

# Shear bond strength of different adhesives tested in accordance with DIN 13990-1/-2 and using various methods of enamel conditioning

## Untersuchung der Scherhaftfestigkeit verschiedener Adhäsive nach DIN 13990-1/-2 unter verschiedenen Ätzbedingungen

Christine Richter · Paul-Georg Jost-Brinkmann

### Abstract

**Objectives.** The purpose of this work was to analyze the shear bond strength (SBS) of different adhesives for orthodontic brackets in accordance with DIN 13990-1/-2, also taking into consideration potential effects arising from different scenarios of enamel conditioning and specimen storage.

**Materials and methods.** A total of 390 experiments were performed, with groups of 10 specimens subjected to identical treatments. Three adhesives were tested: Transbond™ XT (3M Unitek, Monrovia, USA), Beauty Ortho Bond (Shofu, Kyoto, Japan), and Fuji Ortho LC (GC Europe, Leuven, Belgium). SBS was evaluated separately at the bracket–adhesive and adhesive–enamel interfaces, as well as the total (enamel–adhesive–bracket) interface. The brackets were metal brackets for upper right central incisors (Discovery® from Dentauro, Ispringen, Germany). A universal testing machine (Zwick Z010, Ulm, Germany) was used for testing the SBS after 15 min, or after storage in distilled water at 37°C for 24 h, or after 24 h followed by 500 thermocycles alternating between 5 and 55°C.

**Results.** Transbond™ XT produced the highest levels of SBS. The least favorable performance was observed with Fuji Ortho LC after enamel conditioning with 10% polyacrylic acid. Thermocycling did not have a significant influence.

**Conclusion.** Transbond™ XT and Beauty Ortho Bond (but not Fuji Ortho LC) yielded levels of SBS adequate for clinical application ( $\geq 7$  MPa).

### Keywords

Etching · Enamel conditioning · Interface aspects · Thermocycling · In vitro study

### Zusammenfassung

**Ziel.** In der vorliegenden Studie sollte die Scherhaftfestigkeit verschiedener Adhäsive in Abhängigkeit von Lagerung und Konditionierung nach DIN 13990-1/-2 bestimmt werden.

**Material und Methode.** Die Untersuchung umfasste 390 Versuche. Jeweils 10 Proben wurden gleich behandelt. Untersucht wurden Transbond™ XT (3M Unitek, Monrovia, USA), Beauty Ortho Bond (Shofu, Kyoto, Japan) und Fuji Ortho LC (GC Europe, Leuven, Belgien). Die Scherhaftfestigkeit wurde sowohl im Einzelverbund Schmelz-Adhäsiv sowie Bracket-Adhäsiv als auch im Gesamtverbund Schmelz-Adhäsiv-Bracket getestet. Es wurden Discovery®-Brackets für Zahn 11 (Dentauro, Ispringen, Deutschland) verwendet. Das Abscheren erfolgte alternativ nach 15 min, nach 24 h in destilliertem Wasser bei 37°C und nach 24 h in destilliertem Wasser bei 37°C und 500 Temperaturwechselbelastungen (5°C, 55°C). Zum Abscheren wurde eine Universalprüfmaschine (Zwick Z010, Ulm, Deutschland) eingesetzt.

**Ergebnisse.** Die höchsten Scherhaftfestigkeiten wurden mit Transbond™ XT gemessen. Die geringsten Scherhaftfestigkeiten wurden mit Fuji Ortho LC bei Konditionierung mit 10%iger Polyacrylsäure erreicht. Thermocycling hatte keinen signifikanten Einfluss auf die Scherhaftfestigkeit.

**Schlussfolgerung.** Bis auf Fuji Ortho LC erreichten die untersuchten Adhäsive für den klinischen Einsatz ausreichende Verbundfestigkeiten ( $\geq 7$  MPa).

### Schlüsselwörter

Ätzung · Schmelzkonditionierung · Verbundsituation · Thermocycling · In-vitro-Studie

Center for Dental and Craniofacial Sciences, Department of Orthodontics, Dentofacial Orthopedics and Pedodontics, Charité – Universitätsmedizin Berlin, CC3, Berlin

Received: 14 July 2014; accepted: 13 August 2014;  
published online: 7 March 2015

J Orofac Orthop 2015; 76:175–187  
DOI 10.1007/s00056-014-0281-1

## Introduction

Brackets need to adhere securely to enamel without debonding when exposed to orthodontic forces. Etch-and-rinse approaches represent the established standard for bonding of brackets with composite resins. While the simple and time-saving alternative of using self-etching adhesives is appealing, the acidic monomers they include offer a lower potential for demineralization than phosphoric acid [32]. For this reason, their ability to yield adequate levels of bond strength on enamel has been continually called into question [9, 31]. Glass ionomer cements are also used to bond brackets, but there has been controversy over their shear bond strength (SBS) following conditioning with either phosphoric acid or polyacrylic acid [17, 30].

Although numerous studies have examined the bond strength of adhesives for orthodontic brackets [20, 21, 23, 36], these are hardly comparable, thus, they must be judged separately, given the large heterogeneity of test procedures involved [10]. DIN 13990-1/-2 [7, 8] prescribes standardized tests intended to ensure comparability of results.

The present study was performed to test whether

- SBS would vary with the use of different adhesives, including Transbond™ XT (3M Unitek, Monrovia, CA), Beauty Ortho Bond (Shofu, Kyoto, Japan), and Fuji Ortho LC (GC, Leuven, Belgium),
- the SBS of Transbond™ XT after conditioning with phosphoric acid plus regular primer (Transbond™ XT Light Cure Adhesive Primer) differs from conditioning with self-etching primer (Transbond™ Plus Self Etching Primer), and
- the SBS of Fuji Ortho LC differs after conditioning with phosphoric compared to polyacrylic acid.

Furthermore, our approach of conducting these tests in accordance with DIN 13990-1/-2 was going to yield information on the suitability of its recommendations.

## Materials and methods

The study design shown in **Fig. 1** is based on the identical treatment of ten specimens for each of the configurations arising from a number of variables selected for SBS testing of the three aforementioned adhesives, including various associated enamel conditioning regimens, three interface aspects, and three storage scenarios.

The tests were conducted with stainless steel brackets (Discovery®, 790-165-00; Dentaaurum, Ispringen, Germany) in accordance with DIN 13990-1/-2 (09/2008). SBS was tested at the enamel–adhesive interface, at the bracket–adhesive interface, and at the enamel–adhesive–bracket total interface. Different types of enamel conditioning were tested with Transbond™ XT (35% phosphoric acid plus Transbond™ XT Light Cure Adhesive Primer versus Transbond™ Plus Self Etching Primer) and Fuji Ortho LC (35% phosphoric acid versus 10% polyacrylic acid). The third adhesive, Beauty Ortho Bond, was invariably conditioned with the system-specific self-etching primers A plus B.

## Einleitung

Brackets müssen sicher am Schmelz haften und dürfen sich unter orthodontischen Kräften nicht lösen. In Verbindung mit Kompositen hat sich die Etch-and-Rinse-Technik als Standard etabliert. Selbstätzende Adhäsive sind jedoch wegen ihrer einfachen, zeitsparenden Handhabung eine attraktive Alternative gegenüber Etch-and-Rinse-Produkten. Jedoch besitzen die sauren Monomere der selbstätzenden Adhäsive ein geringeres Demineralisationspotenzial als Phosphorsäure [32]. Die Fähigkeit selbstätzender Adhäsive, eine ausreichende Schmelzhaftung zu erlangen, wird daher immer wieder infrage gestellt [9, 31]. Bei der Bracketbefestigung mit Glasionomern werden die Scherhaftfestigkeiten nach der Konditionierung mit Phosphorsäure im Vergleich zu Polyacrylsäure kontrovers beurteilt [17, 30].

Die Haftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente wurde bereits in einer Vielzahl von Studien untersucht [20, 21, 23, 36]. Das breite Spektrum der angewendeten Testverfahren führte zu Ergebnissen, die kaum vergleichbar sind und individuell beurteilt werden müssen [10]. DIN 13990-1/-2 [7, 8] beschreibt standardisierte Testverfahren, deren Anwendung zu vergleichbaren Ergebnissen führen soll.

Es sollte überprüft werden, ob,

- die Scherhaftfestigkeiten der Adhäsive Transbond™ XT, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC sich unterscheiden,
- die Scherhaftfestigkeiten bei Transbond™ XT nach Konditionierung mit Phosphorsäure und Transbond™ XT Light Cure Adhesive Primer sich von der Konditionierung mit Transbond Plus Self Etching Primer unterscheiden,
- die Scherhaftfestigkeiten bei Fuji Ortho LC nach Konditionierung mit Phosphorsäure sich von der Konditionierung mit Polyacrylsäure unterscheiden.

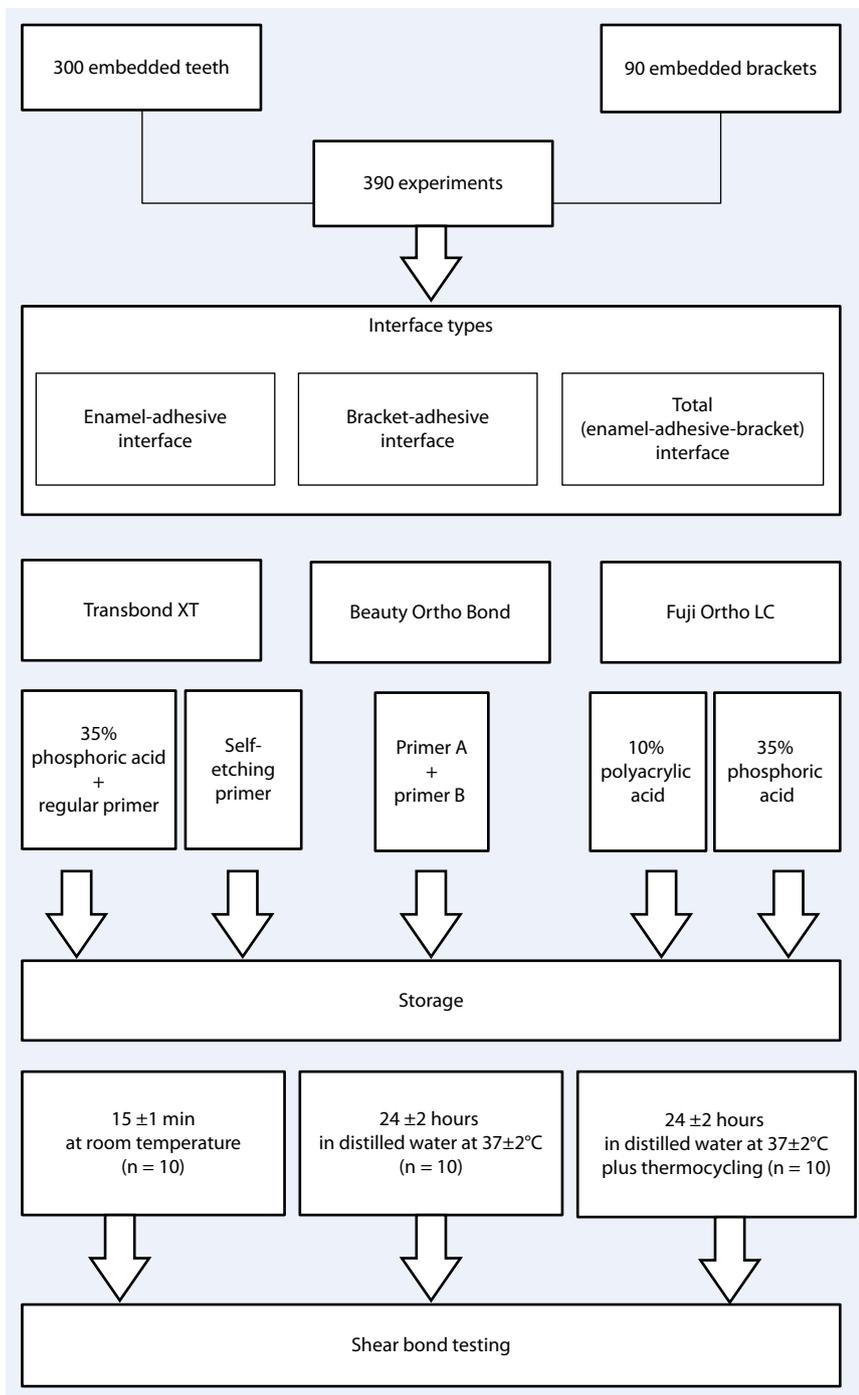
Weiterhin sollte durch die Anwendung der Normvorschriften von DIN 13990-1/-2 deren Eignung beurteilt werden.

## Materialien und Methoden

Das Studiendesign zeigt **Abb. 1**. Jeweils 10 Proben wurden hinsichtlich Adhäsiv, Verbundsituation, Konditionierungsmodus und Lagerung gleich behandelt.

In der vorliegenden Studie wurde die Scherhaftfestigkeit der Adhäsive Transbond™ XT, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC nach den Vorgaben von DIN 13990-1/-2 (09/2008) in Kombination mit Discovery®-Stahlbrackets (790-165-00, Dentaaurum, Ispringen) bestimmt. Getestet wurden die Scherhaftfestigkeiten im Einzelverbund Schmelz-Adhäsiv sowie im Einzelverbund Bracket-Adhäsiv. Ebenso wurde der Gesamtverbund Schmelz-Adhäsiv-Bracket untersucht.

Die Scherhaftfestigkeit der Adhäsive Transbond™ XT und Fuji Ortho LC wurde nach Anwendung unterschiedlicher Konditionierungsmittel getestet um zu prüfen, ob sich ein veränderter Konditionierungsmodus auf die Scherhaftfestigkeit auswirkt. Bei Transbond™ XT wurde mit 35%iger Phosphorsäure geätzt und Transbond™ XT Light Cure Adhesive Primer (3M Unitek)



**Fig. 1** ◀ Process chart of the experimental set-up.  
**Abb. 1** ◀ Flussdiagramm des Versuchsaufbaus

In accordance with DIN 13990, which requires the use of either human third molars or bovine erupted permanent lower incisors for SBS testing, freshly extracted and intact lower incisor crowns of approximately 2-year-old cattle were used. Only teeth whose labial enamel surface was uniform, smooth, as plane as possible, showing a curvature radius of  $\geq 12.5$  mm, and no severe discolorations were selected. The crowns were separated from the roots under water cooling and stored in 0.5% chloramine-T solution at room temperature ( $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ) for

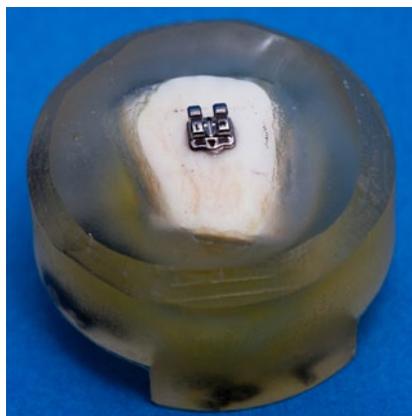
angewandt, oder es wurde mit Transbond Plus Self Etching Primer (3M Unitek) konditioniert. Bei Fuji Ortho LC erfolgte die Konditionierung mit 35%iger Phosphorsäure oder mit 10%iger Polyacrylsäure. Die Konditionierung bei Beauty Ortho Bond erfolgte mit dem zugehörigen selbstätzenden Primer (Primer A und Primer B).

Nach DIN 13990 sind für die Scherhaftfestigkeitsprüfungen humane dritte Molaren oder durchgebrochene, permanente, bovine Unterkieferschneidezähne zu verwenden. In der vorlie-



**Fig. 2** ▲ Adhesive cylinder on enamel. These were used to test shear bond strength at the enamel–adhesive interface.

**Abb. 2** ▲ Adhäsivzylinder auf Schmelz zur Bestimmung der Scherhaftfestigkeit zwischen Schmelz und Adhäsiv



**Fig. 3** ▲ Bracket on enamel. These were used to test shear bond strength at the total (enamel–adhesive–bracket) interface.

**Abb. 3** ▲ Bracket auf Schmelz zur Bestimmung der Scherhaftfestigkeit zwischen Schmelz, Adhäsiv und Bracketbasis



**Fig. 4** ▲ Adhesive cylinder on embedded bracket. These were used to test shear bond strength at the bracket–adhesive interface.

**Abb. 4** ▲ Adhäsivzylinder auf eingebettetem Bracket zur Bestimmung der Scherhaftfestigkeit zwischen Bracketbasis und Adhäsiv

14 days, followed by temporary storage in type-3 water as per DIN ISO 3696 in a refrigerator at  $4\pm 2^\circ\text{C}$ . In accordance with DIN 13990, they were embedded in cold-curing resin (Technovit® 4004; Heraeus Kulzer, Wehrheim, Germany) using polytetrafluoroethylene molds.

#### Enamel–adhesive interface and enamel–adhesive–bracket interface

The embedded teeth were used to test the SBS of these two interfaces (enamel–adhesive interface in **Fig. 2** and enamel–adhesive–bracket interface in **Fig. 3**) after cleaning their enamel surface with a cloth polishing brush and pumice at  $3000\text{ min}^{-1}$ , rinsing with water, and drying with oil-free compressed air. Transbond™ XT and Fuji Ortho LC were tested with two conditioning modes and Beauty Ortho Bond with one mode (**Fig. 1**). All conditioning steps were performed as recommended by the manufacturers (**Tab. 1**).

#### Adhesive cylinders on embedded teeth

In accordance with DIN 13990, silicone discs were made from transparent silicone (Alpa-Sil Juwel; Alpina, Geretsried, Germany; thickness: 3 mm) with a cylindrical hole (diameter: 3 mm) in their center (**Fig. 2**). After placing the disc with the hole centered over the conditioned enamel surface, it was loaded and affixed with a flat washer 2 mm thick and 30 mm in outer diameter. The adhesive was pushed directly from the syringe into the opening of the silicone disc, followed by mild condensation with a ball-ended plugger (DE052R; Aesculap, Tuttlingen, Germany) and 5 s of light-curing directly from above. The latter was accomplished by using a LED lamp (Bluephase 20i; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) in turbo mode featuring a wave spectrum of 385–515 nm and an output of  $2000\pm 200\text{ mW/cm}^2$ .

genden Arbeit wurden frisch extrahierte, intakte Unterkiefer-schneidezahnkronen von ungefähr 2 Jahre alten Rindern verwendet. Die ausgewählten Zähne hatten eine gleichmäßige, glatte, möglichst plane, labiale Schmelzoberfläche mit einem Krümmungsradius von mindestens 12,5 mm und keine starken Verfärbungen. Nach dem Abtrennen der Kronen unter Wasserkühlung wurden sie für 14 Tage in 0,5%iger Chloramin-T-Lösung bei  $23\pm 2^\circ\text{C}$  Raumtemperatur aufbewahrt. Danach wurden sie in Wasser der Qualität 3 nach DIN ISO 3696 im Kühlschrank bei  $4\pm 2^\circ\text{C}$  zwischengelagert.

Gemäß DIN 13990 wurden die Zähne in kalt aushärtendem Kunststoff (Technovit® 4004 Heraeus Kulzer, Wehrheim, Deutschland) eingebettet. Zum Einbetten wurden Einbettformen aus Polytetrafluorethylen gemäß DIN 13990 verwendet.

#### Prüfung des Einzelverbundes Schmelz-Adhäsiv und des Gesamtverbundes Schmelz-Adhäsiv-Bracket

Die eingebetteten Zähne dienen zum Prüfen der Scherhaftfestigkeit des Einzelverbundes Schmelz-Adhäsiv (**Abb. 2**) und des Gesamtverbundes Schmelz-Adhäsiv-Bracket (**Abb. 3**).

Die Schmelzoberfläche der eingebetteten Zähne wurde mit einem Leinenschwabbel und Bimsstein bei  $3000\text{ min}^{-1}$  gereinigt, mit Wasser abgespült und mit ölfreier Druckluft getrocknet.

Die Adhäsive Transbond™ XT und Fuji Ortho LC wurden mit zwei Konditionierungstechniken untersucht. Das Adhäsiv Beauty Ortho Bond wurde mit einer Konditionierungstechnik untersucht (**Abb. 1**). Die Konditionierung selbst erfolgte entsprechend den Herstellerangaben (**Tab. 1**).

#### Aufbringen der Adhäsivzylinder auf eingebettete Zähne

Drei Millimeter dicke, transparente Silikonscheiben gefertigt gemäß DIN 13990 aus Alpa-Sil Juwel (Alpina, Geretsried, Deutschland) mit einer zentralen zylindrischen Aussparung von 3 mm Durchmesser stellen die Hohlform für die Adhäsiv-

<b>Tab. 1</b> Scenarios of enamel surface conditioning.
<b>Tab. 1</b> Szenarien für Schmelzoberflächenkonditionierung
<i>Group 1: Transbond™ XT (35% phosphoric acid + regular primer)</i> The enamel surface was etched with 35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> for 15 s, rinsed with running water for 10 s, and dried with oil-free compressed air for 5 s. Then a thin layer of Transbond™ XT Primer was applied and gently blown with oil-free compressed air for 3 s
<i>Group 2: Transbond™ XT (self-etching primer)</i> The enamel surface was etched with Transbond™ Plus Self Etching Primer using the applicator. The primer was rubbed onto the surface for 4 s and gently blown with oil-free compressed air for 3 s
<i>Group 3: Beauty Ortho Bond</i> One drop each of primers A and B were mixed with a "fine microbrush". A small amount of the mixture was thinly layered onto the enamel surface, allowed to rest for 3 s, and gently blown for 3 s
<i>Group 4: Fuji Ortho LC (10% PAA)</i> Ortho Conditioner (10% PAA) was applied to the enamel surface using tweezers and a foam pellet, allowed to rest for 20 s, rinsed with running water for 10 s, and dried with oil-free compressed air for 5 s
<i>Group 5: Fuji Ortho LC (35% phosphoric acid)</i> The enamel surface was etched with 35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> for 15 s, rinsed with running water for 10 s, and dried with oil-free compressed air for 5 s
PAA polyacrylic acid.

### Brackets bonded to embedded teeth

Stainless steel brackets for upper right central incisors (Discovery®, 790-165-00; Dentaaurum) were bonded with the various adhesives to the conditioned enamel surfaces of embedded tooth specimens (**Fig. 3**). A bracket tweezer (025-277-00; Dentaaurum) was used to position the brackets, followed by pressing against the surface and aligning. After removing excess material with a dental probe (DA410R; Aesculap), the adhesive was light-cured in turbo mode from a mesial and a distal angle of 30° relative to the tooth surface for 5 s each.

### Bracket–adhesive interface

Here the brackets (Discovery®, 790-165-00; Dentaaurum) were embedded in Technovit® 4004, using the same molds as for embedding of the teeth. Again, transparent silicone discs of the type just described were used to place adhesive cylinders onto the embedded brackets. Each silicone disc was discarded after ten identical experiments. These again included placement of the disc with its hole centered over the bracket base, loading with a flat washer, and filling the adhesive into the opening of the disc followed by light-curing as outlined above for adhesive cylinders placed onto embedded teeth (**Fig. 4**).

### Scenarios of specimen storage

The finished specimens were stored in three different ways after light-curing:

- at room temperature for 15±1 min,
- inside a drying chamber in water of type-3 quality as per DIN ISO 3696 at 37±2°C for 24±2 h, or
- inside a drying chamber in water of type-3 quality as per DIN ISO 3696 at 37±2°C for 24±2 h followed by 500 thermocycles alternating between 5 and 55°C (20 s per bath; transfer time: 5 s).

### Shear bond strength testing

After storage, the bonded specimens were tested for SBS using a universal testing machine (Zwick Z010; Ulm, Germany) at a

sivzylinder dar (**Abb. 2**). Die Silikonscheibe wurde mit ihrer zentralen Öffnung mittig auf die konditionierte Schmelzoberfläche gesetzt und mit einer Unterlegscheibe (2 mm Dicke, Außendurchmesser 3 cm) fixiert. Das jeweilige Adhäsiv wurde direkt aus der Spritze in die Öffnung der Silikonscheibe gedrückt und mit einem Kugelstopfer (DE052R; Aesculap, Tuttlingen, Deutschland) leicht kondensiert. Es folgte die Lichthärtung für 5 s direkt von oben, verwendet wurde dazu eine Bluephase 20i (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) mit einem Wellenlängenspektrum von 385 bis 515 nm und einer Leistung von 2000±200 mW/cm<sup>2</sup> im Turbomodus.

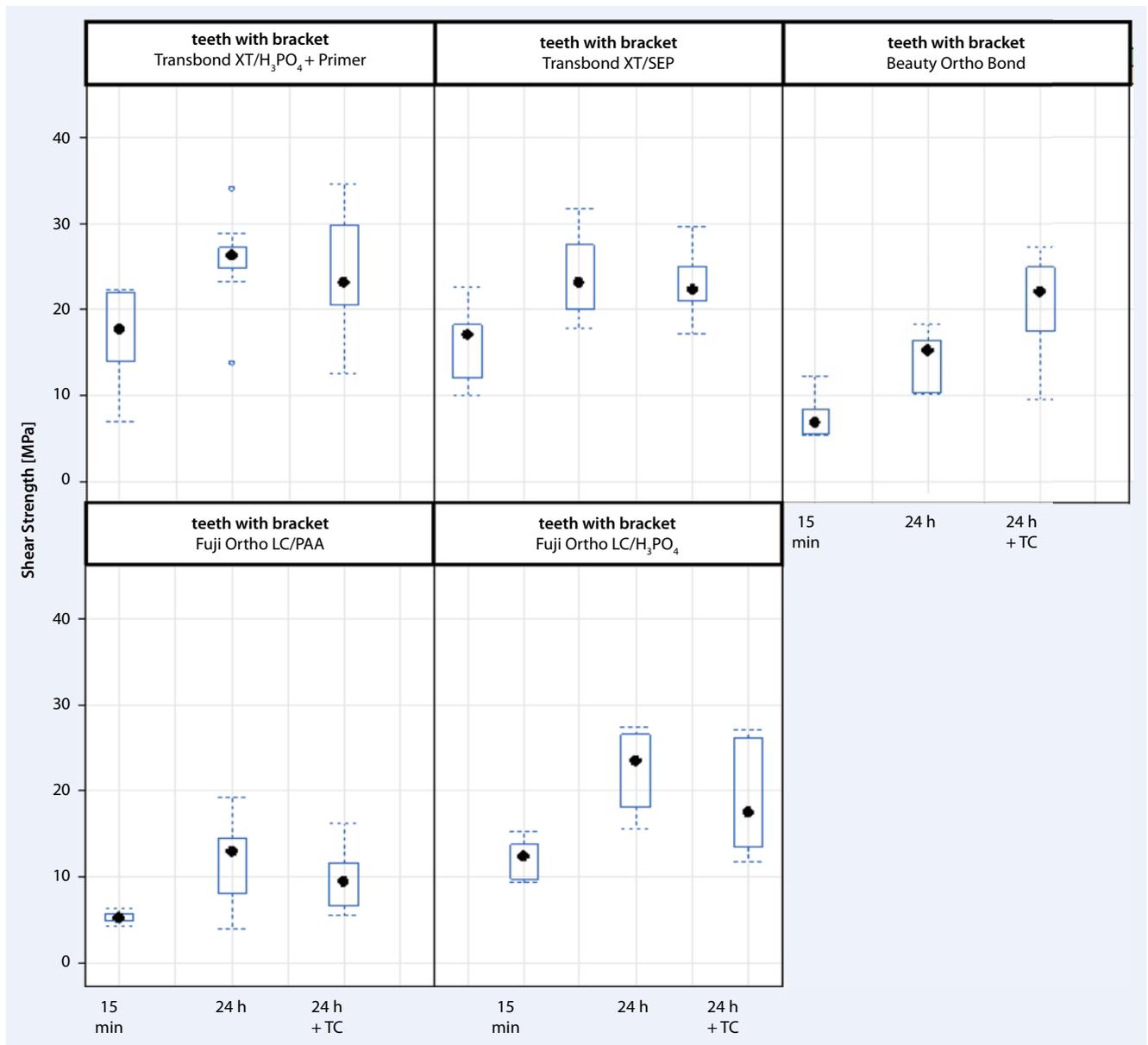
### Aufbringen der Brackets auf eingebettete Zähne

Auf die konditionierte Schmelzoberfläche wurden mit den jeweiligen Adhäsiven Discovery®-Brackets für Zahn 11 (790-165-00; Dentaaurum, Ispringen, Deutschland) geklebt (**Abb. 3**). Mit einer Bracketsetzpinzette (025-277-00; Dentaaurum) wurden die Brackets auf dem Schmelz platziert, angedrückt und ausgerichtet. Überschüsse wurden mit einer zahnärztlichen Sonde (DA410R; Aesculap) entfernt. Die Polymerisation erfolgte jeweils von mesial und distal in einem Winkel von 30° zur Zahnoberfläche für 5 s im Turbomodus.

### Prüfung des Einzelverbundes Bracket-Adhäsiv

Zum Prüfen des Einzelverbundes Bracket-Adhäsiv (**Abb. 4**) wurden Brackets für Zahn 11 (790-165-00; Dentaaurum, Ispringen, Deutschland) in Technovit® 4004 eingebettet. Dazu dienten die selben Formen wie zum Einbetten der Zähne.

Zum Aufbringen der Adhäsivzylinder auf eingebettete Brackets wurden die oben genannten transparenten Silikonscheiben verwendet. Jede Silikonscheibe wurde für 10 gleichartige Versuche verwendet und danach verworfen. Die Silikonscheibe wurde dabei mit ihrer Öffnung mittig auf die Bracketbasis gesetzt und mit einer Unterlegscheibe fixiert. Das Füllen der Silikonform mit dem jeweiligen Adhäsiv und die Lichthärtung entsprachen dem Vorgehen beim Aufbringen von Adhäsivzylindern auf eingebettete Zähne.



**Fig. 5 ▲** Shear bond strength at the enamel–adhesive–bracket interface. TC thermocycling.  
**Abb. 5 ▲** Scherhaftfestigkeit des Gesamtverbundes Schmelz-Adhäsiv-Bracket. TC Thermocycling

crosshead speed of 1 mm/min until the force dropped by 80%. The shear force at fracture (the force level at which debonding of the specimen occurred) was captured via a 2.5 kN load cell connected to a computer and was displayed by the testing machine in Newton (N). The SBS was expressed in MPa, using the bracket base area specification of 13.12 mm<sup>2</sup> provided by the manufacturer. Our approach departed from the provisions of DIN 13990 in that we used the mean value of three caliper-based measurements to calculate the cross-sectional area of each adhesive cylinder.

**Probenlagerung**

Die fertigen Proben wurden unterschiedlich gelagert:

- Lagerung bei Raumtemperatur für 15±1 min nach Ende der Photopolymerisation.
- Lagerung im Brutschrank in Wasser nach DIN ISO 3696, Qualität 3, bei 37 ±2°C für 24±2 h nach Ende der Photopolymerisation.
- Lagerung im Brutschrank in Wasser nach DIN ISO 3696, Qualität 3, bei 37±2°C für 24±2 h nach Ende der Photopolymerisation und anschließendem Thermocycling (TC). Das Thermocycling bestand aus 500 Zyklen zwischen 5°C und

### Statistical analysis and graphs

Statistical software (SPSS, v. 20; IBM, Armonk, NY, USA) was used for analysis and graphic presentation of the shear experiments. As Levené's test did not show identical variances with the different adhesives ( $p=0.04$ ), analysis of variance (ANOVA) was performed with Welch's test [33]. Consideration was given to the different adhesives, enamel conditioning, interface types, conditioning methods, and storage modes. If the ANOVA yielded a significant result, Tamhane's post hoc test [29] was performed to check which of the adhesive/conditioning combinations differed in terms of SBS. Clinical requirements were defined to assess the practical usefulness of the adhesives, including

- SBS of  $\geq 7$  MPa in each single evaluation,
- shear-induced debonding at the enamel–adhesive interface, and
- as little residual adhesive as possible on the enamel surface after shear-induced debonding.

### Results

The results of SBS testing are shown in **Fig. 5**, **6**, and **Fig. 7**. It is beyond the scope of this article to present all statistical comparisons. For additional details, the reader is referred to the doctoral thesis underlying this study [26].

#### Enamel–adhesive–bracket interface

The SBS values obtained with the three adhesives differed with Transbond™ XT showing the best performance overall (**Fig. 5**). No significant difference was found between enamel conditioning with phosphoric acid + regular primer (median SBS: 26.24 MPa after 24 h vs. 22.98 MPa after 24 h plus thermocycling) versus conditioning with self-etching primer before application of Transbond™ XT (median SBS: 23.05 MPa after 24 h vs. 22.11 MPa after 24 h plus thermocycling). Both conditioning scenarios for Transbond™ XT application were, however, characterized by higher SBS levels than were achieved with the other two adhesives.

A significant difference was found for Fuji Ortho LC after conditioning with phosphoric acid vs. polyacrylic acid, with median SBS values of 23.36 vs. 12.88 MPa after 24 h and 17.43 vs. 9.42 MPa after 24 h plus thermocycling.

Beauty Ortho Bond, which only involved one conditioning scenario with primers A plus B, yielded median SBS values of 15.09 MPa after 24 h and 21.97 MPa after 24 h plus thermocycling. The latter involved one single outlier of  $<7$  MPa, in which debonding occurred at the bracket–adhesive interface at 5.51 MPa after 24 h without thermocycling.

#### Bracket–adhesive vs. enamel–adhesive interface

Whether the enamel–adhesive interface is stronger than the bracket–adhesive interface depended on the adhesive used (**Fig. 6** and **Fig. 7**).

55°C. Die Aufenthaltsdauer der Proben betrug pro Bad 20 s bei einer Transferzeit von 5 s.

#### Scherhaftfestigkeitsprüfung

Nach der Lagerung wurden die Adhäsivzylinder bzw. Brackets mittels einer Zugprüfmaschine (Zwick Z010, Ulm, Deutschland) bei einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min abgesehen. Die Kraftzufuhr stoppte bei einem Kraftabfall um 80%. Die Bruchscherscherkräfte wurden über eine 2,5 kN Messdose und einen angeschlossenen Computer für jede Probe aufgezeichnet. Die Bruchscherscherkräfte, die zum Versagen des Verbundes führten, wurden an der Prüfmaschine in Newton [N] abgelesen. Die Verbundfestigkeit wurde in MPa angegeben. Dabei wurde die Bracketbasisfläche vom Hersteller mit 13,12 mm<sup>2</sup> übernommen. In Abweichung von den Vorgaben der DIN 13990 wurde die Querschnittsfläche der Adhäsivzylinder für jede Probe als Mittelwert dreier Messungen mittels Schieblehre berechnet.

#### Statistische Auswertung und grafische Darstellung

Die statistische Auswertung und grafische Darstellung der Scherversuche erfolgte mit Hilfe des Statistikprogramms IBM SPSS Statistics (Version 20). Der Levené-Test zeigte keine Varianzgleichheit bei den verschiedenen Adhäsiven ( $p=0,04$ ), deshalb ist bei der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Welch-Test [33] eingesetzt worden. Die ANOVA wurde unter Berücksichtigung der Einflussfaktoren Adhäsiv, Verbundsituation, Konditionierungsmodus und Lagerung angewendet. Nachdem die ANOVA signifikant war, wurde mit dem Posthoc-Tamhane-Test [29] geprüft, welche Kombinationen von Adhäsiv und Konditionierung unterschiedliche Scherhaftfestigkeiten aufwiesen. Um die Adhäsive hinsichtlich ihrer Praxistauglichkeit einzuschätzen, wurden klinische Kriterien formuliert.

Diese Kriterien waren:

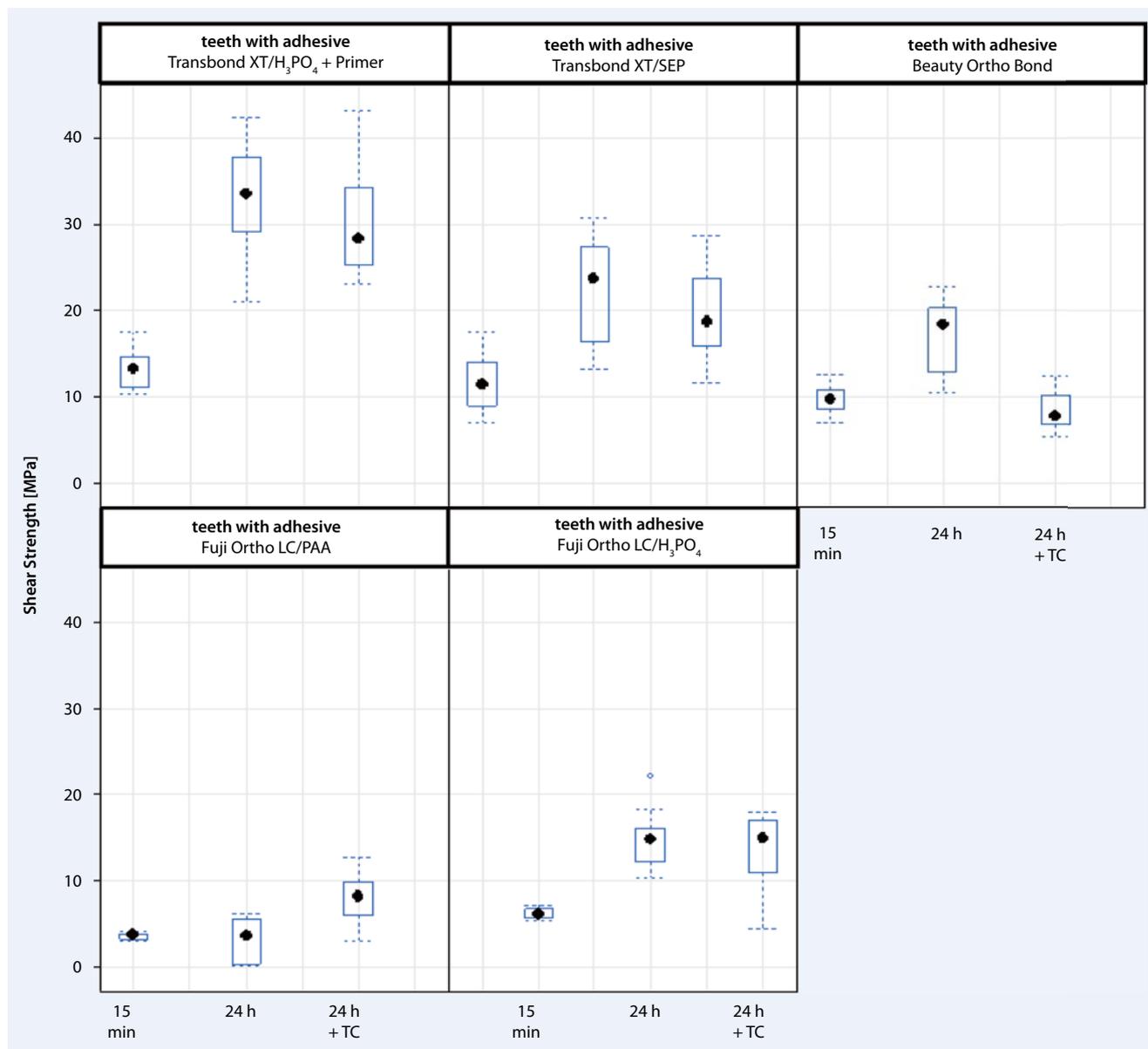
- Die Scherhaftfestigkeit sollte bei jeder Einzelmessung mindestens 7 MPa betragen.
- Der Bruch sollte an der Schmelz-Adhäsiv-Grenze verlaufen.
- Nach dem Abscheren sollte möglichst wenig Adhäsiv auf dem Schmelz zurückbleiben.

### Ergebnisse

Die Ergebnisse sind in **Abb. 5**, **6** und **7** dargestellt. Auf die Darstellung aller statistischen Vergleiche wird verzichtet, sie sind der zugrunde liegenden Promotionsschrift [25] zu entnehmen.

#### Verbund Schmelz-Adhäsiv-Bracket

Die Scherhaftfestigkeiten der Adhäsive Transbond™ XT, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC unterscheiden sich. Insgesamt erreicht Transbond™ XT (**Abb. 5**) die höchsten Scherhaftfestigkeiten. Der Unterschied zwischen der Konditionierung mit Phosphorsäure und Primer (Medianwerte: 24 h: 26,24 MPa; 24 h + TC: 22,98 MPa) gegenüber der Konditionierung mit Transbond Plus Self Etching Primer (Median-

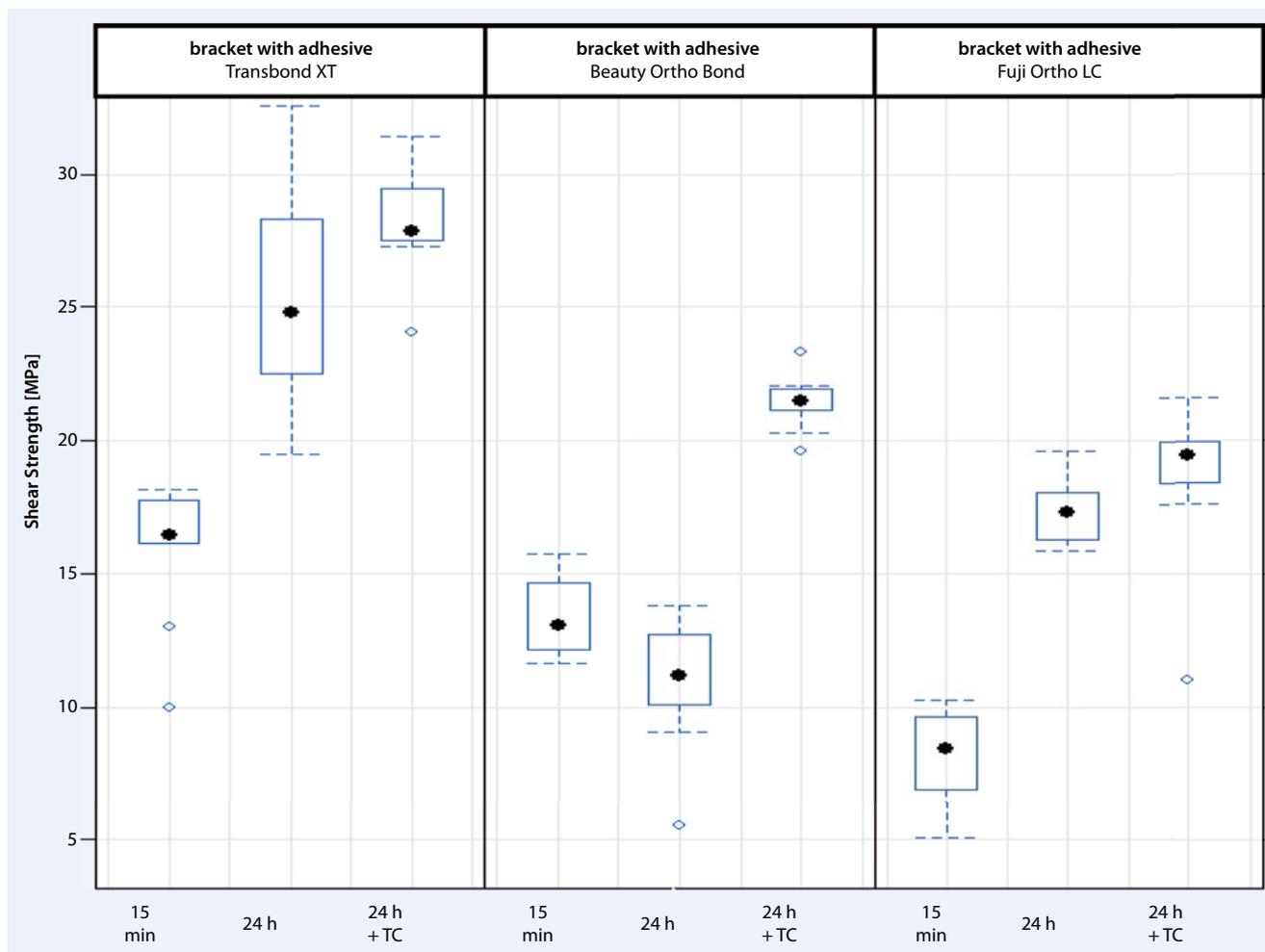


**Fig. 6** ▲ Shear bond strength at the enamel–adhesive interface. TC thermocycling.  
**Abb. 6** ▲ Scherhaftfestigkeit zwischen Schmelz und Adhäsiv. TC Thermocycling

**Storage scenarios**

In almost all experimental groups, significantly higher SBS values were noticed after 24 h than after 15 min. As apparent in Fig. 5, 6, and Fig. 7, thermocycling did not make a significant difference. An exception in one of the groups (n=10; Fig. 6) involved Beauty Ortho Bond. This case showed significantly higher SBS values at the enamel–adhesive interface after 24 h than after 24 h plus thermocycling (median 18.41 vs. 7.80 MPa). In Fig. 6, SBS values <7 MPa at the enamel–adhesive interface of Fuji Ortho LC are also illustrated in the 15 min group (median 3.75 MPa) and in the 24 h group (median 3.61 MPa).

werte: 24 h: 23,05 MPa; 24 h + TC: 22,11 MPa) war nicht signifikant. Die Scherhaftfestigkeiten der beiden Kombinationen Transbond™ XT (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> + Primer) und Transbond™ XT (SEP) sind jedoch höher als die Werte aller anderen Adhäsive. Bei Fuji Ortho LC sind die Scherhaftfestigkeiten nach Konditionieren mit Phosphorsäure (Medianwerte: 24 h: 23,36 MPa; 24 h + TC: 17,43 MPa) höher als nach Konditionieren mit Polyacrylsäure (Medianwerte: 24 h: 12,88 MPa; 24 h + TC: 9,42 MPa). Bei Beauty Ortho Bond wurden nach Konditionierung mit Primer A und B folgende Medianwerte erreicht: 24 h: 15,09 MPa; 24 h + TC: 21,97 MPa. Ein Einzelwert bei Beauty Ortho Bond war kleiner als 7 MPa: Im Verbund Bracket-Ad-



**Fig. 7** ▲ Shear bond strength at the bracket–adhesive interface. TC thermocycling.

**Abb. 7** ▲ Scherhaftfestigkeit zwischen Schmelz und Bracketbasis. TC Thermocycling

### Enamel fractures

Enamel fractures were observed in 11 specimens. Six of these fractures occurred in the enamel–adhesive group of Transbond™ XT specimens after enamel conditioning with phosphoric acid + regular primer and 24 h of storage without thermocycling; one fracture in the corresponding enamel–adhesive–bracket group of Transbond™ XT specimens; two fractures in the enamel–adhesive group of Transbond™ XT specimens after conditioning with self-etching primer and 24 h without thermocycling; and another two fractures in the enamel–adhesive–bracket group of Fuji Ortho LC specimens after 24 h plus thermocycling. For a complete analysis of fracture patterns, the reader is referred to the doctoral thesis underlying this study [25].

### Discussion

This SBS study was conducted in accordance with DIN 13990-1/-2 [7, 8] to ensure good comparability with other investigations also adhering to this standard. DIN 13990-1/-2 grants

häsiv wurden beim Abschren nach 24 h 5,51 MPa gemessen. Dieser Wert ist als Ausreißer zu betrachten.

### Verbundsituationen im Vergleich

Die Auswertung zeigt, dass die Schwachstelle des Verbunds (Bracket-Adhäsiv vs. Schmelz-Adhäsiv) bei den verschiedenen Adhäsiven variiert (Abb. 6, 7).

### Lagerung

Die nach 24 h gemessene Scherhaftfestigkeit war bei fast allen Untersuchungsgruppen signifikant höher als nach 15 min. Thermocycling bewirkte keinen signifikanten Unterschied (Abb. 5, 6 und 7). Eine Ausnahme stellte eine 10er-Gruppe bei Beauty Ortho Bond dar. Hier waren im Verbund Schmelz-Adhäsiv die Scherhaftfestigkeiten nach Lagerung für 24 h (Medianwert 18,41 MPa) signifikant höher als nach Lagerung für 24 h und Thermocycling (Medianwert 7,80 MPa) (Abb. 6). Bei Fuji Ortho LC lag die Scherhaftfestigkeit von zwei Gruppen unter 7 MPa (Medianwerte: Verbund Schmelz-Adhäsiv 15 min: 3,75 MPa; 24 h: 3,61 MPa) (Abb. 6).

freedom to use either human or bovine teeth, as both are micromorphologically very similar and produce comparable results [22]. Three light-curing adhesives that had been studied on numerous previous occasions [4, 5, 14, 28, 34, 35] were selected.

Two of these adhesives (Transbond™ XT, Fuji Ortho LC) were used with different modes of enamel conditioning to meet the study objective of identifying any different SBS patterns in this regard. The three adhesives included one composite resin (Transbond™ XT), one compomer (Beauty Ortho Bond), and one resin-modified glass-ionomer cement (Fuji Ortho LC). Light-curing puts the clinician in control of the working time available with composites and compomers, both of which have been shown to attain higher SBS than glass-ionomer cements [23]. Disadvantageous regarding composites is their need for etching with associated enamel loss [15] and the risk of inflicting damage to enamel during debonding [26]. Additional benefits of glass-ionomer cements are their lower sensitivity to moisture and higher fluoride release [3].

The LED lamp used (Bluephase 20i, Ivoclar Vivadent) may be operated in different curing modes. A distinguishing feature of the turbo mode selected in this study is constant light exposure at 2000 mW/cm<sup>2</sup>, with the unit shutting off automatically after 5 s. It is appealing for clinicians to work with minimal exposure times, provided SBS is not reduced. Even 3 s of exposure have yielded acceptable results with a halogen lamp (Swiss Master Light; EMS Electromedical Systems, Nyon, Switzerland) as reported by Staudt et al. [28]. Despite an intensity of 3000 mW/cm<sup>2</sup> offered by that halogen lamp, clearly LED lamps are more convenient in terms of size and weight, and it should be noted also that halogen lamps generate a large spectrum of wavelengths not contributing to polymerization but wasting energy.

The silicone discs we used for the adhesive cylinders were—in accordance with DIN 13990-1—made from a clear silicone for visual verification of their correct positioning on the tooth surface during placement. The use of a clear material is also favorable with regard to the curing effect, since a colored silicone would absorb light.

Looking into the SBS levels achieved with the various adhesives regardless of interface and storage considerations, the best performance was seen with the composite resin (Transbond™ XT) applied after enamel conditioning with phosphoric acid and regular primer, closely followed by the same adhesive following conditioning with self-etching primer (Fig. 5 and Fig. 6). The compomer (Beauty Ortho Bond) performed less well, even falling below the minimum requirement of 7 MPa in one specific case (Fig. 7). The least favorable SBS outcomes—with several individual and median values falling short of 7 MPa—were achieved with the resin-modified glass-ionomer cement (Fuji Ortho LC). This observation is consistent with other investigators' findings of lower bond strength values for resin-modified glass-ionomer cements compared with composite resins [23, 25]. Significantly lower SBS values for Beauty Ortho Bond than for Transbond™ XT were also reported by Yonekura et al. [36]. The 7 MPa minimum requirement defined in this study is with-

### Schmelzausrisse

Bei insgesamt 11 Proben traten Schmelzausrisse auf. Bei Transbond™ XT Adhäsiv + Primer/Schmelz-Adhäsiv/24 h traten 6 Schmelzausrisse auf. Bei Transbond™ XT/Adhäsiv + Primer/Schmelz-Adhäsiv-Bracket/24 h kam es zu einem Schmelzausriss. Jeweils 2 Schmelzausrisse wurden in den Gruppen Transbond™ XT SEP/Schmelz-Adhäsiv/24 h und Fuji Ortho LC/Schmelz-Adhäsiv-Bracket/24 h + TC verzeichnet. Die vollständige Auswertung der Frakturmuster ist der zugrunde liegenden Dissertationsschrift [25] zu entnehmen.

### Diskussion

Die Untersuchung der Scherhaftfestigkeit gemäß DIN 13990-1/-2 [7, 8] sollte zu Ergebnissen mit guter Vergleichbarkeit gegenüber anderen, ebenfalls nach DIN 13990-1/-2 durchgeführten Studien führen. Mit Transbond™ XT, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC wurden Adhäsive gewählt, deren Scherhaftfestigkeiten bereits in einer Vielzahl von Studien untersucht wurden [4, 5, 14, 28, 34, 35]. Weiterhin war das Ziel der vorliegenden Studie, Unterschiede der Scherhaftfestigkeit bezüglich des Konditionierungsregimes zu verifizieren. Zu diesem Zweck wurden beim Kleben mit Transbond™ XT und Fuji Ortho LC 2 Konditionierungstechniken angewandt. DIN 13990-1/-2 erlaubt, sowohl menschliche als auch bovine Zähne zu verwenden, da Rinderzähne und menschliche Zähne mikromorphologisch sehr ähnlich sind und vergleichbare Ergebnisse bringen [22].

Transbond™ XT ist ein lichthärtendes Komposit, Beauty Ortho Bond ist ein lichthärtendes Kompomer und bei Fuji Ortho LC handelt es sich um einen lichthärtenden kunststoffmodifizierten Glasionomerzement. Durch die Lichthärtung ist bei Kompositen und Kompomeren die Verarbeitungszeit durch den Behandler steuerbar. Ihre Scherhaftfestigkeit ist höher als die der Glasionomerzemente [23]. Von Nachteil ist bei Kompositen der mit dem Ätzen einhergehende Schmelzverlust [15] und das Risiko für Schmelzschäden bei der Bracketentfernung [26]. Der Vorteil der Glasionomerzemente liegt in der geringeren Feuchtigkeitsempfindlichkeit und der höheren Fluoridfreisetzung [3].

Die LED-Lampe Bluephase 20 i bietet unterschiedliche Programme zur Polymerisation. In dem für die vorliegende Studie gewählten Turbomodus erfolgt die Belichtung konstant bei 2000 mW/cm<sup>2</sup>. Nach 5 s schaltet sich das Gerät automatisch ab. Möglichst kurze Belichtungszeiten sind für den Kliniker attraktiv, sofern sie nicht zu geringeren Scherhaftfestigkeiten führen. Staudt et al. [28] erreichten mit der Halogenlampe Swiss Master Light (EMS Electromedical Systems) sogar bei 3 s Belichtungszeit akzeptable Scherhaftfestigkeiten. Die Intensität der Swiss Master Light liegt bei 3000 mW/cm<sup>2</sup>. Im Vergleich zu LED-Lampen sind Halogengeräte jedoch deutlich unhandlicher, da sie größer und schwerer sind. Weiterhin verbrauchen Halogengeräte viel Energie, um ein für die Polymerisation unnötig großes Spektrum von Wellenlängen zu erzeugen.

in the range of what has been considered useful elsewhere, including a requirement of 7.5 MPa calculated for 16 mm<sup>2</sup> bonded surfaces to resist masticatory forces of 40–120 N [1] and a minimum range of 5.9–7.8 MPa reported by Reynolds [24].

Whether brackets failed adhesively or cohesively varied with the adhesive used. Other investigators, by contrast, observed mostly adhesive fractures [20, 21]. Debonding at the enamel–adhesive interface offers the benefit that the clinician will not have to remove major amounts of remnants from the enamel, but, compared to debonding at the bracket–adhesive interface, carries a higher risk of enamel fracture. We observed a total of 11 enamel fractures in our study. This rate might be due to the in vitro setting, considering that enamel fracture rates are generally higher in vitro due to the absence of a saliva-containing environment [19] and the use of nonvital teeth.

Findings similar to our result of SBS increases within the first 24 h after bonding have been reported elsewhere [16, 35]. This increase of SBS after bracket bonding with light-curing adhesives is due to continued action of the radical polymerization initiated by the light exposure [4, 34]. This phenomenon (i.e., that the degree of polymerization continues to increase after initial curing) also applies to Fuji Ortho LC, as the same process will occur in the resin component of resin-modified glass-ionomer cements. Finally, the ongoing acid–base reaction between the glass components and polyacrylic acid will additionally enhance the SBS strength after initial curing [4].

Our finding of thermocycling not making a significant difference to SBS is in accordance with several other authors not reporting a significant difference after 500 thermocycles between 5 and 55°C [6, 11]. One might assume that the effects of storage in water and thermocycling on the integrity of the adhesive would reduce SBS. Considering that the degree of conversion that an adhesive undergoes changes the permeability of its surface to water [2]; suboptimal curing increases the permeability of adhesives [2, 12]; and an inadequate degree of conversion promotes elution of non-crosslinked monomers during storage in water [18]. Our finding of no adverse effect after storage in water and subsequent thermocycling might reflect the good quality of the adhesives tested. Alternatively, 500 thermocycles might not be sufficient to induce aging of the adhesive, even though 500 cycles between 5 and 55°C have been recommended both in DIN 13990 [7, 8] and in the ISO/TR 11450 standard published in 1994 [13].

## Conclusion

The adhesives tested in the present study differ in terms of shear bond strength, with Transbond™ XT performing better than Beauty Ortho Bond or Fuji Ortho LC. Also the shear bond strength of the different interfaces involved differ. The results of thermocycling, if extrapolated to clinical reality, do not suggest an increase of bracket bond strength beyond 24 h after light-curing. Transbond™ XT offers high bond strength but, at least in vitro, also gives rise to more enamel fractures than the other two adhesives. Beauty Ortho Bond is suitable

Die Silikonscheiben zur Herstellung der Adhäsivzylinder wurden gemäß DIN 13990-1 aus farblosem Silikon gefertigt, um beim Platzieren der Scheibe auf der Zahnoberfläche die visuelle Kontrolle der korrekten Position zu erlauben. Bezüglich der Photopolymerisation ist die Verwendung einer farblosen Form von Vorteil, da eine gefärbte Form Licht absorbiert.

Bei Betrachtung der Scherhaftfestigkeiten der Adhäsive unabhängig von Verbundsituation und Lagerung erreichte das Komposit Transbond™ XT (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> + Primer) die höchsten Werte, dicht gefolgt von Transbond™ XT (SEP; **Abb. 5, 6**). Die Scherhaftfestigkeiten des Kompomers Beauty Ortho Bond sind niedriger. Eine Einzelmessung bei Beauty Ortho Bond blieb unter 7 MPa (**Abb. 7**). Diese wird als Ausreißer betrachtet. Die niedrigsten Scherhaftfestigkeitswerte erreichte der kunststoffmodifizierte Glasionomerzement Fuji Ortho LC. Die Scherhaftfestigkeit von Fuji Ortho LC lag bei mehreren Einzelmessungen und Medianwerten unter dem Mindestwert von 7 MPa. Dieses Ergebnis stimmt mit den Aussagen anderer Untersucher überein, die ebenfalls geringere Haftwerte bei kunststoffmodifizierten Glasionomerzementen als bei Kompositen fanden [23, 27]. Yonekura et al. [36] erzielten mit Beauty Ortho Bond ebenfalls signifikant geringere Scherhaftfestigkeiten als mit Transbond™ XT. Für Kaukräfte von 40–120 N wurde bei 16 mm<sup>2</sup> großen Haftflächen ein Mindestwert von 7,5 MPa berechnet [1]. Reynolds forderte 1979 Werte von 5,9–7,8 MPa [24]. Somit liegt der von uns geforderte Mindestwert der Scherhaftfestigkeit von 7 MPa im Bereich dessen, was auch andere Untersucher für sinnvoll erachten.

Die Schwachstelle des Verbunds variiert bei den untersuchten Adhäsiven. Dieses Ergebnis steht im Widerspruch dem anderer Autoren [20, 21], die vermehrt adhäsive Brüche konstatierten. Für den Behandler bedeutet der Bruchverlauf an der Schmelz-Adhäsiv-Grenze, dass er nur wenige Adhäsivreste vom Schmelz entfernen muss. Allerdings ist das Risiko für Schmelzausrisse höher, als wenn der Bruch an der Verbundstelle Bracket-Adhäsiv auftritt. In der vorliegenden Studie wurden bei 11 Proben Schmelzausrisse festgestellt. Die Anzahl der Schmelzausrisse ist möglicherweise durch das Testverfahren in vitro bedingt. Die im Allgemeinen höheren Schmelzausrissraten in vitro als in vivo sind eventuell auf das fehlende speichelhaltige Milieu der Mundhöhle [19] und das Verwenden devitaler Zähne zurückzuführen.

Der Anstieg der Scherhaftfestigkeitswerte innerhalb der ersten 24 h nach dem Kleben wurde in weiteren Studien [16, 35] festgestellt. Die Ursache für den Anstieg der Scherhaftfestigkeit nach dem Kleben ist bei lighthärtenden Adhäsiven die Fortsetzung der radikalischen Polymerisation, die durch die Belichtung in Gang gesetzt wird [4, 34]. Somit steigt der Polymerisationsgrad nach dem Aushärten. Bei Fuji Ortho LC, dem kunststoffmodifizierten Glasionomerzement, vollzieht sich derselbe Prozess im Kunststoffanteil des Zements [4]. Zudem führt die weitergehende Säure-Basen-Reaktion zwischen den Glasbestandteilen und der Polyacrylsäure zur Steigerung der Scherhaftfestigkeit nach der initialen Aushärtung [4].

for clinical use, but whether it offers acceptable strength without enamel fractures in vivo remains to be tested. Fuji Ortho LC does not meet our (arbitrarily defined) minimum requirements.

## Compliance with ethical guidelines

**Conflict of interest.** C. Richter and P.-G. Jost-Brinkmann state that there are no conflicts of interest. The accompanying manuscript does not include studies on humans or animals.

## References

1. Brantley WA, Eliades T (2000) Enamel etching and bond strength. In: Brantley WA, Eliades T (eds) *Orthodontic materials. Scientific and clinical aspects*. Thieme, Stuttgart, pp 107–120
2. Breschi L, Cadenaro M, Antonioli F et al (2007) Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability. *Dent Mater* 23:1066–1072
3. Cacciafesta V, Sfondrini MF, Tagliani P et al (2007) In-vitro fluoride release rates from 9 orthodontic bonding adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 132:656–662
4. Choo SC, Ireland AM, Sherriff M (2001) An in vitro investigation into the use of resin-modified glass poly(alkenoate) cements as orthodontic bonding agents. *Eur J Orthod* 23:243–252
5. David VA, Staley RN, Bigelow HF et al (2002) Remnant amount and cleanup for 3 adhesives after debracketing. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 121:291–306
6. De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E et al (2005) Micro-tensile bond strength of adhesives bonded to Class-I cavity-bottom dentin after thermo-cycling. *Dent Mater* 21:999–1007
7. Deutsches Institut für Normung e. V. (2009) DIN 13990-1. Zahnheilkunde—Prüfverfahren für die Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente—Teil 1: Verbund der Grenzflächen Adhäsiv-Befestigungselement und Adhäsiv-Zahnschmelz. Beuth, Berlin
8. Deutsches Institut für Normung e. V. (2009) DIN 13990-2. Zahnheilkunde-Prüfverfahren für die Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente—Teil 2: Gesamtverbund Befestigungselement-Adhäsiv-Zahnschmelz. Beuth, Berlin
9. Dias WRL, Pereira PNR, Swift EJ (2004) Effect of surface preparation on microtensile bond strength of three adhesive systems to bovine enamel. *J Adhes Dent* 6:279–285
10. Finnema KJ, Özcan M, Post WJ et al (2010) In-vitro orthodontic bond strength testing: a systematic review and meta-analysis. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 137:615–622
11. Hasegawa T, Retief DH, Russell CM et al (1995) Shear bond strength and quantitative microleakage of a multipurpose dental adhesive system resin bonded to dentin. *J Prosthet Dent* 73:432–438
12. Hashimoto M, Tay FR, Sano H et al (2006) Diffusion-induced water movement within resin-dentin bonds during bonding. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 79:453–458
13. Internationale Organisation für Normung (2003) ISO/TS11405. Zahnärztliche Werkstoffe—Prüfung der Adhäsion an der Zahnhartsubstanz. Beuth, Berlin
14. Lee YK, Lim YK (2008) Three-dimensional quantification of adhesive remnants on teeth after debonding. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 134:556–562
15. Lima AF, Silva VB da, Soares GP et al (2012) Influence of previous acid etching on interface morphology and bond strength of self-etching adhesive to cavosurface enamel. *Eur J Dent* 6:56–62
16. Marchesi G, Navarra CO, Cadenaro M et al (2010) The effect of ageing on the elastic modulus and degree of conversion of two multistep adhesive systems. *Eur J Oral Sci* 118:304–310
17. Maruo IT, Godoy-Bezerra J, Saga AY et al (2010) Effect of etching and light-curing time on the shear bond strength of a resin-modified glass ionomer cement. *Braz Dent J* 21:533–537
18. Moszner N, Salz U, Zimmermann J (2005) Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater* 21:895–910
19. Murray S, Hobson R (2003) Comparison of in vivo and in vitro shear bond strength. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 123:2–9

In der vorliegenden Studie bewirkte Thermocycling keinen signifikanten Unterschied in der Scherhaftfestigkeit. Mehrere Autoren stellten nach 500 Zyklen Thermocycling zwischen 5°C und 55°C ebenfalls keinen signifikanten Unterschied der Scherhaftfestigkeit fest [6, 11]. Ein Abfall der Scherhaftfestigkeit wäre dahingehend denkbar, dass Wasserlagerung und Thermocycling die Integrität des Adhäsivs beeinflussen. Die Permeabilität der Adhäsivoberfläche für Wasser wird beeinflusst durch den jeweiligen Konversionsgrad der Adhäsive [2]. Weiterhin sind suboptimal ausgehärtete Adhäsive permeabler als optimal ausgehärtete Adhäsive [2, 12]. Ein unzureichender Konversionsgrad führt zur verstärkten Elution unvernetzter Monomere bei Wasserlagerung [18]. Dass in der vorliegenden Studie keine negative Beeinflussung der Scherfestigkeit durch Wasserlagerung und nachfolgendes Thermocycling stattgefunden hat, mag für die Qualität der getesteten Adhäsive sprechen. Es ist auch möglich, dass 500 Zyklen Thermocycling nicht ausreichen um eine Alterung des Adhäsivs zu bewirken. Allerdings werden in DIN 13990 [7, 8] und der 1994 in Kraft getretenen ISO-Norm TR 11450 [13] 500 Zyklen Thermocycling zwischen 5°C und 55°C empfohlen.

## Schlussfolgerung

Die untersuchten Adhäsive unterscheiden sich in der Scherhaftfestigkeit. Transbond™ XT weist höhere Scherhaftfestigkeiten auf als Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC. Weiterhin differieren die Scherhaftfestigkeiten der unterschiedlichen Verbundsituationen. Die Schwachstelle des Verbunds variiert. Überträgt man die Ergebnisse des Thermocyclings auf die Situation in vivo, so bedeutet dies, dass 24 h nach Befestigung der Brackets keine weitere Steigerung der Verbundfestigkeit mehr zu erwarten ist. Das Adhäsiv Transbond™ XT führt zu hohen Verbundfestigkeiten, zumindest in vitro jedoch auch zu mehr Schmelzausrissen als Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC. Beauty Ortho Bond ist für den klinischen Einsatz geeignet. Ob Beauty Ortho Bond auch in vivo akzeptable Festigkeiten ohne Schmelzausrisse liefert, bleibt zu prüfen. Fuji Ortho LC erfüllt die – willkürlich festgesetzten – Minimalanforderungen nicht.

## Einhaltung ethischer Richtlinien

**Interessenkonflikt.** C. Richter und P.-G. Jost-Brinkmann geben an, dass kein Interessenkonflikt besteht. Dieser Beitrag beinhaltet keine Studien an Menschen oder Tieren.

20. Oesterle LJ, Shellhart WC (2008) Effect of aging on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 133:716–720
21. Reimann S, Mezey J, Daratsianos N et al (2012) The influence of adhesives and the base structure of metal brackets on shear bond strength. *J Orofac Orthop* 73:184–193
22. Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A et al (2004) Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent* 6:117–121
23. Retamoso LB, Onofre NM, Hann L et al (2010) Effect of light-curing units in shear bond strength of metallic brackets: an in vitro study. *J Appl Oral Sci* 18:68–74
24. Reynolds IR (1979) A review of direct orthodontic bonding. *Br J Orthod* 2:171–178
25. Richter C (2015) Vergleich der Scherhaftfestigkeiten von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente nach DIN 13990-1/-2. Eine Untersuchung verschiedener Adhäsive unter unterschiedlichen Ätzbedingungen. Zahnmed Diss., Berlin, in Vorbereitung
26. Rix D, Foley TF, Mamandras A (2001) Comparison of bond strength of three adhesives: composite resin, hybrid GIC, and glass-filled GIC. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 119:36–42
27. Sfondrini MF, Cacciafesta V, Pistorio A et al (2001) Effects of conventional and high-intensity light-curing on enamel shear bond strength of composite resin and resin-modified glass-ionomer. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 119:30–35
28. Staudt CB, Mavropoulos A, Boillaquet S et al (2005) Light-curing time reduction with a new high-power halogen lamp. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 128:749–754
29. Tamhane AC (1977) Multiple comparisons in model I one-way ANOVA with unequal variances. *Communications in statistics. Ser A* 6:15–32
30. Valente RM, De Rijk WG, Drummond JL et al (2002) Etching conditions for resin-modified glass ionomer cement for orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 121:516–520
31. Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J et al (2006) Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater* 22:533–544
32. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y et al (2003) Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 3:215–235
33. Welch BL (1947) The generalization of Student's problems when several different population variances are involved. *Biometrika* 34:28–35
34. Wendl B, Droschl H (2004) A comparative in vitro study of the strength of directly bonded brackets using different curing techniques. *Eur J Orthod* 26:535–544
35. Yamamoto A. (2006) Orthodontic bracket bonding: enamel bond strength vs time. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 130:435.e1–6
36. Yonekura Y, Iijima M, Muguruma T et al (2012) Effects of a torsion load on the shear bond strength with different bonding techniques. *Eur J Orthod* 34:67–71

## Correspondence Address

Prof. Dr. Paul-Georg Jost-Brinkmann  
Center for Dental and Craniofacial Sciences, Department of Orthodontics, Dentofacial Orthopedics and Pedodontics, Charité – Universitätsmedizin Berlin, CC3  
Aßmannshäuser Str. 4–6, 14197 Berlin  
Germany  
paul-g.jost-brinkmann@charite.de