



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA

**PROPRIEDADES MECÂNICAS E SUPERFICIAIS DE RESINA  
ACRÍLICA TERMOPOLIMERIZÁVEL INCORPORADAS COM  
NANOPARTÍCULAS DE MONTMORILONITA PURA E  
MONTMORILONITA SILANIZADA**

**ANTÔNIO DE OLIVEIRA JÚNIOR**

NATAL/RN  
2022

ANTÔNIO DE OLIVEIRA JÚNIOR

PROPRIEDADES MECÂNICAS E SUPERFICIAIS DE RESINA  
ACRÍLICA TERMOPOLIMERIZÁVEL INCORPORADAS COM  
NANOPARTÍCULAS DE MONTMORILONITA PURA E  
MONTMORILONITA SILANIZADA

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao curso de graduação de  
odontologia, da Universidade Federal do  
Rio Grande do Norte, como requisito  
parcial à obtenção do título de Bacharel  
em Odontologia.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Adriana da Fonte  
Porto Carreiro.

NATAL/RN

2022

ANTÔNIO DE OLIVEIRA JÚNIOR

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao curso de graduação de  
odontologia, da Universidade Federal do  
Rio Grande do Norte, como requisito  
parcial à obtenção do título de Bacharel  
em Odontologia.

Aprovada em: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

BANCA EXAMINADORA

---

Profa. Dra. Adriana da Fonte Porto Carreiro.

Orientadora

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE

---

Profa. Dra. Ana Luísa de Barros Pascoal

Membro interno

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE

---

Profa. Dra. Luana Maria Martins de Aquino

Membro externo

UNINASSAU - NATAL

Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN

Sistema de Bibliotecas - SISBI

Catálogo de Publicação na Fonte. UFRN - Biblioteca Setorial Prof. Alberto Moreira Campos

Departamento de Odontologia

Oliveira Júnior, Antônio de.

Propriedade mecânica e superficiais de resina acrílica termopolimerizável incorporadas com nanopartículas de montmorilonita pura e montmorilonita sinalizada / Antônio de Oliveira Júnior. - 2022.

30 f.: il.

Orientadora: Profa. Dra. Adriana da Fonte Porto Carneiro.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) –  
Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Odontologia,  
Natal, 2022.

**1. Bentonita – Trabalho de Conclusão de Curso. 2. Polimetil Metacrilato – Trabalho de Conclusão de Curso. 3. Resina acrílica – Trabalho de Conclusão de Curso. I. Carneiro, Adriana da Fonte Porto. II. Título.**

RN/UF/BSO

BLACKD151

Dedico este trabalho primeiramente a Deus e aos meus pais, que me deram todo suporte durante a Graduação.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelo Dom da vida.

Aos meus pais, pelo amor incondicional, por me encorajar a ser quem sou hoje e por todo o apoio. Em especial, a meu pai que está no céu.

À professora Dra. Adriana da Fonte, pela paciência, dedicação e empenho para elaboração deste trabalho.

Às doutorandas Aretha, Anne Kaline e Nathália, pelo apoio durante a elaboração da pesquisa e confecção do projeto, assim como Daniel Mariano, Bianca Cristina e Jake, pelos auxílios no laboratório.

Aos professores do Departamento de Odontologia da UFRN, por serem tão solícitos e presentes em nossa trajetória.

Aos meus irmãos Gabriel, João Vitor, Matheus, Rodrigo, Ruthe, Maria Helena, Izaú, Marcondes, Mônica e Milena, pelo que representam em minha vida.

Ao amor da minha vida Paulo Roberto, por estar comigo me apoiando em tudo que eu fizer e por me fazer uma pessoa melhor.

Aos meus amigos da graduação Carlos Eduardo, João Marcos, Louizy, Roberta, Lucas, Victor, Vitória, Nathália, Clara, Edine, Flávia, Natália Dias, Beatriz Carvalho, Beatriz Miranda, Sophia e Alice, por todo apoio durante nossa jornada na faculdade. Sem vocês, não teria sido fácil.

Aos amigos Zuezyo, Jullyana, Gabriela Suassuna, José Neto e Aurélia, por estarem ao meu lado me apoiando em todos os momentos.

Àqueles que direta ou indiretamente me ajudaram a trilhar esse lindo objetivo da graduação em Odontologia, meu muito obrigado!

Não seja sábio aos seus próprios olhos;  
tema o Senhor e evite o mal.  
Provérbios 3:7

## RESUMO

**Objetivo:** Avaliar as propriedades mecânicas e superficiais de resina acrílica termopolimerizável polimetilmetacrilato (PMMA) incorporadas com nanopartículas de montmorilonita (MMT) silanizada e montmorilonita pura. **Metodologia:** Cento e cinco minibarras de dimensões (10 x 2 x 2 mm) e 84 blocos com dimensões (5 x 5 x 2 mm) foram confeccionados, divididos em grupos de acordo com os fatores "material" (Controle, Montmorilonita pura e Montmorilonita Silanizada) e "porcentagem" em massa (0,5%, 1,0% e 3,0%), totalizando em 7 grupos para miniflexão (n=15) e rugosidade (n=12). As barras foram submetidas ao ensaio de mini flexão de três pontos (2mm/min, 50kgf) e os blocos submetidos a análise da rugosidade superficial. Foi selecionada uma amostra de cada grupo para análises topográficas em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os dados do ensaio de mini flexão (MPa) e rugosidade ( $\mu\text{m}$ ) foram analisados por meio de ANOVA e Tukey (5%). **Resultados:** No ensaio de miniflexão, diferentes porcentagens de adição da montmorilonita influenciaram negativamente no resultado ( $p < 0,0001$ ). Notou-se que, com a adição da MMT pura a 0,5% e 1,0%, houve uma diminuição significativa da resistência. Para rugosidade, ANOVA ( $p = 0,001$ ) mostrou que houve diferença significativa entre os grupos. Já o teste TUKEY indicou que a rugosidade média do grupo montmorilonita pura a 0,5% ( $0,73 \pm 0,13$ ) foi superior ao controle ( $0,35 \pm 0,10$ ). Na análise topográfica, através do MEV, as superfícies dos grupos com a adição da montmorilonita silanizada apresentaram-se mais homogêneas, com partículas mais distribuídas. **Conclusão:** As distintas porcentagens de adição da montmorilonita pura influenciaram de forma negativa nas propriedades da resina acrílica, já a montmorilonita silanizada apresentou resultados satisfatórios no tocante aos valores de resistência a flexão; a rugosidade sofreu alteração na maior parte dos grupos; e os espécimes que continham MMT silanizada apresentaram melhor espalhamento das partículas sob as superfícies da resina.

**Palavras-chave:** Montmorilonita. PMMA. Resina acrílica. Resistência à flexão. Rugosidade.



## ABSTRACT

**Objective:** To evaluate the mechanical and surface properties of polymethylmethacrylate (PMMA) thermopolymerizable acrylic resin incorporated with silanized montmorillonite (MMT) nanoparticles and pure montmorillonite. **Methodology:** One hundred and five mini bars of dimensions (10 x 2 x 2 mm) and 84 blocks dimensions (5 x 5 x 2 mm) were made, divided into groups according to the factors " material" (Control, pure Montmorillonite and Silanized Montmorillonite) and "percentage" by mass (0.5%, 1.0% and 3.0%), totaling 7 groups for bending (n=15) and roughness (n= 12). The bars were subjected to the three-point mini bending test (2mm/min, 50kgf) and the blocks were subjected to surface roughness analysis. One sample from each group was selected for topographic analysis in Scanning Electron Microscopy (SEM). The data from the mini-bending (MPa) and roughness ( $\mu\text{m}$ ) tests were analyzed using ANOVA and Tukey (5%). **Results:** In the flexural strength test, different percentages of montmorillonite addition had a negative influence on the result ( $p < 0.0001$ ). It was noted that with the addition of pure MMT at 0.5% and 1.0%, there was a significant decrease in strength. For roughness, ANOVA ( $p = 0.001$ ) showed that there was a significant difference between the groups. The TUKEY test indicated that the average roughness of the 0.5% montmorillonite group ( $0.73 \pm 0.13$ ) was superior to the control ( $0.35 \pm 0.10$ ). In the topographic analysis, through SEM, the surfaces of the groups with the addition of silanized montmorillonite were more homogeneous, with more distributed particles. **Conclusion:** The different percentages of pure montmorillonite had a negative influence on the acrylic resin properties. roughness was altered in most groups; and specimens containing silanized MMT showed better particle scattering under resin surfaces.

**Keywords:** Acrylic resin. Flexural strength. Montmorillonite. PMMA. Roughness.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 –	Fluxograma indicando tipo de material, a porcentagem de adição e o número de amostras de cada grupo.....	17
Figura 2 –	Protocolo de polimerização através do microondas de acordo com o fabricante.....	18
Figura 3 -	Curva de distribuição normal para resistência a flexão.....	21
Figura 4 -	Micrografias MEV (500x) da superfície da resina acrílica termopolimerizável em diferentes concentrações de montmorilonita. A- Controle (sem adição do material). B - MMT pura a 0,5%. C- MMT silanizada a 0,5%. D - MMT pura a 1,0%. E - MMT silanizada a 1,0%. F- MMT pura a 3,0%. G- MMT silanizada a 3,0% .....	23

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Lista de materiais utilizados no estudo .....	16
Tabela 2 - Média de valores da resistência a flexão.....	21
Tabela 3 – ANOVA 2 fatores para resistência a flexão dos grupos experimentais.....	22
Tabela 4 – Média (DP) da rugosidade superficial ( $R_a$ ) para os grupos experimentais.....	22

## **LISTA DE ABREVIATURAS**

MMT	Montmorilonita pura
MMT0,5	Montmorilonita Pura a 0,5%
MMT1,0	Montmorilonita Pura a 1,0%
MMT3,0	Montmorilonita Pura a 3,0%
MMT (S) 0,5	Montmorilonita Sinalizada a 0,5%
MMT (S) 1,0	Montmorilonita Sinalizada a 1,0%
MMT (S) 3,0	Montmorilonita Sinalizada a 3,0%
PMMA	Polimetilmetacrilato
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	13
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	15
2.1	<i>Objetivo geral</i> .....	15
2.2	<i>Objetivos específicos</i> .....	15
<b>3</b>	<b>METODOLOGIA</b> .....	16
3.1	<i>Materiais estudados</i> .....	16
3.2	<i>Grupos estudados</i> .....	16
3.3	<i>Protocolo para obtenção de mini barras</i> .....	17
3.4	<i>Teste de resistência à miniflexão</i> .....	18
3.5	<i>Análise da rugosidade</i> .....	19
3.6	<i>Análise superficial com Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)</i> .....	19
3.7	<i>Análise estatística</i> .....	19
<b>4</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	21
4.1	<i>Miniflexão</i> .....	21
4.2	<i>Rugosidade</i> .....	22
4.3	<i>Análise superficial com Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)</i> .....	22
<b>5</b>	<b>DISCUSSÃO</b> .....	24
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO</b> .....	26
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	27

# 1 INTRODUÇÃO

Reabilitações orais através de próteses dentárias vêm sendo realizadas há décadas, e uma ampla variedade de materiais podem ser empregados na sua confecção. Nesse sentido, em especial, a prótese total (PT) convencional ou implantossuportada, é confeccionada em polimetilmetacrilato (PMMA), material com múltiplas funções na Odontologia (FONSECA et al., 2011). Seu uso advém da facilidade de processamento, boa estética, estabilidade no meio bucal, biocompatibilidade e facilidade para os pacientes manterem a higiene bucal. No entanto, algumas desvantagens são observadas em suas propriedades físicas como baixa resistência a fratura e à abrasão, assim como a contração de polimerização (FONSECA et al., 2011).

A utilização de partículas para reforços pode melhorar tais propriedades físicas, sendo a nanotecnologia de polímeros com a incorporação de nanopartículas inorgânicas em PMMA uma opção promissora. Já foram estudadas nanocargas como argila, prata, óxido de zircônio e carbonato de cálcio, as quais foram incorporadas para melhorar as propriedades do PMMA (WANG et al., 2014). Nesse contexto, a montmorilonita (MMT) é um dos nanomateriais que podem ser incorporados ao polímero devido à sua excelente biocompatibilidade e estética (JOSEPH et al., 2019).

A bentonita, mineral abundante no Brasil, que tem como argilomineral predominante a montmorilonita, pertence ao grupo das esmectitas dioctaédricas, onde apresentam uma estrutura em camadas, nessas estruturas, os cátions trocáveis que ocupam os espaços entre camadas ou espaços interlamelares, que na maioria das vezes são cátions de  $\text{Na}^+$  (MMT sódicas) e ou  $\text{Ca}^{2+}$  (MMT cálcicas), fazendo com que ocorra o balanceamento de uma deficiência de carga que é resultante da substituição isomórfica ocorrida nos sítios tetraédricos oriundos da substituição do  $\text{Si}^{4+}$  pelo  $\text{Al}^{2+}$  e também nos sítios octaédricos pela troca do  $\text{Al}^{3+}$  pelo  $\text{Mg}^{2+}$  ou do  $\text{Mg}^{2+}$  pelo  $\text{Li}^+$  (KLEIN; DUTROW, 2012). A silanização da MMT acontece com os silanos, também conhecidos como agentes de acoplamento de silano, são largamente utilizados quando se deseja promover uma melhor interação ou adesão, por exemplo, em materiais compósitos, entre o reforço e a matriz. Isso acontece devido o silano interagir com ambos os materiais, tanto o inorgânico quanto o orgânico (SHARMA; CHHIBBER; MEHTA, 2016).

A exemplo, SALAHUDDIN & SHEHATA (2001) incorporaram MMT organofílico para solucionar o problema da contração de polimerização em PMMA de próteses totais, os resultados indicaram que os compósitos polímero-argila exibem um aumento significativo na estabilidade térmica com uma quantidade muito pequena de inorgânicos.

Estudos prévios demonstraram que a incorporação de partículas a materiais resinosos pode ser potencialmente útil no controle de propriedades importantes dos materiais dentários, como resistência ao atrito, absorção de umidade, contração de polimerização, coeficiente de expansão térmica (DISCACCIATI & ORÉFICE, 2007), resistência à flexão, microdureza (ELMERGAWY et al., 2021) e biocompatibilidade (ZHENG et al., 2011). Em contrapartida, KIM et al. (2005), relatou que o reforço de PMMA com MMT interfere no tamanho e forma dos grânulos de polímero. Como forma de otimizar a adição de partículas de reforço em materiais resinosos, a evidência científica mostra que o agente silano promove a união entre as fases orgânica e inorgânica de compósitos odontológicos (WILSON et al. (2007), melhorando as propriedades mecânicas, tais como resistência à flexão e à tração, tenacidade à fratura e módulo de elasticidade (SIDERIDOU & KARABELA, 2009).

No entanto, os autores desconhecem estudos que tenham avaliado a incorporação de silano ao MMT em diferentes porcentagens, prévio a sua adição ao PMMA. Sabendo-se da importância do silano e que ele pode auxiliar na sua aplicação como material de reforço em base de próteses, o presente estudo se propôs avaliar o efeito da incorporação de MMT a 0,5%, 1% e 3% em peso, com e sem silanização, na resistência à flexão, rugosidade e características superficiais do material de base de prótese PMMA de cura térmica. As hipóteses do estudo são: (1) A adição de MMT a resina PMMA alterou significativamente a resistência a flexão e rugosidade; (2) A silanização melhorou as propriedades mecânicas da montmorilonita.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1. Objetivo Geral

O objetivo deste estudo é investigar propriedades mecânicas e superficiais de resinas de polimetilmetacrilato (PMMA) de base de dentaduras, reforçadas com montmorilonita (MMT) silanizada e montmorilonita pura com variação de 0,5%, 1% e 3%.

### 2.2. Objetivos Específicos

- Avaliar a resistência a mini flexão de 3 pontos de resinas de PMMA de base de dentaduras reforçada com montmorilonita silanizada e montmorilonita pura com variação de 0,5%, 1% e 3%, comparando os resultados com resinas produzidas convencionalmente em base de dentaduras;
- Avaliar a rugosidade superficial de resinas de PMMA de base de dentaduras reforçada com MMT silanizada e pura com variação de 0,5%, 1% e 3%, comparando os resultados com resinas produzidas convencionalmente em base de dentaduras;
- Avaliar topografia de micrografias em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) de resinas de PMMA de base de dentaduras reforçada com MMT silanizada e pura com variação de 0,5%, 1% e 3%, comparando os resultados com resinas produzidas convencionalmente em base de dentaduras.



### 3 METODOLOGIA

#### 3.1 Materiais estudados

As marcas comerciais e composição dos respectivos materiais utilizados são apresentados na Tabela 1.

**Tabela 1** – Lista de materiais usados no estudo. Material, composição e marca comercial.

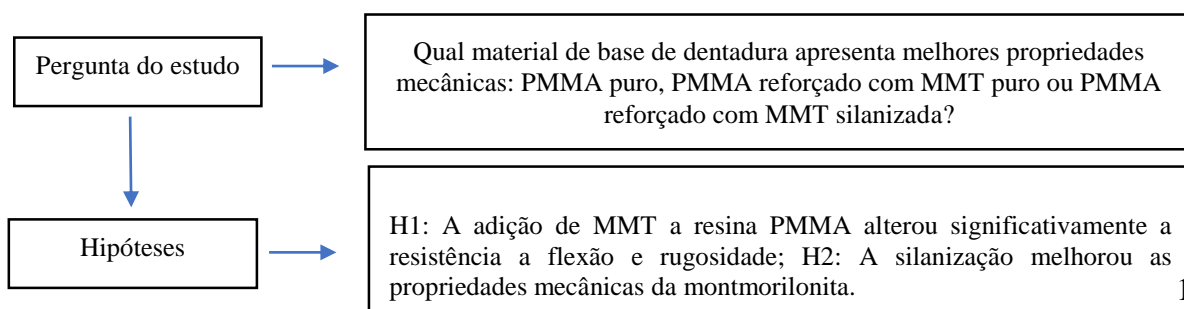
Material	Composição	Marca comercial
Resina acrílica termopolimerizável (Pó)	Polimetilmetacrilato Polipropileno Pigmentos	VIPI WAVE
Resina acrílica termopolimerizável (líquido)	Metilmetacrilato EDMA (Crosslink) Inibidor Terpinolene	VIPI WAVE
Montmorilonita pura	$M_x (Al_{4-x}Mg_x)Si_8O_{20}(OH)_4$ , onde $M^{+1}$ é um cátion monovalente.	Obtido em laboratório*:
Montmorilonita silanizada	$M_x (Al_{4-x}Mg_x)Si_8O_{20}(OH)_4$ + 3-aminopropiltrietoxisilano ( $\gamma$ -APTES)	Obtido em laboratório*

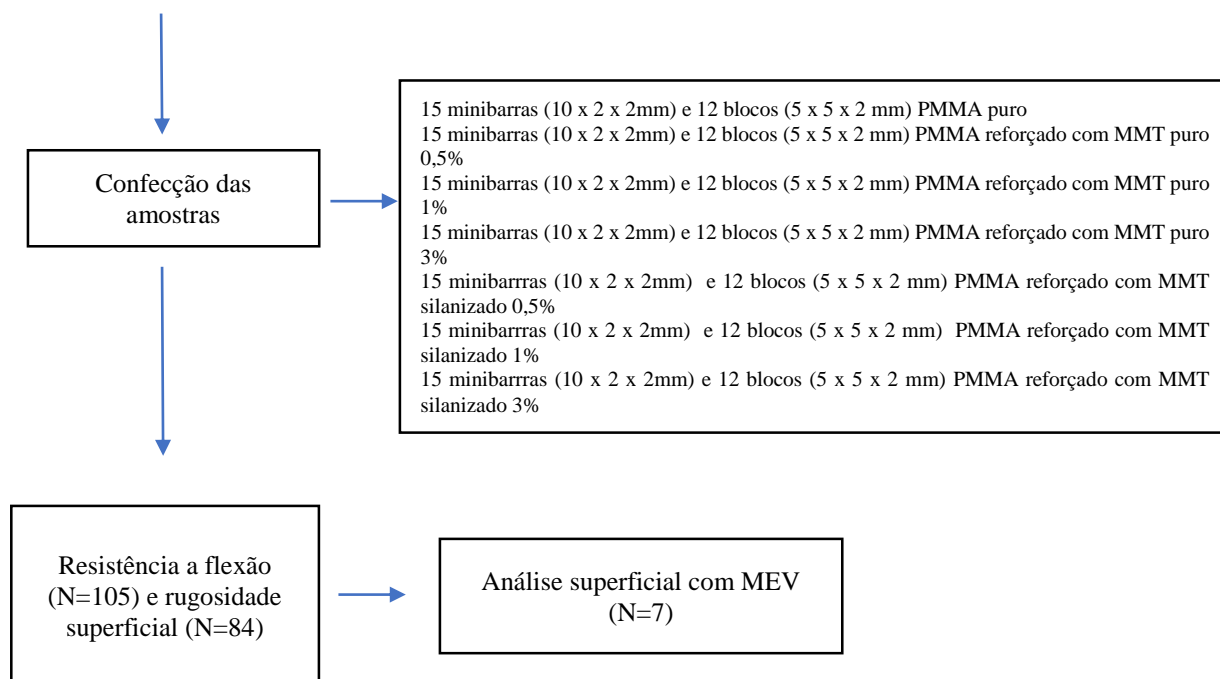
\* Departamento de Engenharia de Materiais – UFRN, 2019.

#### 3.2 Grupos estudados

Para a realização do estudo, 105 minibarras e 84 blocos foram confeccionadas e divididas em 7 grupos (n=15, n=12), de acordo com os fatores: “tipo de material” (PMMA puro, PMMA reforçado com MMT puro, PMMA reforçado com MMT silanizado) e “porcentagem” (0,5%, 1%, 3%), como consta no fluxograma a seguir (Figura 1):

**Figura 01.** Fluxograma indicando tipo de material, a porcentagem de adição e o número de amostras de cada grupo.





### 3.3 Protocolo para obtenção de mini barras

Inicialmente, foram confeccionadas a partir de um molde obtido através de silicone para laboratório Zetalabor (Zhermack, Rovigo, RO, Itália) barras em dimensões (10 x 2 x 2 mm) para o teste de miniflexão e blocos em dimensões (5 x 5 x 2 mm), para os demais testes. As quais foram divididas em grupos de acordo com os fatores "material" (Controle, Montmorilonita pura e Montmorilonita Silanizada) e "porcentagem" em massa (0,5%, 1,0% e 3,0%). Essas minibarras foram mensuradas com paquímetro digital (150/6 MTX, Brasil) e regularizadas com lixa d'água de granulação 1200 (3M, ESPE, Irvine, CA, EUA).

Os corpos de prova foram produzidos em resina termopolimerizável (VIPI Wave, São Paulo, SP, Brasil) a partir de modelos em resina composta, por meio de moldes de silicone pré-fabricado, com as dimensões preconizadas sendo retangular (10 x 2 x 2 mm) para o teste de miniflexão e quadrado (5 x 5 x 2 mm) para os demais testes, utilizando a técnica de modelagem térmica por compressão em mufla metálica (OGP, Bragança Paulista, SP, Brasil). Os moldes foram obtidos em silicone de condensação pesada laboratorial (Zetalabor, Zhermack, Rovigo, RO, Italia) e revestidos com líquido isolante de resina (VIPI, Pirassununga, SP, Brasil). Para o grupo controle, a resina (VIPI) foi preparada em conformidade com as instruções do fabricante, utilizando um ciclo de polimerização lenta por calor.

Para os grupos reforçados, foram pesados para cada material de reforço dependendo do grupo de estudo 0,5%, 1% ou 3% em peso de pó acrílico em uma balança eletrônica (S-234, Denver Instrument, Bohemia, NY, EUA). Os materiais de reforço pré-pesados foram incorporados à resina acrílica em recipiente de silicone (potes paladon) manualmente por 1 min e misturados com pó de PMMA. De acordo com as instruções do fabricante, polímeros de resina acrílica (com e sem reforço) foram dispersos em um monômero de metacrilato de metila com uma proporção de massa de monômero/polímero de 0,95g de líquido/2,3 g de pó misturado homogeneamente, e inseridos na fase pastosa nos moldes, protegidos por um plástico separador.

Em seguida, os moldes foram prensados em mufla a 1000 Kgf. Após retirado o plástico separador e o excesso de material, a mufla foi fechada e realizada a prensagem definitiva de 1000 a 1500 kgf usando a máquina de pressão hidráulica (prensa hidráulica WW-33, Wassermann Dental-Machinen, Hamburgo, Alemanha) e mantidos à temperatura ambiente por 1 hora. Posteriormente, os moldes com resinas acrílicas foram submetidos a técnica de polimerização através do microondas conforme a figura 02.

**Figura 02** - Protocolo de polimerização através do microondas de acordo com o fabricante.

	Para forno de 500W		Para forno de 800 à 1100W		Para forno de 1200 à 1400W	
ESTÁGIO INICIAL	20 min	Com 20/30% de Potência	20 min	Com 10/20% de Potência	20 min	Com 10% de Potência
ESTÁGIO FINAL	+ 5 min	Com 80/100% de Potência	+ 5 min	Com 50/60% de Potência	+ 5 min	Com 30/40% de Potência

Após a polimerização térmica das amostras, foram finalizadas e polidas de acordo com o protocolo tradicionalmente prescrito pela norma ISO 20795. As resinas em excesso foram removidas com uma broca de carboneto de tungstênio (HM251FX-040-HP, Meisinger, Centennial, CO, EUA). As amostras para os testes de rugosidade e Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) foram submetidas a acabamento superficial adicional com lixas d'água 1200 (3M, ESPE, Irvine, CA, EUA)), por 20 segundos. Antes de serem submetidos à análise, todos os espécimes tiveram suas dimensões checadas com o uso de um paquímetro digital (150/6 MTX, Brasil) com 0,1 mm de precisão.

### **3.4 Teste de resistência à mini flexão**

Todas as amostras foram submetidas ao teste de três pontos, o mini teste de resistência à flexão em uma máquina de teste universal (ODEME-ISO150, Luzerna, SC, Brasil). Um dispositivo ajustável foi utilizado para o teste, sendo suportado por dois rolos de 8 mm de distância. A carga foi aplicada no centro com um carregamento taxa de 2,0 mm/min e uma célula de carga de 500 kgf. A força de resistência flexural foi calculada em MPa no tempo de falha, de acordo com a equação:  $RF = 3F/2wh^2$ , onde  $l$  é a distância (mm) entre os rolos de suporte,  $F$  é a carga (N) aplicada no momento da falha,  $H$  é a altura (mm) da amostra e  $W$  é a largura da amostra.

### **3.5 Análise da Rugosidade**

Doze espécimes (5x5x2mm) de cada grupo, foram submetidas à análise de rugosidade. Cada amostra foi fixada com auxílio de uma fita dupla face em uma mesa de teste e sobre as superfícies foi realizado o ensaio de Rugosidade, com um rugosímetro digital (Mitutoyo, Suzano, São Paulo, Brasil), com intuito de averiguar a rugosidade superficial. Assim, a leitura considerada foi a média aritmética ( $R_a$ ) entre os picos e vales percorridos pela ponta, em que o percurso de medição foi de 0,25 mm, com velocidade de 0,5mm/s Foram realizadas três leituras em áreas diferentes na superfície de cada amostra. As médias dos valores obtidos foram somadas e calculadas as médias para cada tratamento de cada bloco.

### **3.6 Análise superficial com Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)**

Um espécime (5x5x2mm) de cada grupo foi inspecionado usando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Inspect S50, FEI, Hillsboro,OR, EUA) em uma ampliação de 250x, 500x e 1.000x para obtenção das micrografias, onde foram verificadas a dispersões superficiais das partículas de MMT que foram incorporadas ao PMMA.

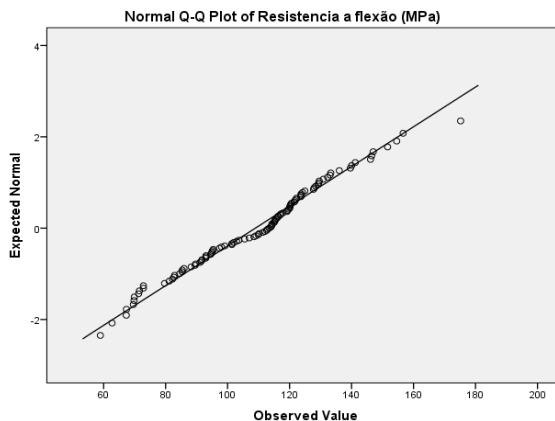
### **3.7 Análise Estatística**

A estimativa do poder da amostra foi obtida a partir do site OpenEpi (<[www.openepi.com](http://www.openepi.com)>), considerando-se intervalo de confiança de 95%. Os dados foram organizados no Excel e tabulados no SPSS v.20 (IBM SPSS Statistics). Para avaliação da distribuição da normalidade dos dados foi utilizado o teste de Shapiro-Wilk e de

homocedasticidade a partir do teste de Levene. A avaliação da resistência a flexão e da rugosidade superficial nas amostras com resina PMMA e incorporadas com nanopartículas foi conduzida baseando-se na análise de variância (ANOVA) 2-fatores. O teste de Tukey foi usado para analisar as diferenças significativas nos valores de resistência a flexão e rugosidade de acordo com os fatores “tipo de material” e “porcentagem” ( $p < 0,05$ ). Análises descritivas qualitativas foram utilizadas para avaliação superficial com o MEV.

## 4 RESULTADOS

A figura 3 demonstra a distribuição normal dos dados de acordo com o teste Shapiro-Wilk ( $p=0.282$ ).



**Figura 3** - Curva de distribuição normal para resistência a flexão.

### 4.1 Miniflexão

A média dos valores da resistência a flexão estão apresentados na Tabela 2. Os valores médios da resistência a flexão variaram de 75,87 a 128,38 MPa entre os grupos experimentais, sendo os menores valores registrados para montmorilonita 1% e o maior para montmorilonita silanizada 1%. O ANOVA 2-fatores revelou que os fatores “material” e “porcentagem” foram estatisticamente significativos ( $p<0,0001$ ). A interação entre esses dois fatores também revelou diferença significativa ( $p<0,0001$ ) (Tabela 3).

**Tabela 2** – Média de valores da resistência a flexão.

Grupos	N	Média (DP)	Erro padrão	95% IC para média		Mínimo	Máximo
				Limite inferior	Limite superior		
Controle	15	120,82±15,99 <sup>a</sup>	4,13	111,97	129,68	91,05	146,48
MMT 0,5%	15	88,78±5,17 <sup>b</sup>	1,33	85,91	91,64	82,20	98,02
MMT 1%	15	75,87±15,61 <sup>bc</sup>	4,03	67,22	84,52	58,95	116,22
MMT 3%	15	115,26±15,63 <sup>ad</sup>	4,03	106,60	123,92	91,58	151,63
MMT (S) 0,5%	15	118,02±11,29 <sup>b</sup>	2,91	111,76	124,27	93,00	136,04
MMT (S) 1%	15	128,38±21,90 <sup>bc</sup>	5,65	116,25	140,51	97,37	175,17
MMT (S) 3%	15	115,44±14,51 <sup>ad</sup>	3,74	107,40	123,48	93,03	146,98
Total	105	108,94±22,99	2,24	104,49	113,39	58,95	175,17

\*Teste de Tukey ( $p<0,05$ ). Letras maiúsculas distintas indicam diferenças estatisticamente significativas entre os materiais utilizados no estudo. MMT: Montmorilonita. MMT (S): Montmorilonita silanizada.

**Tabela 3** – ANOVA 2-fatores para resistência a flexão dos grupos experimentais.

Efeito	<i>gl</i>	SQ	MQ	F	<i>p</i>
Porcentagem	2	3194,38	1597,19	7,03	0.0001*
Material	1	16782,95	16782,95	73,91	<0.0001*
Porcentagem*Material	2	10309,38	5154,69	22,70	<0.0001*
Error	98	22251,35	227,05		
Total	105	1301186,29			

\*Significância estatística ( $p < 0.05$ ). *gl*: grau de liberdade; SQ: soma dos quadrados; MQ: média dos quadrados; F: f-estatístico.

## 4.2 Rugosidade

Em conformidade com a Tabela 4, a comparação entre os grupos revelou estatística significativa apenas para o grupo MMT 0,5% em comparação ao grupo controle ( $p < 0,05$ ) (Tukey,  $\alpha = 0,05$ ). A média da rugosidade ( $R_a$ ) variou de 0,14 (MMT (S) 3%) a 0,73 (MMT 0,5%).

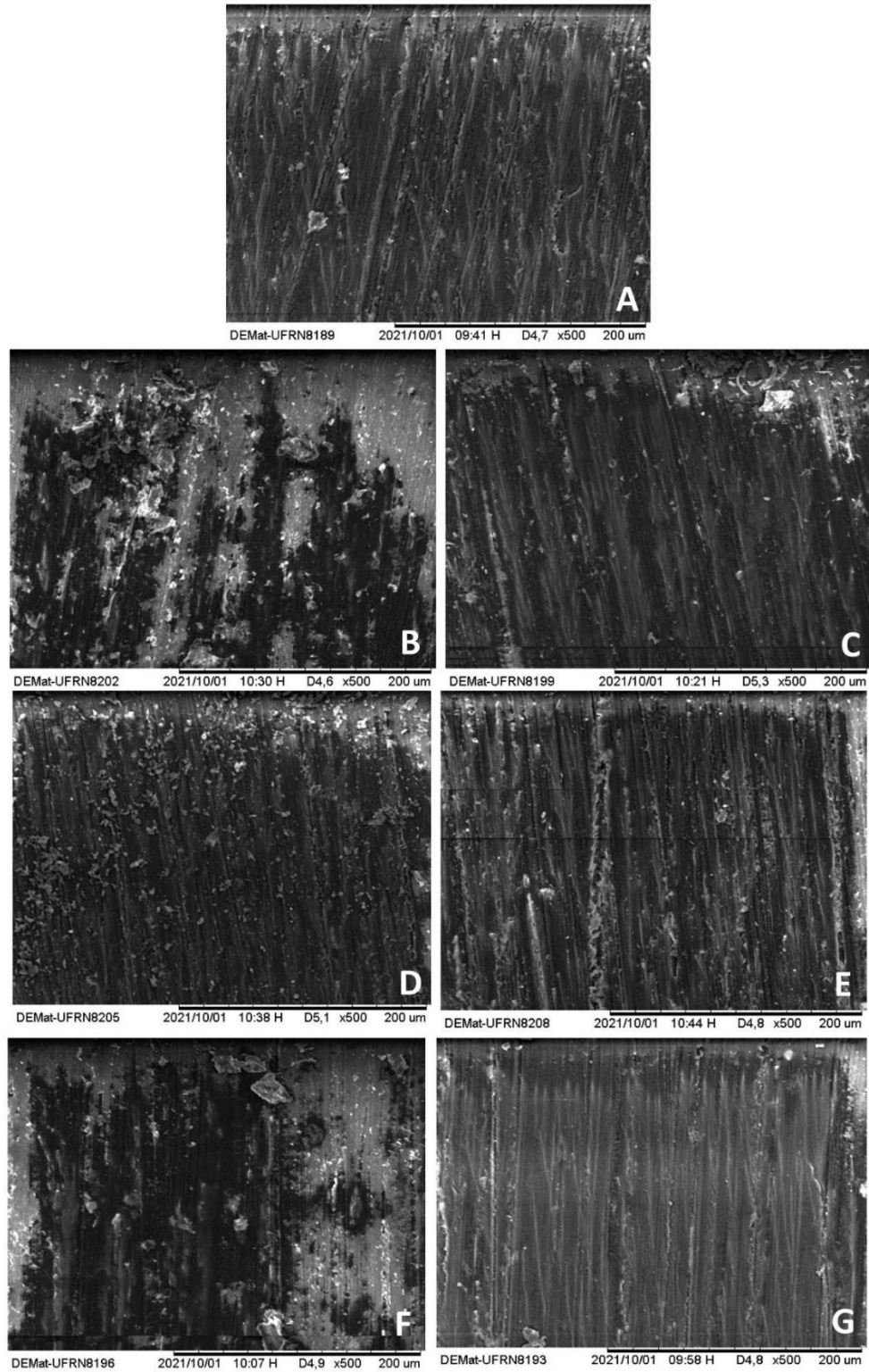
**Tabela 4** – Média (DP) da rugosidade superficial ( $R_a$ ) para os grupos experimentais.

Grupos	Média±DP ( $\mu\text{m}$ )
Controle	0,35±0,10 <sup>bc</sup>
MMT 0,5%	0,73±0,13 <sup>a</sup>
MMT 1%	0,45±0,42 <sup>b</sup>
MMT 3%	0,36±0,31 <sup>bc</sup>
MMT (S) 0,5%	0,40±0,14 <sup>bc</sup>
MMT (S) 1%	0,26±0,07 <sup>bc</sup>
MMT (S) 3%	0,14±0,04 <sup>c</sup>

\*Teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Letras minúsculas distintas indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos experimentais.

## 4.3 Análise superficial com Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Para as amostras MMT silanizada a 0,5%, 1,0% e 3,0% (Figura 4C, E, G), a topografia de superfície mostrou-se com características similares ao grupo controle, sem adição de material resinoso (Figura 4A). Pode-se notar que as superfícies dos grupos com a adição da montmorilonita pura a 0,5%, 1,0% e 3,0% (Figura 4B, D, F) apresentaram-se mais heterogêneas, com distribuição não uniforme das partículas, grânulos superficiais perceptíveis, com maiores irregularidades quando comparados aos demais grupos.



**Figura 4** - Micrografias MEV (500x) da superfície da resina acrílica termopolimerizável em diferentes concentrações de montmorilonita. **A**- Controle (sem adição do material). **B** - MMT pura a 0,5%. **C**- MMT silanizada a 0,5%. **D** - MMT pura a 1,0%. **E** - MMT silanizada a 1,0%. **F**- MMT pura a 3,0%. **G**- MMT silanizada a 3,0%.



## 5 DISCUSSÃO

O PMMA é o material mais amplamente empregado para a confecção de base de próteses totais. No entanto, apresenta propriedades mecânicas desfavoráveis, tais como resistência a fadiga e ao impacto insatisfatórias, o que corrobora para a frequência de reparos realizados anualmente (MURTHY et al., 2015). Diante da submissão recorrente a pequenas cargas, a estrutura começa a falhar, podendo fraturar. Essa fadiga por flexão é justificada pela ocorrência contínua de trincas microscópicas, as quais desenvolvem áreas de concentração de tensão, enfraquecendo o material (JAIKUMAR et al., 2015). Na tentativa de minimizar esses índices de falhas e verificar se as propriedades mecânicas do PMMA melhoraram, esse estudo investigou o efeito da incorporação de nanopartículas de montmorilonita pura e montmorilonita silanizada em resinas acrílicas termopolimerizáveis, em diferentes porcentagens, nas propriedades mecânicas e topográficas.

A primeira hipótese do estudo foi parcialmente aceita para a resistência a flexão, já que apenas a MMT pura revelou diferença estatisticamente significativamente quando comparada ao grupo controle. Resultado similar foi relatado por BARZEGAR & GHAFARI (2018), em que a incorporação da MMT em resinas acrílicas afetou negativamente suas propriedades mecânicas, afirmando que este efeito está diretamente associado a concentração das nanopartículas. No entanto, ELMERGAWY et al 2021 demonstrou que o PMMA reforçado com MMT pura 0,5% em peso melhorou significativamente a resistência à flexão, porém em concentrações acima de 1% não houve alterações perceptíveis. Esses resultados sugerem que há uma redução da propriedade mecânica da resistência a flexão em concentrações mais elevadas, em torno de 1-1,5%, o que pode ser atribuído a qualidade de dispersão dessas nanopartículas dentro da matriz de resina, demonstrando que a incorporação dessas partículas desempenha pouca influência na resistência flexural.

Com relação a adição de MMT silanizada, apenas em concentrações mais baixas foram observadas diferenças significativas com o grupo controle, demonstrando aceitação parcial da segunda hipótese. Os achados indicam que a silanização auxiliou na união das partículas, já que a adição de silano modificou a superfície hidrofílica da montmorilonita para uma superfície hidrofóbica, elevando a resistência a flexão do PMMA. JOSEPH et a (2019) avaliaram o efeito da inclusão de MMT em PMMA nas porcentagens de 1-3%, concluindo que somente concentrações em torno de 1% impactaram nas propriedades do material resinoso. Contudo, comparações diretas não foram possíveis, em virtude de metodologia divergente – não realizou

comparações com silanização - e as análises foram direcionadas para avaliação da dureza de superfície e contração de polimerização.

No que diz respeito a avaliação da rugosidade superficial, a primeira e segunda hipótese também foram parcialmente aceitas para a rugosidade. Nesse estudo, apenas MMT pura a 0,5% em comparação ao PMMA e a MMT pura 0,5% em comparação a MMT silanizada a 0,5% apresentaram diferenças significativas. Achados similares foram reportados por COLLARD et al. (1991), cujo reforço do PMMA com partículas de MMT acarretou aumento da rugosidade. Logo, incrementos de menor concentração, deixaram a resina com aspecto mais rugoso. Contudo, diante da incorporação de partículas silanizadas, a rugosidade foi reduzida, ressaltando o papel e eficácia do silano na dispersão, homogeneidade da distribuição e inclusão das partículas de reforço.

Para a análise em MEV, as amostras que foram submetidas à adição de montmorilonita silanizada apresentaram superfície mais regulares e homogêneas, com distribuição uniforme das partículas de carga quando comparados aos demais grupos, independentemente da porcentagem, denotando que o processo de silanização foi eficaz, melhorando a interação entre componentes orgânico e inorgânico. com distribuição não uniforme das partículas de carga quando comparados ao grupo controle. Estudos prévios (BARZEGAR & GHAFARI (2018); CHEE & JAWAID (2019)) relataram que espécimes com incorporação de 0,5 a 1% em massa exibiram partículas aglomeradas homogeneamente ao MEV, evidenciando melhores propriedades mecânicas e topográficas. Portanto, a adição de MMT no PMMA, principalmente, MMT silanizada proporciona propriedades superficiais mais satisfatórias, com esse aumento sendo proporcional à medida que os percentuais em massa aumentam, nesse sentido, podendo ampliar os estudos para os ensaios de adesão microbiana e envelhecimento com intuito de obter o comportamento desse material ao longo do tempo. Assim, a verificação de uma menor adesão bacteriana e de alteração de cor com o passar do tempo podem ser cruciais para um material promissor para a odontologia.

O estudo foi relevante para avaliar o quanto a incorporação de nanopartículas pode alterar positivamente ou não as propriedades de materiais resinosos constituintes da base de próteses dentárias. Contudo, foi limitado ao estabelecer comparações diretas para as avaliações de materiais a base de silano, já que há uma escassez de estudos com essa abordagem. Além disso, as metodologias são diversificadas quanto aos percentuais em massa para a montmorilonita. Mais estudos abordando as propriedades desses materiais antes e após a

realização de técnicas de acabamento e polimento e que simulem o comportamento desses materiais em ambiente bucal deveriam ser conduzidos.

## **6 CONCLUSÃO**

Dentro das limitações desse estudo in vitro, depreende-se que as distintas porcentagens de adição da montmorilonita pura influenciaram de forma negativa nas propriedades da resina acrílica, já a montmorilonita silanizada apresentou resultados satisfatórios no tocante aos valores de resistência a flexão; a rugosidade sofreu alteração na maior parte dos grupos; e os espécimes que continham MMT silanizada apresentaram melhor espalhamento das partículas sob as superfícies da resina.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BARZEGAR, A.; GHAFFARI, T. Nanoclay-reinforced polymethylmethacrylate and its mechanical properties. *Dent Res J.* v. 15, n. 4, p. 295-301, 2018.

COLLARD, S.; KARIMZADEH, A.; SMITH, L.; PARIKH, U. Polymerization shrinkage, impact strength and roughness of montmorillonite-modified denture base resins. *Am J Dent.* V. 4, n. 6, p. 285-90. PMID: 1823137, 1991.

COSTA, T; MELO, J.; PASKOCIMAS, C. Thermal and chemical treatments of montmorillonite clay. *Ceramics International.* Volume 39, Issue 5, July 2013. Pages 5063-5067. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.11.105>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884212013612>. Acesso em: 30 mai. 2022.

DISCACCIATI, J.; ORÉFICE, R. L. Structural analysis on photopolymerized dental resins containing nanocomponents. *Journal of Materials Science*, [S. l.], v. 42, p. 3883–3893, 1 jun. 2007. DOI <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0459-z>. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s10853-006-0459-z.pdf>. Acesso em: 10 mar. 2022.

ELMERGAWY, F.; NASSIF, M.; EL-BORADY, O.; MABROUK, M.; EL-KORASHY, D.; Physical and mechanical evaluation of dental resin composite after modification with two different types of Montmorillonite nanoclay, *Journal of Dentistry*, V. 112, 2021, 103731, ISSN 0300-5712, doi:10.1016/j.jdent.2021.103731.

FONSECA, R.; BRANCO, C.; BITENCOURT, E.; NAVES, L.; CARLO, H.; KASUYA, A.; FAVARÃO, I.; Próteses Reforçadas. **Unopar científica**, Ciências Biológicas e da Saúde, v. 13, n. 4, p. 271-278, 1 jun. 2012. DOI <https://doi.org/10.17921/2447-8938.2011v13n4p%25p>. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/279447143\\_Proteses\\_reforcadas](https://www.researchgate.net/publication/279447143_Proteses_reforcadas). Acesso em: 11 maio 2022.

JAIKUMAR, R.; KARTHIGEYAN, S.; ALI S.; NAIDU N.; KUMAR, R.; VIJAYALAKSHMI, K. Comparison of flexural strength in three types of denture base resins: An in vitro study. *J Pharm Bioallied Sci.* 2015, V. 2, p. 461-4. doi: 10.4103/0975-7406.163505. PMID: 26538898; PMCID: PMC4606640.

JOSEPH, A.; JOSEPH, S.; MATHEW, N.; KOSHY A.; JAYALAKSHMI, N.; MATHEW, V. Effect of Incorporation of Nanoclay on the Properties of Heat Cure Denture Base Material: An In vitro Study. *Contemp Clin Dent.* 2019 Oct-Dec; v. 10, n. 4, p. 658-663. Doi: 10.4103/ccd.ccd\_737\_17. PMID: 32792826; PMCID: PMC7390415.

KIM, S.; PARK, T.; SHIN, B.; KIM, Y. Polymethyl methacrylate/montmorillonite nanocomposite beads through a suspension polymerization-derived process. *J Appl Polym Sci.* 2005; v. 97: 2340–9. doi: 10.1002/app.21696.

KLEIN, C.; DUTROW, B. Manual de ciência dos minerais. – Tradução e revisão: Rualdo Menegat. 23 ed. – Porto Alegre: Bookman, 2012. 716p. : il. ; 28 cm + 1 CD. ISBN 978-85-7780-963-9.

MURTHY, H.; SHAIK, S.; SACHDEVA, H.; KHARE, S.; HARALUR, S.; ROOPA, K. Effect of Reinforcement Using Stainless Steel Mesh, Glass Fibers, and Polyethylene on the Impact Strength of Heat Cure Denture Base Resin - An In Vitro Study. *J Int Oral Health.* 2015 Jun;7(6):71-9. PMID: 26124604; PMCID: PMC4479778.

SALAHUDDIN, N.; SHEHATA, M. Polymethylmethacrylate-montmorillonite composites: preparation, characterization and properties. *Polymer.* 2001; v. 42, p. 8379–85. doi: 10.1016/S0032-3861(01)00253-1.

SIDERIDOU, I.; KARABELA, M. Effect of the amount of 3-methacyloxypropyltrimethoxysilane coupling agent on physical properties of dental resin nanocomposites. *Dent Mater.* 2009, v. 25, n. 11, p. 1315-24. doi: 10.1016/j.dental.2009.03.016. Epub 2009 Jul 5. PMID: 19580996.

SHARMA, B. CHHIBBER, R. MEHTA, R. Effect of surface treatment of nanoclay on the mechanical properties of epoxy/glass fiber/clay nanocomposites. 2016. *Composite Interfaces*. 23:7. p.623-640. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/09276440.2016.1165522>. Acesso em: 30 out. 2019.

WANG, X.; SU, Q.; HU, Y. Estrutura e estabilidade térmica de nanocompósitos de PMMA/MMT como material de base para próteses dentárias. *J Therm Anal Calorim* v. 115, p. 1143-1151, 2014. <https://doi.org/10.1007/s10973-013-3412-9>.

WILSON, K.; ALLEN, A; WASHBURN, N.; ANTONUCCI, J. Interphase effects in dental nanocomposites investigated by small-angle neutron scattering. *J Biomed Mater Res A*, 2007; v. 81, n. 1, p. 113-23.

ZHENG, J.; SU, Q.; WANG, C.; CHENG, G.; ZHU, R.; SHI, J.; YAO, K. Synthesis and biological evaluation of PMMA/MMT nanocomposite as denture base material. *J Mater Sci Mater Med.*, 2011. v. 22, n. 4, p. 1063-71. doi: 10.1007/s10856-011-4269-8. Epub 2011 Mar 4. PMID: 21373810.

SAND, C.; JAWAID, M. The Effect of Bi-Functionalized MMT on Morphology, Thermal Stability, Dynamic Mechanical, and Tensile Properties of Epoxy/Organoclay Nanocomposites. *Polymers (Basel)*. 2019, v. 11, n. 12, p. 2012. doi: 10.3390/polym11122012. PMID: 31817284; PMCID: PMC6960896.