW/cm²) beleuchtet.

Nach Platzierung wurde jedes Bracket gemäß den Angaben von Bishara et al. [1, 2, 4–8] für 10 Sekunden mit einer Anpresskraft von 300 g, kontrolliert über eine Messlehre (Dontrix Gauge; GAC International Inc., Bohemia, NY, USA), auf der Schmelzoberfläche angedrückt. Eventuelle Kompositüberschüsse waren vor der Polymerisation mit einem kleinen Scaler entfernt worden. Nach der Lichthärtung wurden alle Proben für 6 Stunden in auf 37 °C temperiertem, deionisiertem Wasser aufbewahrt.

Aus jeder Gruppe wurde die Hälfte der Proben, also 15 Zähne, für 2500 Zyklen in einem computergesteuerten Thermolastgerät behandelt. Ein Zyklus umfasste dabei die Lagerung von je 60 Sekunden in 5 °C, 37 °C, 55 °C und wieder 37 °C temperiertem Wasser.

Die Scherfestigkeit wurde mit einer universellen Prüfapparatur (YL-02, über Lama Engineering, Beirut, Libanon) mit einer Vorschub-Geschwindigkeit von 3 mm/min getestet.

Die Acryl-Probenblocks waren über passgenaue Halterungen in der Prüfapparatur fixiert, so dass die Labialflächen der Zähne parallel zum Kraftvektor der Abscherbewegung ausgerichtet waren (Abbildungen 2 und 4). Die Belastung verlief in okklusogingivaler Richtung, wobei der Kraftansatz am Übergang Bracket – Zahn lag und eine Abscherbelastung auf den Adhäsivverbund entstand. Die Aufzeichnung der Testwerte erfolgte über eine elektronische Kopplung der Prüfapparatur zu einem Computer.



Figures 4a and 4b. Universal testing machine (a) and computer monitoring of the test values (b).

Abbildungen 4a und 4b. Design der Prüfapparatur (a) und Computer-Monitor zur Messung der Testwerte (b).

Fifteen teeth in each group (a total 60 teeth) were thermally cycled (1 cycle: 5 °C – 37 °C – 55 °C – 37 °C 60 seconds in each bath) in a computerized custom-made robot for 2500 cycles.

Shear bond strength was measured using a universal testing machine (YL-02, from Lama Engineering, Beirut, Lebanon) at a cross-head speed of 3 mm/min.

Each tooth along with its resin base was fixed in the custom-made fixture so that its labial surface was parallel to the force during the shear strength test (Figures 2 and 4). An occluso-gingival load was applied to the bracket, producing a shear force at the bracket-tooth interface. A computer electronically connected to the testing machine recorded the results from each test.

The enamel surface was examined under 10× magnification to determine how much residual adhesive remained on the tooth. The debonding characteristics of each specimen were determined using the adhesive remnant index (ARI). ARI scores were scored from 0 to 3: 0 = no residual adhesive on the enamel; 1 = less than half of the adhesive remaining on the tooth surface; 2 = more than half of the adhesive remaining on the tooth; and 3 = all the adhesive remaining on the tooth, with a distinct impression of the bracket base.

Statistics

Descriptive statistics including means, standard deviations, and ranges were calculated for each group. The Kolmogorov-Smirnov test was performed first to ensure normal distribution of the variable "shear bond strength" followed by the homogeneity test of variances (Levene test).

Nach Ablösung der Brackets wurden die Schmelzoberflächen unter zehnfacher Vergrößerung auf Kleberückstände untersucht. Die Klassifizierung der Befunde erfolgte über eine modifizierte ARI-Skala (adhesive remnant index) mit vier definierten Zuordnungsmöglichkeiten: 0 = keine Rückstände des Klebematerials auf der Schmelzoberfläche, 1 = weniger als die Hälfte des eingesetzten Klebers auf der Zahnoberfläche, 2 = mehr als die Hälfte des eingesetzten Klebers auf der Zahnoberfläche, 3 = sämtliches Klebematerial auf der Zahnoberfläche verbleibend, Relief der Bracket-Basis sichtbar.

Statistik

Für jede Versuchsgruppe wurde eine deskriptive Statistik mit arithmetischen Mittelwerten, Standardabweichungen und Streubreiten erstellt. Dabei wurde zunächst die Normalverteilung der Daten mit dem Kolmogorov-Smirnov-Test für die Variable „Scherhaftfestigkeit“ überprüft. Danach wurde der Test auf Varianzhomogenität nach Levene durchgeführt.

Die zweifaktorielle Varianzanalyse (ANOVA) diente zur Ermittlung signifikanter Unterschiede der Scherfestigkeiten zwischen den vier Gruppen. Signifikante Unterschiede wurden mit den Scheffé-Konfidenzintervallen identifiziert. Mit dem χ^2 -Test wurden die ermittelten ARI-Zuordnungen verglichen und die hypergeometrische Verteilung wurde bestimmt, wenn wenigstens bei einer Probe die erwartete Anzahl kleiner als 5 war.

Das Signifikanzniveau aller statistischen Berechnungen war auf $p < 0,05$ festgelegt.

Table 1. Descriptive statistics of shear bond strength (N) after 6 hours.**Tabelle 1.** Scherhaftfestigkeiten (in N) nach 6 Stunden.

Group	n	Mean	SD	Range
Acid-etched	15	176.6	81.56	24–266
Sand-blasted	15	150.4	47.93	72–245
Burr-treated	15	175.4	68.93	75–303
Control	15	106.06	63.98	35–230

n = sample size; SD = standard deviation

Table 2. Descriptive statistics of shear bond strength (N) after thermal cycling.**Tabelle 2.** Scherhaftfestigkeiten (in N) nach Thermocycling.

Group	n	Mean	SD	Range
Acid-etched	15	186.8	77.21	75–304
Sand-blasted	15	216.2	76.22	45–310
Burr-treated	15	148	67.91	25–294
Control	15	130.46	39.26	67–192

n = sample size; SD = standard deviation

The two-way analysis of variance (ANOVA) was used to identify any significant differences in shear bond strength among the groups. Scheffé confidence intervals were used to determine any significant differences in means. The chi-square test was used to compare the adhesive remnant index (ARI), and the hypergeometric test was performed when at least one test specimen had an expected count less than 5.

The level of significance for all statistical tests was set at $p < 0.05$.

Results

We provide the results in N instead of converting them to MPa, because we could not find any reliable information regarding the exact surface of the bracket mesh used in this study – only estimates are provided in the literature.

Shear Bond Strength Comparison

The results of the measurements of shear bond strength (N) are listed in Tables 1 and 2.

The two-way ANOVA ($F = 2.24$) revealed that thermal cycling did not significantly influence shear bond strength ($p = 0.14$). However, enamel pre-conditioning ($F = 6.16$) did have a significant effect on shear bond strength ($p = 0.00$).

Table 3. Frequency distribution of the Adhesive Remnant Index (ARI) after 6 hours.**Tabelle 3.** Adhesive remnant index (ARI-Index) der Proben nach 6-stündiger Wasserlagerung.

ARI	0	1	2	3
Control	10	3	2	0
Burr-treated	3	7	3	2
Acid-etched	2	5	6	2
Sand-blasted	6	2	1	6

0 = no adhesive remaining on the enamel;

1 = less than half of the adhesive remaining on the tooth surface;

2 = more than half of the adhesive remaining on the tooth surface;

3 = all the adhesive remaining on the tooth with a distinct impression of the bracket base

Table 4. Frequency distribution of the Adhesive Remnant Index (ARI) after thermal cycling.**Tabelle 4.** Adhesive remnant index (ARI-Index) der Proben nach Thermocycling.

ARI	0	1	2	3
Control	15	0	0	0
Burr-treated	5	5	3	2
Acid-etched	0	5	8	2
Sand-blasted	6	8	0	1

0 = no adhesive remaining on the enamel;

1 = less than half of the adhesive remaining on the tooth surface;

2 = more than half of the adhesive remaining on the tooth surface;

3 = all the adhesive remaining on the tooth with a distinct impression of the bracket base

Ergebnisse

Wir geben die Ergebnisse anstelle von MPa in N an, da in der Literatur keine verlässliche Angabe hinsichtlich der exakten Retentionsfläche der verwendeten Brackets verfügbar war, sondern nur Schätzungen.

Vergleich der Scherhaftfestigkeit

Die Messergebnisse der Scherhaftfestigkeiten (in N) sind in den Tabellen 1 und 2 aufgelistet.

Die zweifaktorielle Varianzanalyse ANOVA ($F = 2,24$) zeigte, dass die Lagerung im Thermolastgerät die Scherfestigkeit nicht signifikant beeinflusste ($p = 0,14$). Die Vorbehandlung des Schmelzes ($F = 6,16$) hatte allerdings signifikante Auswirkung auf die Scherfestigkeit ($p = 0,00$).

The two-way ANOVA also showed no relationship between thermal cycling and enamel pre-conditioning on shear bond strength ($p = 0.06$).

The Scheffé confidence interval of differences of means showed that the acid-etched, sand-blasted and burr-treated groups demonstrated significantly higher shear bond strength than the control group. It failed to reveal any significant differences among the pre-treated groups.

ARI Comparison

The ARI scores of all groups are listed in Tables 3 and 4.

After 6 Hours

Chi-square comparisons indicated no significant differences among the four groups tested ($\chi^2 = 6.029$, $p = 0.110$). There was a greater frequency of ARI scores of 0 and 1 (none or under 50% of the adhesive remained on tooth) in all groups, indicating failure mainly on the adhesive-enamel interface, with a minor tendency for adhesive-bracket interface failure in the acid-etched group.

After Thermal Cycling

The chi-square test showed significant differences in ARI scores among the four groups ($\chi^2 = 21.136$, $p = 0.00$). There was a significantly greater frequency of ARI scores of 2 and 3 in the acid-etched group (more than 50% of all adhesive remained on the tooth), which indicated that failure occurred mainly on the adhesive-bracket interface. However, in the rest, failure was mainly on the adhesive-enamel interface.

6 Hours of Water Storage Compared to Thermal Cycling

When comparing the ARI of each means of enamel preparation before and after thermal cycling, the chi-square test showed no significant differences among the control ($\chi^2 = 2.143$, $p = 0.143$), burr-treated ($\chi^2 = 0$, $p = 1.00$) and acid-etched groups ($\chi^2 = 0.556$, $p = 0.456$). These groups showed the same pattern of failure before and after thermal cycling, that is, on the adhesive-enamel interface in the control and the burr-treated groups, and on the adhesive-bracket interface in the acid-etched group.

Yet the chi-square test revealed a significant difference in ARI scores before and after thermal cycling in the sand-blasted group ($\chi^2 = 6.136$, $p = 0.013$). There was also a significantly greater frequency of 0 and 1 after thermal cycling, indicating that failure was most frequent on the adhesive-enamel interface after thermal cycling.

Discussion

One-step self-etching primers have revolutionized the clinical practice of orthodontics and improved the bonding procedure [14, 19]. Many investigations have demonstrated that self-etching primers provide the same shear bond

Weiterhin zeigte die zweifaktorielle Varianzanalyse, dass es bei der Scherfestigkeit keine Wechselwirkungen zwischen Thermocycling und Schmelzvorbehandlung gab ($p = 0,06$).

Die Scheffé-Konfidenzintervalle in der Abweichung von Mittelwerten ergab, dass die vorher säuregeätzten, sandgestrahlten und mattierten Zähne eine signifikant höhere Scherfestigkeit als die Kontrollgruppe erreichten. Zwischen den vorbehandelten Gruppen konnten keine statistisch nachweisbaren Unterschiede festgestellt werden.

ARI-Bewertung

Die ARI-Scorewerte aller Gruppen finden sich in den Tabellen 3 und 4.

Nach 6 Stunden

Der χ^2 -Test konnte keine signifikante Abweichung der vier getesteten Gruppen ermitteln ($\chi^2 = 6,029$, $p = 0,110$). In allen Gruppen gab es eine höhere Häufigkeit der ARI-Werte 0 und 1 (keine bzw. weniger als 50% Kleberückstände auf der Schmelzoberfläche verbleibend), was eine hauptsächliche Ablösung an der Adhäsiv-Schmelz-Grenze, mit einer leichten Neigung zum Versagen im Adhäsiv-Bracket-Bereich bei vorheriger Säureätzung, anzeigen.

Nach Lagerung im Thermolastgerät

Der χ^2 -Test weist eine signifikante Abstufung in den ARI-Werten innerhalb der vier Gruppen aus ($\chi^2 = 21,136$, $p = 0,00$). In der vorgeätzten Gruppe lag eine signifikant höhere Häufigkeit der ARI-Zuordnungen 2 und 3 (mehr als 50% Kleber auf der Zahnoberfläche verbleibend) vor, was ein Versagen an der Grenze Adhäsiv – Bracket bedeutet. Bei den übrigen Gruppen trat das Versagen allerdings vor allem an der Grenzfläche Adhäsiv – Schmelz ein.

6 Stunden Wasserlagerung gegenüber Lagerung im Thermolastgerät

Bei Vergleich der ARI-Werte jeder Art der Vorkonditionierung vor und nach Temperaturwechsel ergab der χ^2 -Test keine Signifikanz der Kontrollgruppe ($\chi^2 = 2,143$, $p = 0,143$), der mattierten Zähne ($\chi^2 = 0$, $p = 1,00$) und der vorgeätzten Gruppe ($\chi^2 = 0,556$, $p = 0,456$). Diese Gruppen behielten ihr Versagensmuster sowohl vor als auch nach dem Thermocycling bei, welches im Bereich Adhäsiv – Schmelz bei der Kontroll- und der mattierten Gruppe und im Bereich Adhäsiv – Bracket bei der vorgeätzten Gruppe auftrat.

Bei der sandgestrahlten Gruppe allerdings ermittelte der χ^2 -Test eine Signifikanz der ARI-Werte vor und nach Temperaturwechsel-Behandlung ($\chi^2 = 6,136$, $p = 0,013$). Zugleich bestand eine vermehrte Häufigkeit der Werte 0 und 1 nach dem Thermocycling, was ein hauptsächliches Lösen des Bereiches Adhäsiv – Schmelz nach Lagerung im Thermolastgerät bezeichnet.

strength as conventional 3 steps-bonding [9, 25, 28]. However, that difference remains in the debonding characteristics, since they have different ARI [9, 28]; self-etching primers usually failed on the enamel-adhesive interface with conventional bonding, and when the enamel is prepared with phosphoric acid, they fail on the bracket-adhesive interface.

In attempting to improve the shear bond strength of self-etching primers, some researchers evaluated the effects of different components and acidities of various commercially-available brands, while others investigated the effect of enamel preparation.

Vicente et al. [28] observed no significant differences in bond strength between AdperTM PromptTM L-PopTM (3M Espe, Seefeld, Germany) and TransbondTM Plus Self-Etching Primer. Nor did Cehreli et al. [11] observe any differences between four self-etching primers (including AdperTM PromptTM L-PopTM, TransbondTM Plus Self-Etching Primer and ClearfilTM SE Bond [Kuraray Dental, Osaka, Japan]), but they examined their use for orthodontic-bracket bonding in terms of the shear bond strength achieved after thermal cycling and water storage. On the other hand, Arhun et al. [3] demonstrated that ClearfilTM SE Bond possesses greater shear bond strength than AdperTM PromptTM L-PopTM and TransbondTM Plus Self-Etching Primer.

Ritter et al. [24] found no statistically significant difference in mean bond strength between manipulated (using abrasive paper, grit 600) and untreated enamel with any of the adhesive systems used, nor were significant differences observed in bond strength among the adhesives tested (including AdperTM PromptTM L-PopTM and TransbondTM Plus Self-Etching Primer).

It is of course difficult to compare data from different research teams; there are still no standardized criteria for testing orthodontic shear bond strength to date [1, 4, 10, 11, 13, 16–18, 22].

In this study we found that enamel preparation can improve the shear bond strength of the self-etching primer tested (TransbondTM Plus Self-Etching Primer, 3M). The acid-etched group was slightly superior. The ARI revealed a pattern of failure particularly at the enamel-adhesive interface in all but the acid-etched group. This has more to do with the adhesive's stronger bond on the enamel following acid-etching than with the mesh of the bracket used.

Thermal cycling simulates the temperature dynamics in the oral environment. Daub et al. [12] observed a significant decrease in the shear bond strength of direct (TransbondTM XT, 3M) and indirect (TransbondTM XT/Sondhi Rapid Set and Enlight LV/Orthosolo [Ormco, Glendora, CA, USA]) bonded brackets after 500 cycles of thermal cycling between 5 °C and 55 °C. Bishara et al. [4] found that a cyanoacrylate orthodontic adhesive loses about 80% of its strength after thermal cycling 500 times between 5 °C and 55 °C. Meguro et al. [22] reported that a

Diskussion

Die „One-Bottle“-Konditionierung mit selbstätzenden Primern revolutionierte und verbesserte die klinische Adhäsiv-Technik [14, 19]. Viele Untersuchungen bestätigen diesen Produkten eine gleichwertige Scherfestigkeit zu den konventionellen 3-Steps-Bonding-Systemen [9, 25, 28]. Wohl aber bestimmt die Art der Vorbehandlung das Verhalten beim Entfernen der Brackets, was über das beim Ablösen verbleibende Klebematerial auf der Schmelzoberfläche belegt werden kann (= unterschiedliche ARI-Indices) [9, 28]: Die alleinige Anwendung selbstkonditionierender Primer versagt hauptsächlich an der Grenzfläche Schmelz – Adhäsiv, bei zusätzlicher Vorbehandlung über Phosphorsäure-Ätzung allerdings in der Verbindung des Brackets zum Adhäsiv.

Zur Verstärkung der Haftfestigkeit selbstkonditionierender Primer fassten sich einige Studien mit den Auswirkungen produktsspezifischer Inhaltsstoffe und Säureanteile. Andere behandeln den Einfluss der Schmelz-Vorkonditionierung.

Vicente et al. [28] konnten keine signifikant unterschiedlichen Haftfestigkeiten von AdperTM PromptTM L-PopTM (3M Espe, Seefeld, Deutschland) und TransbondTM Plus Self-Etching Primer feststellen. Auch Cehreli et al. [11] fanden keine wesentlichen Unterschiede unter vier handelsüblichen selbstätzenden Primern, darunter AdperTM PromptTM L-PopTM, TransbondTM Plus Self-Etching Primer und ClearfilTM SE Bond (Kuraray Dental, Osaka, Japan), aber sie stellten deren Verwendung für kieferorthopädische Aufgaben in Bezug auf deren Scherfestigkeiten nach Thermocycling und konstanter Wasserlagerung in Frage. Andererseits bescheinigten Arhun et al. [3] dem Produkt ClearfilTM SE Bond höhere Scherfestigkeiten als AdperTM PromptTM L-PopTM und TransbondTM Plus Self-Etching Primer.

Ritter et al. [24] sehen keine statistisch erkennbaren Abweichungen in der mittleren Scherfestigkeit zwischen bearbeitetem (mit Schleifpapier in 600er Körnung) und unbearbeitetem Schmelz wie auch keine signifikanten Unterschiede in der Klebekraft, darunter auch die Produkte AdperTM PromptTM L-PopTM und TransbondTM Plus Self-Etching Primer.

Bei all diesen Aussagen ist der Vergleich von Ergebnissen aus unterschiedlichen Forschungsarbeiten schwierig, da keine standardisierten Testkriterien für orthodontische Abscherversuche definiert sind [1, 4, 10, 11, 13, 16–18, 22].

Nach unserer Studie konnte eine Schmelzvorbehandlung die Scherbindungskraft von TransbondTM Plus Self-Etching Primer (3M) verbessern. Das zusätzliche Aufbringen von Phosphorsäure ergab einen geringen Vorteil. Die ARI-Werte zeigten bei allen Gruppen, außer bei Konditionierung mit Phosphorsäure, ein Versagensmuster, das vor allem an der Schmelz-Adhäsiv-Grenze eintrat. Der Erklärungsansatz liegt hierbei in der stärkeren Bindung des Adhäsivs zum vorgeätzten Schmelz als der retentiven Basis zum Kompositkleber.

primer without a polymerization initiator (Megabond) showed significantly less shear bond strength after 2000 and 5000 thermal cycles between 5 °C and 55 °C. However, a primer containing a polymerization initiator (Multibond) produced no significant decrease in shear bond strength after thermal cycling. Signorelli et al. [26] observed no significant differences in the shear bond strength of APC™ precoated brackets (3M Unitek, Monrovia, CA, USA) bonded with Transbond™ XT sealant after 30 minutes and after 24 hours of thermal cycling (approximately 580 cycles between 5 °C and 55 °C), regardless of the light source.

We observed no significant differences in shear bond strength after thermal cycling for 2500 times between 5 °C and 55 °C in all the groups tested in this study. The main characteristic in our thermal-cycling protocol is the intermediate bath at 37 °C for 60 seconds while the temperature is rising from 5 °C and 55 °C, and when it drops from 55 °C to 5 °C. This intermediate bath reduces the thermal shock while better simulating the oral environment.

By reducing the number of steps during bonding, clinicians can save time and reduce the potential for error and contamination during the bonding procedure [5]. Yet our investigation suggests an additional step: enamel preparation prior to the application of self-etching primers (Transbond™ Plus Self-Etching Primer) if a stronger bond is needed in certain situations. An increase in bond strength is essential when the clinician is faced with a non-compliant patient. Moreover, deciduous teeth and fluoridated or decalcified enamel surfaces produce inconsistent results when conditioned in the conventional manner. The clinician must select the appropriate enamel pre-treatment according to his clinical routine and an appraisal of the patient's enamel quality.

Further research on one-step products using different, more highly-acidic self-etching primers than the ones used in this study is needed to determine whether enamel pre-conditioning induces changes in shear bond strength.

Conclusions

Our findings indicate that enamel pre-treatment significantly increases the shear bond strength of orthodontic brackets bonded with self-etching primer, regardless of the type of pre-treatment. Thermal cycling did not influence shear bond strength. The ARI revealed that failure largely occurs on the enamel-adhesive interface in all but the acid-etched group, where failure was mainly on the bracket-adhesive interface. Thus we suggest that, if increased shear bond strength is desired, clinicians take an additional step during the bonding procedure even when using self-etching primers, namely, pre-conditioning the enamel surface. The clinician thereby has the choice of three enamel pre-conditioning protocols of equal value.

Mit dem Thermolastgerät wurden die dynamischen Temperaturschwankungen in der Mundhöhle simuliert. Daub et al. [12] wiesen eine signifikante Abnahme der Scherfestigkeit von direkt (Transbond™ XT, 3M) und indirekt (Transbond™ XT/Sondhi Rapid Set und Enlight LV/Orthosolo [Ormco, Glendora, CA, USA]) geklebten Brackets nach 500 Zyklen im Thermolastgerät zwischen 5 °C und 55 °C nach. Bishara et al. [4] beschreiben eine Reduzierung der Klebekraft von Cyanoacrylat-haltigen Adhäsiven um 80%, ebenfalls nach 500 Zyklen in Temperaturwechsel-Belastung zwischen 5 °C und 55 °C. Nach Meguro et al. [22] weisen Primer ohne enthaltene Polymerisationsinitiatoren, wie Megabond, eine signifikante Abnahme der Scherfestigkeit nach 2000 und 5000 temperierter Wasserzyklen (5 °C und 55 °C) auf. Demgegenüber hatten Primer mit Polymerisationsinitiatoren, wie Multibond, keine signifikanten Verringerungen der Scherhaftfestigkeit nach Thermocycling. Signorelli et al. [26] stellten keine signifikante Abweichung der Scherfestigkeit von mit Komposit vorbeschichteten APC™-Brackets (3M Unitek, Monrovia, CA, USA), die mit Transbond™ XT Sealant adhäsiv befestigt wurden, nach 30 Minuten bzw. 24 Stunden Thermocycling (etwa 580 Zyklen zwischen 5 °C und 55 °C) fest. Dabei erwies sich die Art der verwendeten Lichtquelle zur Aushärtung als unbedeutend.

In unserer Studie gab es in keiner Versuchsreihe signifikante Unterschiede der Scherfestigkeit nach 2500 Zyklen im Thermolastgerät zwischen 5 °C und 55 °C. Der wesentliche Unterschied in unseren Testbedingungen ist die Zwischenzeit eines 60-Sekunden-Zyklus von 37 °C zwischen den Kerntemperaturen von 5 °C und 55 °C, sowohl bei der Temperaturerhöhung als auch bei der Abkühlung. Dieser Zwischenzyklus vermindert den Temperaturschock, simuliert aber die Bedingungen in der Mundhöhle realistischer.

Durch Reduzierung der Arbeitsschritte beim Bonding der Brackets können Behandlungszeiten eingespart und das Risiko von Fehler- und Kontaminationsquellen des Arbeitsfeldes reduziert werden [5]. Davon abweichend schlagen unsere Ergebnisse einen weiteren Zwischenschritt vor, nämlich die Schmelzvorbehandlung vor Einsatz eines selbstkonditionierenden Primers (hier Transbond™ Plus Self-Etching Primer), vor allem wenn in speziellen Situationen eine stärkere Haftkraft gewünscht ist. Eine Verstärkung der Haftkraft ist sinnvoll bei mangelnder Patienten-Compliance mit einem möglicherweise folgenden umfangreichen Haftversagen. Des Weiteren sind bei Milchzähnen, fluoridiertem oder entmineralisiertem Schmelz unter konventioneller Konditionierung unsichere Ergebnisse zu erwarten. Der Anwender muss dabei die passende Vorbehandlung entsprechend seiner klinischen Routine und der Einschätzung der Schmelzqualität wählen.

Weitere Untersuchungen sind nötig, um zu klären, inwieweit die Schmelzvorkonditionierung auch bei anderen „One-step“-Produkten, z. B. solchen mit erhöhtem Säuregehalt, nachweisbare Einflüsse auf die Scherfestigkeit ausübt.

Acknowledgment

The authors would like to express their gratitude to Dr. Fady Lama and his team, and to Dr. Tohru Hayakawa for their valuable assistance.

References

- Ajlouni R, Bishara SE, Oonsombat C, Denehy GE. Evaluation of modifying the bonding protocol of a new acid-etch primer on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Angle Orthod* 2004;74:410-3.
- Ajlouni R, Bishara SE, Oonsombat C. Effect of water storage on the shear bond strength of a cyanoacrylate adhesive: clinical implications. *World J Orthod* 2004;5:250-3.
- Arhun N, Arman A, Sesen C, et al. Shear bond strength of orthodontic brackets with 3 self-etch adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2006;129:547-50.
- Bishara SE, Ajlouni R, Laffoon JF. Effect of thermocycling on the shear bond strength of a cyanoacrylate orthodontic adhesive. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003;123:21-4.
- Bishara SE, Oonsombat C, Ajlouni R, Laffoon JF. Comparison of the shear bond strength of 2 self-etch primer/adhesive systems. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2004;125:348-50.
- Bishara SE, Oonsombat C, Soliman MM, et al. Comparison of bonding time and shear bond strength between a conventional and a new integrated bonding system. *Angle Orthod* 2005;75:237-42.
- Bishara SE, Soliman M, Laffoon J, Warren JJ. Effect of changing a test parameter on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Angle Orthod* 2005;75:832-5.
- Bishara SE, Von Wald L, Olsen ME, Laffoon JF. Effect of time on the shear bond strength of glass ionomer and composite orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1999;116:616-20.
- Cal-Neto JP, Carvalho F, Almeida RC, Miguel JA. Evaluation of a new self-etching primer on bracket bond strength in vitro. *Angle Orthod* 2006;76:466-9.
- Cardoso PE, Meloncini MA, Placido E, et al. Influence of the substrate and load application method on the shear bond strength of two adhesive systems. *Oper Dent* 2003;28:388-94.
- Cehreli ZC, Kecik D, Kocadereli I. Effect of self-etching primer and adhesive formulations on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2005;127:573-9.
- Daub J, Berzins DW, Linn BJ, Bradley TG. Bond strength of direct and indirect bonded brackets after thermocycling. *Angle Orthod* 2006;76:295-300.
- Eliades T, Katsavrias E, Zinelis S, Eliades G. Effect of loading rate on bond strength. *J Orofac Orthop* 2004;65:336-42.
- Fritz UB, Diedrich P, Finger WJ. Self-etching primers – an alternative to the conventional acid etch technique? *J Orofac Orthop* 2001;52:238-45.
- Holzmeier M, Schaubmair M, Dasch W, Hirschfelder U. A new generation of self-etching adhesives: comparison with traditional acid etch technique. *J Orofac Orthop* 2008;60:78-93.
- Katona TR, Long RW. Effect of loading mode on bond strength of orthodontic brackets bonded with 2 systems. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2006;129:60-4.
- Klocke A, Kahl-Nieke B. Effect of debonding force direction on orthodontic shear bond strength. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2006;129:261-5.
- Klocke A, Kahl-Nieke B. Influence of force location in orthodontic shear bond strength testing. *Dent Mater* 2005;21:391-6.
- Korbmacher H, Klocke A, Huck L, Kahl-Nieke B. Enamel conditioning for orthodontic bonding with a single-step bonding agent. *J Orofac Orthop* 2002;63:463-71.
- Mandall NA, Millett DT, Mattick CR, et al. Adhesives for fixed orthodontic brackets. *Cochrane Database Syst Rev* 2003;(2):CD002282.

Schlussfolgerungen

Die Ergebnisse der Studie weisen bei Anwendung selbstkonditionierender Primer auf eine signifikante Erhöhung der Scherhaftfestigkeit durch Vorbehandlung der Schmelzoberfläche hin. Dabei zeigten sich alle Arten der Vorbehandlung als gleichwertig. Wechselnde Temperatureinwirkung hatte keinen Einfluss auf die Qualität des Verbundes. Die ARI-Werte geben an, dass die Fraktur des Verbundes hauptsächlich an der Grenzfläche Schmelz – Adhäsiv eintritt, mit Ausnahme der Proben mit zusätzlicher Vorbehandlung durch Phosphorsäure, wo die Bruchlinie zwischen Bracket und Adhäsiv entsteht. Anhand dieser Resultate schlagen die Autoren auch bei selbstkonditionierenden Primern eine Vorbehandlung der Schmelzoberfläche zur Verbesserung der Belastungsstabilität vor. Dabei bleibt dem Anwender die Wahl der Vorkonditionierung durch drei gleichwertige Verfahren überlassen.

Danksagung

Die Autoren möchten sich bei Dr. Fady Lama und seinem Team und bei Dr. Tohru Hayakawa für die wertvolle Mithilfe an der vorliegenden Untersuchung bedanken.

- Mandall NA, Millett DT, Mattick CR, et al. Orthodontic adhesives: a systematic review. *J Orthod* 2002;29:205-10.
- Meguro D, Hayakawa T, Saito K, et al. Effect of thermal cycling on shear bond strength with different types of self-etching primer for bonding orthodontic brackets using a MMA-based resin. *Dent Mater* 2005;24:30-5.
- Olsen ME, Bishara SE, Damon P, Jakobsen JR. Evaluation of Scotch-bond Multipurpose and maleic acid as alternative methods of bonding orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1997;111:498-501.
- Ritter DE, Ritter AV, Bruggeman G, et al. Bond strengths and adhesive remnant index of self-etching adhesives used to bond brackets to instrumented and uninstrumented enamel. *Am J Dent* 2006;19:47-50.
- Saito K, Sirirungrojying S, Meguro D, et al. Bonding durability of using self-etching primer with 4-META/MMA-TBB resin cement to bond orthodontic brackets. *Angle Orthod* 2005;75:260-5.
- Signorelli MD, Kao E, Ngan PW, Gladwin MA. Comparison of bond strength between orthodontic brackets bonded with halogen and plasma arc curing lights: an in-vitro and in-vivo study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2006;129:277-82.
- Trites B, Foley TF, Banting D. Bond strength comparison of 2 self-etching primers over a 3-month storage period. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2004;126:709-16.
- Vicente A, Bravo LA, Romero M, et al. Shear bond strength of orthodontic brackets bonded with self-etching primers. *Am J Dent* 2005;18:256-60.

Correspondence Address

Elie William Amm, DCD, DES
Maria Center, 1st floor
Jbeil 4503-3003
Lebanon
Phone: (+961/9) 54-3434, Fax: -5678
e-mail: elie.el-amm@usj.edu.lb