



REDEMAT

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP – CETEC – UEMG

Sisenando Itabaiana Sobrinho

EFEITOS CORROSIVOS ENCONTRADOS EM MATERIAIS MAGNÉTICOS EMPREGADOS EM ORTODONTIA

Dissertação

de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof^ª. Dr^ª. Sebastiana Luiza de Bragança Lana

Co-orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Nelcy Della Santana Mohallem.

Área de concentração: Engenharia de Superfície

Ouro Preto, 24 de Novembro de 2006

Rede Temática em Engenharia de Materiais

UFOP-CETEC-UEMG

AGRADECIMENTOS

Embora uma dissertação seja, pela sua finalidade acadêmica, um trabalho individual, há contribuições de natureza diversa que o torna um trabalho de grupo. Tais contribuições não podem e nem devem deixar de serem realçadas. Por essa razão, desejo expressar os meus sinceros agradecimentos.

A realização deste trabalho multidisciplinar só foi possível graças à interação de várias instituições - **UFOP (DEGEO), UFMG (Física, Química, Odontologia) e o CDTN/CNEN.** A todas, o meu reconhecimento e gratidão.

Expresso aqui a minha eterna gratidão à minha esposa e companheira **Yasmine** pela paciência, incentivo e apoio permanente. Aos meus queridos filhos **Laura, Lorenzo e Enrico** pela compreensão da minha ausência muitas vezes em suas vidas e a minha **mãe e irmãos.** A vocês dedico este trabalho

Gostaria de registrar meus sinceros agradecimentos à **Professora Nelcy Della Santana Mohallem** e à **Professora Sebastiana Luiza de Bragança Lana**, que atuaram não só como orientadoras, mas também como amigas e incentivadoras durante toda a realização deste trabalho.

Aproveito a oportunidade para agradecer a dois profissionais e amigos que tiveram participações importantes na realização deste trabalho: **Dr. Luiz Cláudio Meira-Bello, Dr. José Domingos Ardisson** pesquisadores do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN/CNEN).

Quero agradecer também àquelas pessoas que prestaram um valioso apoio técnico para a realização deste trabalho, em especial gostaria de citar o **Geólogo Walter de Brito, Luiz Carlos Silva (CDTN), Willian Tito Soares e Luiz Rodrigues Armoa Garcia** (Física) e ao amigo e colega de mestrado **Engenheiro Ney Sampaio** (DEGEO). Obrigado a todos pela realização das microanálises.

Meus agradecimentos à **Professora Maria Esperanza Cortéz** pelo estímulo e pela cessão do laboratório de Microbiologia da Faculdade de Odontologia (UFMG) para a realização de parte dos experimentos.

Agradeço também aos **Professores Ana Claudia Castro Ferreira Conti e Fernando Soares Lameiras** por aceitarem contribuir para este trabalho na participação da banca examinadora.

Meu muito obrigado também aos **colegas** do mestrado pelo companheirismo e ajuda nos momentos difíceis do curso.

Sei que existem outras **pessoas importantes** não citadas aqui. O não citar não diminui a importância das mesmas. A vocês meu muito obrigado.

Por fim, agradeço à REDEMAT pela oportunidade de concretização das minhas idéias.

“No espaço e no tempo todas as coisas mudam. Transformam-se. A única coisa permanente é a impermanência. Modificar-se é o início da sabedoria. É coerência com as leis do universo”.

SÓCRATES

RESUMO

O emprego de ligas magnéticas permitiu a criação de novas opções em terapias odontológicas, especialmente na Ortodontia, onde a sua utilização já é bastante difundida. A inovação no emprego dos magnetos veio com a introdução de novas ligas magnéticas à base dos elementos terras raras pertencentes à família dos lantanídeos, como as ligas de samário-cobalto (SmCo_5) e neodímio-ferro-boro ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$). Magnetos fabricados com as ligas acima são 20 vezes mais fortes que os magnetos de alumínio-níquel-cobalto. Entretanto, a liga de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ embora seja três vezes mais forte que SmCo_5 é 240 vezes mais susceptível a corrosão em meio bucal. No presente trabalho realizou-se a caracterização estrutural, morfológica e magnética da liga magnética de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ para emprego ortodôntico e analisou-se as forças magnéticas e os campos magnéticos além do comportamento corrosivo dos magnetos. Para simular o meio bucal e realizar os testes corrosivos os 16 magnetos revestidos em ouro prata (por deposição eletrolítica) foram imersos em uma solução de ácido láctico a 1% por um período de 70 dias e os valores de seus campos magnéticos aferidos semanalmente por uma sonda Hall. O elemento Fe liberado na solução ácida foi dosado semanalmente através da espectroscopia de absorção atômica. As amostras magnéticas corroídas foram submetidas às microanálises por meio de MEV e microsonda eletrônica (EDS) nos períodos de 14, 21 e 70 dias (final dos experimentos). Ao final do experimento, foram submetidas à análise de difração de raios X. Foram empregados os testes estatísticos t e ANOVA para verificar diferenças entre as médias dos campos magnéticos de ambos os grupos magnéticos e correlacionar o processo de corrosão dos magnetos com o tempo de experimento respectivamente. A caracterização inicial do material foi feita através de difratometria de raios X, análise térmica (TG/DTA), microscopia eletrônica de varredura e microsonda eletrônica (EDS e WDS). Para as medidas de forças magnéticas, foram empregados magnetos dispostos atrativos e repulsivamente, uma balança de precisão e um aparelho traçador de alturas. Na realização das medidas da variação do campo magnético, foram empregados magnetos em configuração atrativa: um magneto foi posicionado em uma haste vertical fixa e um segundo adaptado a um posicionador x,y e dependência angular. As medidas foram feitas com emprego de uma sonda Hall. Os resultados iniciais das microanálises evidenciaram um magneto constituído predominantemente pela fase $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, revestidos em Au, Ag, Cu e Ni em 3 camadas. As forças geradas pelos magnetos em ambas as configurações, mostraram-se compatíveis para geração de movimentos ortodônticos preferencialmente à curtas distâncias e baixos ângulos entre os magnetos. As amostras magnéticas de ambos os grupos sofreram

corrosões evidenciadas pelo aumento da liberação do elemento Fe e confirmadas pela análise de DRX. A formação de novas fases não ferromagnéticas propiciou um decaimento das medidas dos campos magnéticos. O teste t mostrou que as diferenças entre as médias de decaimento não foram significativas 0,7333 mV para os de ouro e 0,6803 mV para os de prata. Ocorreu uma diminuição significativa do campo magnético em função do tempo em que os magnetos de ouro e prata estiveram imersos na solução de ácido láctico ($F= 46,91$, $gl= 9$; $p<0,001$). Verificou-se uma heterogeneidade dos magnetos do ponto de vista de fabricação (via metalurgia do pó) e /ou do processo de recobrimento via deposição eletrolítica. Diante disto, para que este material seja utilizado no meio bucal com eficácia mecânica e biocompatibilidade efetiva, é recomendado que o mesmo esteja hermeticamente selado.

Palavras-Chave: Magnetos, ortodontia, corrosão, campo magnético

ABSTRACT

The employment of magnetic alloys have allowed the criation of new options on odontological therapies, specially in orthodontics, where its utilization is already quite outspread. The innovation with the use of magnets came with the introduction of new magnetic alloys based on elements rare earth that belong to the lanthanum family as well as the samarium-cobalt (SmCo_5) alloys and neodymium-iron-boron ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{b}$) ones magnets manufactured with the alloys mentioned above are more than 20 times stronger than the magnets of alluminium-niquel-cobalt. However the alloy of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{b}$ being 3 times stronger than SmCo_5 , it is 240 times more susceptible to corrosion inside the mouth. In this work the structural, morphological and magnetic characterization was carried out in the magnetic alloy $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{b}$ for orthodontic application and also the magnetic force and magnetic fields were analysed, beyond the corrosive behavior of magnets. To simulate the buccal means and to make the corrosion tests, the 16 magnets were involved with gold and silver (by electrolytic deposition) and were immersed in a solution of 1% lactic acid for a period of 70 days; and the value of their magnetic fields checked weekly by a hall probe. The element Fe released in the acid solution was analysed weekly through the atomic absorption spectrometry. The magnetic samples corroding were submitted to microanalyses by means of SEM (Scanning electron microscopy) and EDS (energy dispersive X ray detector) in the periods of 14, 21 and 70 days (in the end of the experiments). In the final experiments they were submitted to an analysis of x-ray diffraction. Statistics test (t test and ANOVA) were applied to check the differences among the averages of magnetic fields in both magnetic groups and correlate the corrosion process on magnets with the time of the experiment respectively. The initial characterization of the material was made through the x-ray diffraction analysis, thermal analysis (TG/DTA), SEM, EDS and WDS (wave dispersive spectrometry). For the measurements of magnetic forces, magnets were applied, attractively and repulsively, an accurate scale and a device for measure heights. To carry out the measurements of magnetic field variations, some magnets were applied in an attractive configuration: one magnet was placed in a fixed vertical stick an a second magnet adapted to XY position and angular dependency. The measurements were made applying a Hall probe. The first results of the microanalysis showed a magnet composed meanly by $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{b}$ phase, coated in Au, Ag, Cu and Ni, in 3 layers. The forces generated by the magnets in both configurations showed compatible for generating orthodontic movement, specially in short distances and low angles

among the magnets. The magnets samples of boths groups suffered corrosion evident by the increasing of Fe free and confirmed by x-ray diffraction. analyses. The formation of new phases not iron magnetic gave a decreasing in the measures of the magnetic fields. The t test showed that the differences among the decreasing averages were not significant- 0,7333 mV for gold ones and 0,6803 mV for the silver ones. A significant reduction occurred in the magnetic fields in function of the time, when the gold and silver magnets were immerged in lactic acid ($F=4691$, $gl=9$, $p>0,001$). There was a difference of magnets in manufacturing view point (via powder metallurgy) and/or in the coating process via electrolytic deposition. Thus, for the application of this material in buccal means, with mechanical efficiency and effective biocompatibility, it is recommended that it must be hermetically sealed.

Key Words: Magnets, orthodontie, corrosion, magnetic field.

SUMÁRIO

CAPÍTULO I	01
INTRODUÇÃO	01
1.1-A História dos materiais magnéticos.....	02
1.2-Evolução dos Ímãs Permanentes.....	04
1.3-Aspectos Físicos.....	07
1.4-Grandezas Magnéticas.....	08
1.5-Curva de Magnetização: Temperatura de Curie.....	11
CAPÍTULO II	15
APLICAÇÃO DOS MAGNETOS EM ORTODONTIA	15
2.1-Revisão da Literatura Ortodôntica.....	15
CAPÍTULO III	23
TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÕES	23
3.1-Difração de Raios X.....	23
3.2-Análise Termométrica.....	24
3.3-Microanálise Eletrônica.....	25
3.3.1-Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	25
3.3.2-Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).....	27
3.3.3-Espectroscopia de Dispersão de comprimento de ondas (WDS).....	28
3.4-Medidas de magnetização e forças magnéticas.....	28
3.5-Espectrometria de Absorção Atômica.....	28
CAPÍTULO IV	30
METODOLOGIA	30
4.1-Materiais.....	30
4.2-Characterização inicial estrutural, morfológica e magnética da liga magnética de neodímio-ferro-boro ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) para emprego ortodôntico.....	31
4.2.1-Difratometria de raios X.....	31
4.2.2-Análise térmica (TG/DTA).....	31
4.2.3-Microscopia eletrônica de varredura e microsonda eletrônica EDS E WDS.....	32

4.2.4-Medidas de forças magnéticas.....	32
4.3-Ensaio de corrosão.....	35
4.3.1-Medidas de Campo Magnético.....	36
CAPÍTULO V	38
RESULTADOS	38
5.1-Characterização inicial dos magnetos de neodímio-ferro-boro.....	38
5.1.1-Difratometria de raios X.....	38
5.1.2-Análise térmica (TG/DTA).....	39
5.1.3-Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Microsonda eletrônica (EDS).....	40
5.2-Medidas de magnetização e forças magnéticas.....	51
5.2.1-Medidas de magnetização.....	51
5.2.2-Medidas da relação força/distância.....	51
5.2.3-Medidas dos campos magnéticos (H) nos eixos x, y e dependências angulares.....	54
5.3-Resultados dos ensaios em corrosão.....	55
5.3.1-MEV e EDS dos magnetos recobertos em prata após 14 dias de imersão em ácido lático.....	55
5.3.2-MEV e EDS dos magnetos recobertos em prata após 21 dias de imersão em ácido lático.....	59
5.3.3-MEV do centro do magneto recoberto em prata após 70 dias (final do experimento) de imersão em ácido lático.....	62
5.3.4-MEV e EDS dos magnetos recobertos em ouro após 14 dias de imersão em ácido lático.....	64
5.3.5-MEV e EDS dos magnetos recobertos em ouro após 21 dias de imersão em ácido lático.....	69
5.3.6-MEV do centro do magneto recoberto em ouro após 70 dias (final do experimento) de imersão em ácido lático.....	72
5.4-Espectroscopia de Absorção Atômica.....	75
5.5-Difratometria de Raios X final.....	76
5.6-Resultados das Análises Campo Magnético/Corrosão Magnética.....	78
CAPÍTULO VI	81
DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	81

CAPÍTULO VII	87
CONCLUSÕES	87
CAPÍTULO VIII	88
PERSPECTIVAS	88
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89
ANEXOS	96

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1-Evolução dos ímãs permanentes (Araújo, 2000).....	05
Figura 1.2-Momento angular orbital do elétron em torno do seu núcleo.....	07
Figura 1.3-Momento angular de spin.....	07
Figura 1.4-Esquema de Magnetização.....	11
Figura 1.5-Curva de histerese de magnetos duros e magnetos moles (Callister,2002).....	13
Figura 1.6-Direções de magnetização fácil, média e difícil para os cristais de ferro, níquel e cobalto.....	13
Figura 2.1-Analogia das forças convencionais (linha reta) e magnéticas (curva exponencial) (Adaptado do Graber, 1989).....	17
Figura 3.1-Esboço do fenômeno de difração.....	24
Figura 3.2-Diagrama esquemático de um MEV.....	26
Figura 3.3-Esquema de um espectrômetro de raios X de dispersão de energia.....	27
Figura 4.1-Magnetos de neodímio-ferro-boro recobertos em prata e em ouro.....	30
Figura 4.2-Balança de precisão acoplada ao traçador de altura.....	33
Figura 4.3-Posicionador triaxial x, y, z	34
Figura 4.4-Sonda Hall.....	34
Figura 4.5-Voltímetro Keithley 2000.....	35
Figura 4.6-Tubos de ensaio portando os magnetos.....	36
Figura 4.7-Sonda Hall com os magnetos interpostos separados por uma lâmina.....	37
Figura 5.1-Difratograma inicial do magneto na forma de pó.....	38
Figura 5.2-Curvas TG/DTA de um magneto $Nd_2Fe_{14}B$ revestido em ouro.....	39
Figura 5.3-Micrografias obtidas por elétrons secundários.....	40
Figura 5.4-EDS da camada superficial do magneto recoberto em ouro.....	41
Figura 5.5-EDS da camada intermediária do magneto.....	41
Figura 5.6-EDS da camada interna do magneto.....	42
Figura 5.7-EDS do substrato da liga magnética.....	42
Figura 5.8-EDS da área clara da liga magnética.....	43
Figura 5.9-Micrografias realizadas por elétrons secundários e elétrons retroespalhados do magneto revestido em prata em corte longitudinal.....	43
Figura. 5.10-MEV da região central do substrato da liga magnética.....	44
Figura 5.11-EDS das fases claras da liga magnética.....	45
Figura 5.12-EDS da matriz do substrato do magneto.....	45
Figura 5.13-EDS da fase cinza do substrato do magneto.....	45

Figura 5.14-Mapeamento dos elementos Ni, Nd e Fe da região central do magneto.....	46
Figura 5.15-Mapeamento dos elementos Nd, Pr e O da região central do magneto.....	46
Figura 5.16-MEV da borda do magneto revestido em ouro.....	47
Figura 5.17-EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberta em ouro.....	48
Figura 5.18-MEV da borda do magneto revestido em prata.....	49
Figura 5.19-EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberto em prata.....	49
Figura 5.20-EDS do ponto 2 da borda do magneto recoberto em prata.....	50
Figura 5.21-Relação força/distância dos magnetos de neodímio-ferro-boro.....	53
Figura 5.22-Relação campo magnético/distância dos magnetos de neodímio-ferro-boro.....	53
Figura 5.23-Relação do campo magnético normalizado com as distâncias no eixo y.....	54
Figura 5.24-Relação do campo magnético com os ângulos entre os magnetos.....	55
Figura 5.25-MEV do centro do magneto recoberto em prata após 14 dias em ácido lático.....	56
Figura 5.26-EDS do ponto 1 do centro do magneto recoberto em prata 14 dias em ácido lático.....	56
Figura 5.27-MEV da borda do magneto recoberto em prata após 14 dias em ácido lático.....	57
Figura 5.28-EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberta em prata após 14 dias em ácido lático.....	58
Figura 5.29-EDS do ponto 5 da borda do magneto recoberta em prata 14 dias em ácido lático.....	58
Figura 5.30-MEV da borda do magneto revestido em prata após 21 dias de imersão em ácido lático.....	60
Figura 5.31-EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberta em prata 21 dias em ácido lático.....	60
Figura 5.32-EDS do ponto 2 da borda do magneto recoberta em prata após 21 dias em ácido lático.....	61
Figura 5.33-EDS do ponto 3 da borda do magneto recoberta em prata após 21 dias em ácido lático.....	61
Figura 5.34-MEV do magneto recoberto em prata da região central, ao final do experimento.....	62
Figura 5.35-EDS do centro do magneto recoberta em prata 70 dias em ácido lático.....	63
Figura 5.36-MEV da borda do magneto recoberto em prata, 70 dias em ácido lático	63
Figura 5.37-EDS da borda do magneto recoberta em ouro 70 dias em ácido lático.....	64

Figura 5.38-MEV da região central do magneto revestido em ouro 70 dias em ácido lático.....	65
Figura 5.39-EDS do ponto 1 da região central do magneto recoberta em ouro após 14 dias em ácido lático.....	65
Figura 5.40-EDS do ponto 3 da região central do magneto recoberta em ouro após 14 dias em ácido lático.....	66
Figura 5.41-EDS do ponto 4 da região central do magneto recoberta em ouro após 14 dias em ácido lático.....	66
Figura 5.42-MEV da borda do magneto recoberto em ouro após 14 dias imersos em ácido lático.....	68
Figura 5.43-EDS do ponto 4 da borda do magneto recoberta em ouro após 14 dias em ácido lático.....	68
Figura 5.44-EDS do ponto 9 da borda do magneto recoberta em ouro após 14 dias em ácido lático.....	69
Figura 5.45-MEV da região central do magneto revestido em ouro após 21 dias em ácido lático.....	70
Figura 5.46-EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberta em ouro após 21 dias em ácido lático.....	71
Figura 5.47-EDS do ponto 2 da borda do magneto recoberta em ouro após 21 dias em ácido lático.....	71
Figura 5.48-EDS do ponto 7 da borda do magneto recoberta em ouro 21 dias em ácido lático.....	72
Figura 5.49-MEV da região central do magneto recoberto em ouro, ao final do experimento	73
Figura 5.50-EDS do recoberto em ouro da região central, ao final do experimento.....	73
Figura 5.51-MEV da borda do magneto recoberto em ouro, ao final do experimento.....	74
Figura 5.52-EDS da borda do magneto recoberto em ouro, ao final do experimento.....	74
Figura 5.53-Difratograma do magneto recoberto em prata após corrosão.....	77
Figura 5.54-Difratograma do magneto recoberto em ouro após corrosão.....	77
Figura 5.55-Magnetos destruídos pela corrosão ao final do experimento.....	78
Figura 5.56-Relação do campo magnético do magneto recoberto em prata em função do tempo de imersão em ácido lático.....	80
Figura 5.57-Relação do campo magnético do magneto recoberto em ouro em função do tempo de imersão em ácido lático.....	80

LISTA DE TABELAS

Tabela I.1-Principais propriedades de materiais duros, usados como ímãs permanentes a temperaturas ambientes (Callister, 2002).....	14
Tabela V.1-Fases cristalinas observadas da difração de raios X.....	38
Tabela V.2-Composição dos pontos 1, 2, 3. Concentração em %.....	48
Tabela V.3- Composição dos pontos 1, 2, 4, 5. Concentração em %.....	50
Tabela V.4-Parâmetros magnéticos da liga Nd ₂ Fe ₁₄ B.....	51
Tabela V.5-Relação força/distância dos magnetos em configuração atrativa.....	52
Tabela V.6-Relação força/distância dos magnetos em configuração repulsiva.....	52
Tabela V.7-Concentração em % dos elementos nos pontos 1, 2, 3, 4, 5.....	57
Tabela V.8-Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises.....	59
Tabela V.9-Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises.....	62
Tabela V.10-Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises.....	67
Tabela V.11-Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises.....	69
Tabela V.12-Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises.....	72
Tabela V.13-Dosagem de elemento Fé (ppm) na solução de ácido láctico.....	75
Tabela V.14-Valores de variação dos campos magnéticos normalizados de magnetos recobertos em ouro e em prata em solução ácida registrada em mV.....	79

CAPITULO I

INTRODUÇÃO

A utilização de magnetos em ortodontia tem obtido bastante êxito e por isso é objeto de estudos tanto nos seus efeitos biológicos quanto na geração de forças ortodônticas. O presente trabalho aborda este tema e nele estudou-se a composição e morfologia dos materiais, os níveis de forças gerados, o campo magnético e o comportamento dos magnetos da liga neodímio-ferro-boro, em meio ácido no contexto da ortodontia.

Este trabalho teve como objetivo geral fazer um estudo mais detalhado de magnetos da liga neodímio-ferro-boro para emprego ortodôntico. Para isso os seguintes objetivos específicos foram propostos:

1. Caracterização inicial estrutural, morfológica e magnética de magnetos da liga neodímio-ferro-boro ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) para emprego ortodôntico.
2. Avaliar as forças e campos magnéticos gerados por magnetos em função da distância no eixo x, y e dependência angular.
3. Avaliar o processo de corrosão dos magnetos imersos em solução ácida, simulando o meio bucal.
4. Avaliar o comportamento magnético dos magnetos durante e após o processo de corrosão.

No primeiro capítulo é apresentado um histórico do magnetismo, onde se aborda a evolução dos ímãs permanentes desde os aços magnéticos até a geração dos magnetos a base de elementos terra raras, seus aspectos físicos e grandezas magnéticas.

No capítulo II é apresentada uma extensa revisão da literatura que aborda o emprego clínico dos magnetos e os seus efeitos biológicos.

No capítulo III estão descritas em detalhe as técnicas empregadas para a realização dos experimentos utilizados para a caracterização dos magnetos. Para monitorar a evolução estrutural e composicional dos magnetos foram empregadas as técnicas de difração de raios X, análise térmica TG/DTA, e microanálise utilizando microsonda eletrônica EDS e WDS.

As características morfológicas foram monitoradas por microscopia eletrônica de varredura. A dosagem do elemento Fe liberado na solução de ácido láctico durante os testes corrosivos foi determinada por espectrometria de absorção atômica.

No capítulo IV descrevem-se as metodologias empregadas no estudo dos magnetos da liga neodímio ferro boro (Shezen Ningbo Magnetic Co. Ltda). Foram feitas medidas de forças e campos magnéticos nos eixos x y e dependência angular. Posteriormente os magnetos foram submetidos a testes corrosivos e os seus campos magnéticos foram aferidos, bem como as suas composições e morfologias que também foram monitoradas semanalmente. Após os testes corrosivos, as amostras foram avaliadas com relação à sua composição final.

No capítulo V são apresentados os resultados do trabalho de todas as análises e o capítulo VI apresenta-se a discussão dos resultados obtidos comparando-os com resultados de trabalhos semelhantes.

1.1-A História dos materiais magnéticos

O magnetismo, fenômeno segundo o qual os materiais impõem uma força atrativa ou repulsiva sobre outros materiais, é conhecido há milhares de anos. Entretanto, os princípios e os mecanismos subjacentes que explicam o fenômeno magnético são complexos e sutis, e foram os primeiros a despertar a curiosidade do homem sobre o interior da matéria (Callister-2002). Uma versão sustenta que muitos séculos antes de Cristo, na Ásia Menor, numa região conhecida como *Magnésia*, existiam quantidades muito grandes de uma pedra, de coloração escura, um tipo de minério de ferro (Fe_3O_4), o qual possuía a propriedade de atrair a si outros minérios de ferro. Essa pedra recebeu o nome de *Magnetita*, uma extensão do nome da região onde fora encontrado.

No entanto, vários séculos antes da era cristã (800 D.C), os gregos também já conheciam o ímã de pedra demonstrados em diversos trabalhos por Aristóteles (384 - 322 A.C.), Platão (429 - 377 A.C.) e Homero (ao redor 850 A.C.). Em um dos seus relatórios, Platão menciona o que ele chama "Os Anéis de Samotracia", usado nas cerimônias rituais dos dáctilos, que é uma tribo especializada em trabalhos com ferro. Estes anéis eram de fato aros férreos magnetizados por contato com ímãs naturais ou pedaços de magnetita.

Mais tarde, nas primeiras décadas do século II D.C a marinha chinesa chegou a entender as propriedades direcionais do ímã natural e usavam essas pedras para localizar e manter a direção dos navios

Nos primeiros anos do século XVI, o alquimista famoso Philippus Aureolus Paracelsus, místico suíço (1493 - 1541 D. C.) foi o marco fundamental na história do magnetismo; são suas estas palavras: "O que exerce isso que nós chamamos ímã é uma força de atração que vai além de nossa compreensão, mas isso, ou apesar disto, causa atração sobre o ferro e outras coisas."

Paracelsus porém, disse que no poder e nas características do ímã existia a propriedade de curar enfermidades: e descobriu que são aconselháveis nos casos de inflamações, feridas supurantes, ulcerações, e principalmente nas infecções, tanto internas como externas dos intestinos e do útero. Observações registradas séculos atrás por ele, são válidas até o dia de hoje.

O Dr. William Gilbert, de Colchester, Grã Bretanha, (1540 - 1603), médico do seu tempo e Presidente do Colégio Médico da rainha Isabel I, foi o pioneiro em estudos profundos da eletricidade e do magnetismo. Durante suas investigações realizou viagens longas e registrou o comportamento peculiar da agulha magnética, e a análise das suas inclinações e declínios o fez chegar à conclusão de que a terra era um ímã gigantesco. As suas teorias eram seguidas por muitas experiências, como a de localizar uma barra férrea guiado em endereço Norte/Sul, que foi magnetizado pela influência da terra.

No ano 1600, pouco antes da sua morte, escreveu um livro que revolucionou toda uma época, intitulado "De Magnet" difundido mundialmente, a tal ponto que o célebre matemático, filósofo e cientista, o italiano, Galileo Galilei afirma depois de seu estudo: "Eu admiro e invejo profundamente o autor de De Magnet".

Após Gilbert, vários outros cientistas levaram ao cabo experiências importantes, e difundiram suas experiências pelo mundo. Pelo meio do século de XIX, o físico inglês Michael Faraday levou adiante descobertas e revelações verdadeiramente excelentes; a demonstração do comportamento de um ímã ao redor de uma corrente elétrica.

Essas investigações de Faraday enriqueceram a ciência do magnetismo, como o eletromagnetismo, as linhas de força, a polarização rotativa, e a indução eletromagnética, mantendo as suas experiências anotadas com um número acima de 16.000. Faraday também investigou a relação entre o magnetismo e a biologia, sendo considerado como o fundador do Biomagnetismo e a Magnetoquímica; baseou suas experiências em investigações prévias de grandes cientistas, como A. M. Ampere (1775-1836), H. C. Oersted (1777-1851) e J. B. Biot (1774-1862), e demonstrou que toda a matéria é de certo modo magnética, ou seja, toda matéria é atraída ou é repelida por um campo magnético (Araújo, 2000).

1.2-Evolução dos Ímãs Permanentes.

Apesar do homem utilizar ímãs permanentes há muito tempo, esses eram ímãs naturais. Os primeiros desses dispositivos produzidos pelo homem surgiram já no final do século XIX com o avanço das pesquisas científicas na área, a partir das quais foram surgindo, muito lentamente no início, novos materiais para a obtenção de melhores ímãs permanentes (Cullity,1972).

No campo de pesquisa de ímãs permanentes, dividem-se as propriedades que tornam um material viável para aplicação nessa área em dois grupos: propriedades intrínsecas e extrínsecas. As primeiras são aquelas relacionadas à estrutura e composição da fase magnética principal e são independentes da microestrutura do ímã. As propriedades intrínsecas mais importantes para o desenvolvimento de ímãs de alta qualidade são: alta temperatura de Curie (T_c), alta magnetização de saturação (M_s) e alto campo de anisotropia magnetocristalina (B_a). As propriedades extrínsecas são aquelas criticamente dependentes da microestrutura, processamento e alinhamento magnético, e as mais importantes são: indução ou magnetização remanente (B_r) e campo coercivo (H_c).

A evolução cronológica dos ímãs permanentes, desde o final do século XIX até os dias atuais estão apresentadas na Figura 1.1. Essa evolução é medida pelo produto energia máxima ou densidade de energia do ímã $(BH)_{max}$, que é o parâmetro mais usado na classificação desses dispositivos. Esse parâmetro fornece a quantidade de energia máxima por unidade de volume de um ímã permanente, obtida pelo ímã no momento da orientação dos grãos do material por um campo magnético (Araújo, 2000).

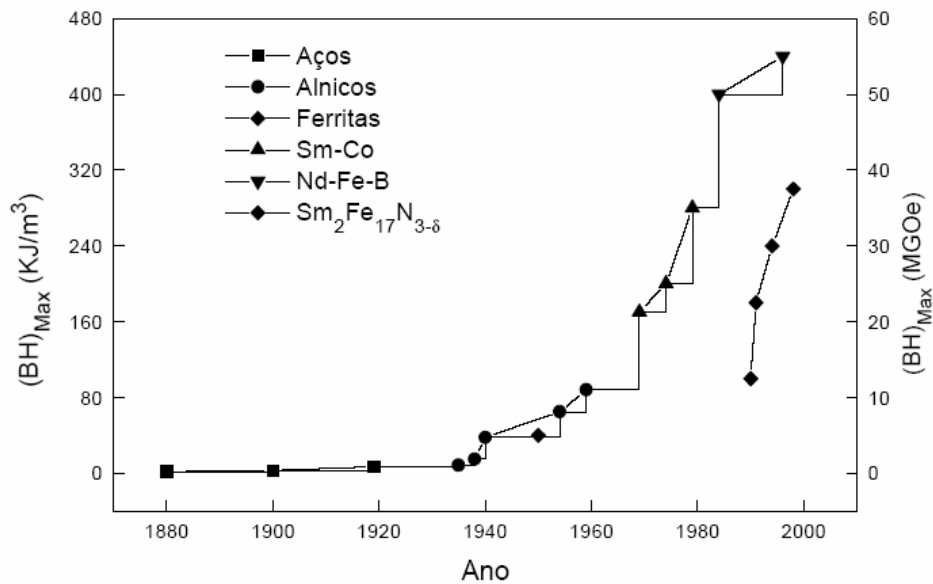


Figura 1.1: Evolução dos ímãs permanentes (Araújo, 2000)

O desenvolvimento dos materiais para aplicação em ímãs permanentes começou com os aços-carbono e aços-carbono com tungstênio e/ou cobalto. Nos aços-carbono, os defeitos estruturais e/ou a presença de uma segunda fase servem de obstáculo ao movimento das paredes de domínios, levando o material a apresentar boas propriedades magnéticas para a aplicação em ímãs permanentes (Jiles,1991 e Cullity,1972).

Posteriormente aos aços magnéticos foi desenvolvida uma família de ligas à base de Fe, Al, Ni e Co e pequenas quantidade de Cu e outros metais. Essas ligas são conhecidas como alnicos. Os alnicos podem ser produzidos por fundição ou por metalurgia do pó e são caracterizados pela alta remanência e baixa coercividade. Nessas ligas, a dureza magnética é proporcionada por uma anisotropia de forma. A grande maioria dos alnicos é baseada em compostos que possuem estrutura cristalina cúbica, que, devido à sua alta simetria, apresentam uma baixa anisotropia magnetocristalina (Cullity,1972).

Uma vez observados pelos pesquisadores que as propriedades magnéticas podiam ser melhoradas a partir da estrutura do material usado, foram realizadas pesquisas nessa direção que levaram ao desenvolvimento, por volta de 1950, de materiais magnéticos duros baseados na anisotropia de forma dos grãos do material. Os primeiros materiais dessa classe foram as

ferritas de bário ($\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) e de estrôncio ($\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$). Essas duas ferritas possuem estrutura hexagonal e uma razoável anisotropia magnetocristalina. Desta forma, o $(\text{BH})_{\text{max}}$ apresentado por essas ferritas é de apenas 40 kJ/m^3 , porém ainda hoje esses materiais têm uma grande importância econômica (Jilles Apud Araújo, 2000). Mais tarde surgiu uma nova classe de materiais magnéticos baseados em terras raras e cobalto (TRCo_5). Essas pesquisas levaram à descoberta da liga com a fase SmCo_5 , cerca de 20 vezes mais magnética que as das ferritas (Cullity, 1972). No entanto, Sm e Co, por serem materiais estratégicos, são matérias-primas bastante caras, de forma que a aplicação desses ímãs em alguns casos é economicamente inviável. Este problema levou a muitas pesquisas, na década de 70, com o intuito de encontrar outros compostos que fossem viáveis economicamente para a produção de ímãs. O resultado dessas pesquisas foi a obtenção de ligas à base de Nd-Fe-B, em especial a fase $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, que apresenta excelentes propriedades magnéticas para aplicação em ímãs permanentes (Faria e Lima, 2005).

Atualmente os ímãs à base de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, podem apresentar $(\text{BH})_{\text{max}}$, de até 350 kJ/m^3 e um custo muito baixo em relação aos ímãs de Sm-Co, chegando a custar metade do preço. No entanto, os ímãs de Nd-Fe-B apresentam baixa estabilidade térmica, pois como sua T_c é de $350 \text{ }^\circ\text{C}$ suas propriedades magnéticas duras decrescem rapidamente com o aumento da temperatura, problema que limita muito a aplicação de ímãs de Nd-Fe-B em temperaturas altas (Faria e Lima, 2005). Outro aspecto relevante é o seu potencial corrosivo em relação aos magnetos de Sm-Co. Os magnetos de neodímio-ferro-boro, embora sendo três vezes mais forte que o Sm-Co, é mais susceptível à corrosão (Vardimon & Muller 1985).

As descobertas destas novas ligas trouxeram enormes benefícios a todas as áreas do conhecimento, incluindo a engenharia, a eletrônica, e até as áreas médicas. O emprego destas ligas magnéticas permitiu a criação de novas opções em terapias odontológicas, especialmente na Ortodontia, onde a sua utilização já é bastante difundida.

1.3-Aspectos Físicos

As propriedades magnéticas macroscópicas dos materiais são consequência dos momentos magnéticos que estão associados aos elétrons individuais. Cada elétron em um átomo possui momentos magnéticos que têm sua origem a partir de duas fontes. Uma está relacionada ao seu movimento orbital ao redor do núcleo (Figura 1.2). Sendo uma carga em movimento, um elétron pode ser considerado um pequeno circuito de corrente, que gera um campo magnético muito pequeno e que possui um momento magnético ao longo do seu eixo de rotação. O outro momento magnético tem origem na rotação do elétron em torno do seu eixo (Figura 1.3). Desta forma, cada elétron em um átomo pode ser considerado como se fosse um pequeno ímã que possui momentos magnéticos permanentes orbitais e de *spin* (Callister-2002).

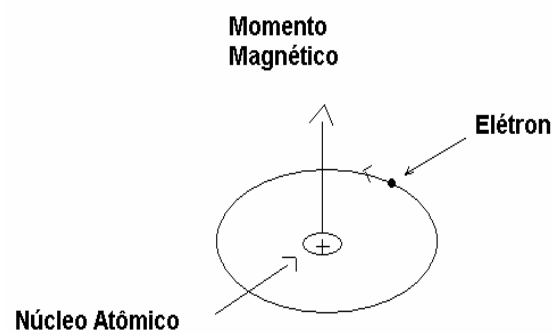


Figura 1.2 – Momento angular orbital do elétron em torno do seu núcleo

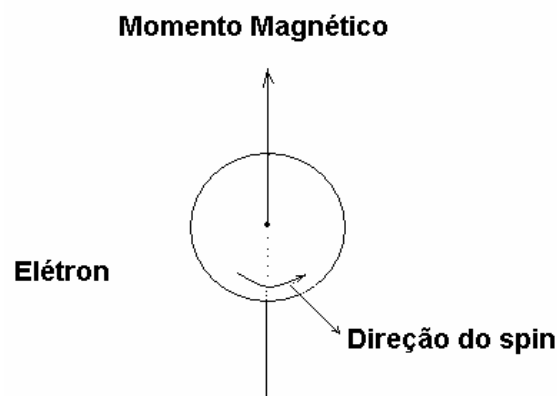


Figura 1.3 – Momento angular de spin – Rotação do elétron em torno do seu próprio eixo.

1.4-Grandezas Magnéticas

O estudo de materiais magnéticos requer o conhecimento de uma série de grandezas, tais como campo magnético (\vec{H}), indução magnética (\vec{B}), magnetização (\vec{M}), permeabilidade magnética (μ), susceptibilidade (χ), campo coercitivo (H_c) e magnetização remanente (M_r) (Resende, 1996).

O campo magnético pode ser expresso por duas grandezas: vetor intensidade de campo magnético (\vec{H}) e o vetor indução magnética ou densidade de fluxo magnético (\vec{B}). O vetor de intensidade magnética (\vec{H}) está relacionado com a corrente que cria o campo (Equação 1) e o vetor de indução (\vec{B}) depende da corrente e da magnetização do meio, segundo a equação (2). A unidade de (\vec{H}) se expressa em A amp-volta/m e (\vec{B}) se expressa em Tesla ou Weber/m².

$$\vec{H} = NI/l \quad (1)$$

$$\vec{B} = \vec{H} + 4\pi \cdot M. \quad (2)$$

onde:

H-Campo magnético aplicado externamente por circuito de corrente.

N-Número de voltas de um solenóide.

l-Comprimento do solenóide

I- Corrente

B- Densidade de fluxo magnético ou campo magnético induzido

M-Magnetização

O comportamento dos materiais num campo magnético externo é determinado pela origem de seus dipolos magnéticos e pela natureza da interação entre eles. O vetor que representa o estado magnético de um material é chamado de vetor de magnetização (\vec{M}). Macroscopicamente o vetor de magnetização (\vec{M}) é definido como o momento de dipolo magnético por unidade de volume conforme equação (3) Como o momento magnético é dado em A/m² e o volume (V) em m³, a magnetização tem como unidade o Am⁻¹

$$\vec{M} = 1/V \cdot \sum \mu_i \quad (3)$$

O parâmetro (μ) é chamado de permeabilidade, que é uma propriedade do meio específico através do qual o campo H passa e onde B é medido. A razão entre B e H é definida como a permeabilidade magnética. A permeabilidade possui dimensões de (Wb/A-m)

A susceptibilidade magnética (χ) é a razão entre a magnetização (\vec{M}) e a indução magnética (B). A susceptibilidade varia de 10^{-5} em materiais fracamente magnéticos até 10^6 em materiais fortemente magnéticos como os magnetos terra raras usados em ortodontia.

$$\chi = \vec{M} / \vec{B} \quad (4)$$

O campo coercitivo (H_c) é definido como o campo inverso necessário para fazer a indução magnética ou magnetização reduzir a zero, ou seja, é a capacidade de um material ferromagnético orientado de resistir à sua desmagnetização. Portanto, quanto maior for o H_c no material, melhor ele é com vistas à fabricação de ímãs permanentes.

O mecanismo da coercividade é determinado tanto pelo processo de fabricação, como pelo material magnético usado na preparação do ímã permanente e está intimamente relacionado com a movimentação das paredes dos domínios, como será observado na Figura 1.4. Definem-se domínios a uma região de volume de um material ferromagnético ou ferrimagnético em que todos os momentos magnéticos atômicos ou iônicos estão alinhados na mesma direção (Callister, 2002).

A indução remanente (B_r) é o valor de B quando H for zero. O limite superior desta propriedade magnética é dado pela magnetização de saturação do material. Ela também depende da orientação cristalográfica dos grãos magnéticos do material. Quanto maior o número de grãos monocristalinos com orientação na direção de fácil magnetização maior será a remanência. O produto energia máximo $(B \times H)_{\max}$ representa a energia máxima por unidade de volume (equação 5) e o seu valor expresso em MGOe, é normalmente usado para indicar a qualidade dos magnetos.

$$H_c = \vec{B} \times \vec{H} \quad (5)$$

O campo magnético pode ser natural ou artificial, estático ou variável. Os campos magnéticos naturais são produzidos por ímãs naturais, como as ferritas e as ligas. Entretanto, os campos magnéticos artificiais de significativa intensidade são aqueles gerados pelos eletrodomésticos como televisão, computadores, e por linhas de alta tensão (Blechman e Smiley, 1978; Kawata *et al*, 1987).

Os campos magnéticos artificiais produzidos por corrente direta são chamados de campos magnéticos estáticos e os produzidos por correntes alternadas conhecidos como campos magnéticos variáveis (Bondemark *et al*, 1995).

Na Odontologia têm sido usados os materiais magnéticos duros, que geram campos magnéticos estáticos ou constantes. Em alguns movimentos dentários em Ortodontia, por exemplo, intrusão de dentes posteriores com magnetos em repulsão, o campo magnético não é somente estático. Dependendo do movimento mandibular, este se torna variável (Bondemark *et al*, 1995).

Os materiais magnéticos são comumente classificados em uma das seguintes categorias: Diamagnéticos, Paramagnéticos, Ferromagnéticos, Ferrimagnéticos e Antiferrimagnéticos (Rezende, 1996).

- **Diamagnetismo:** é uma forma fraca e não permanente de magnetismo, que persiste somente enquanto um campo externo está sendo aplicado (susceptibilidade magnética (χ) pequena e negativa).
- **Paramagnetismo:** é a propriedade de certas substâncias que, colocadas num campo magnético, magnetizam-se na direção do campo. É uma forma fraca e não permanente de magnetismo, cuja susceptibilidade magnética é pequena e positiva.
- **Ferromagnetismo:** é uma propriedade apresentada por certas substâncias que têm magnetização elevada, mesmo na ausência de campos magnéticos externos. Efeitos magnéticos de larga escala, que resultam em materiais comercialmente importantes, ocorrem em átomos ou íons de poucos elementos, como Fe, Co, Ni e algumas terras raras. É o caso dos magnetos utilizados na odontologia. Em materiais contendo estes elementos, os momentos magnéticos atômicos tendem a se alinhar numa mesma direção, atribuindo-lhes uma magnetização permanente (Figura 1.4 a, b, c) (Rezende, 1996).

- **Ferrimagnetismo:** apresenta características magnéticas semelhantes ao ferromagnetismo; mas os momentos magnéticos dos íons destes materiais se alinham de maneira antiparalela, formando assim duas sub-redes com momento magnético resultante permanente. Exemplos deste tipo de material são as ferritas ($MOFe_2O_3$, onde M é um metal divalente).
- **Antiferromagnetismo:** é um fenômeno de pareamento do momento magnético entre átomos ou íons adjacentes, que ocorre em materiais, resultando em um alinhamento antiparalelo com momento magnético resultante nulo.

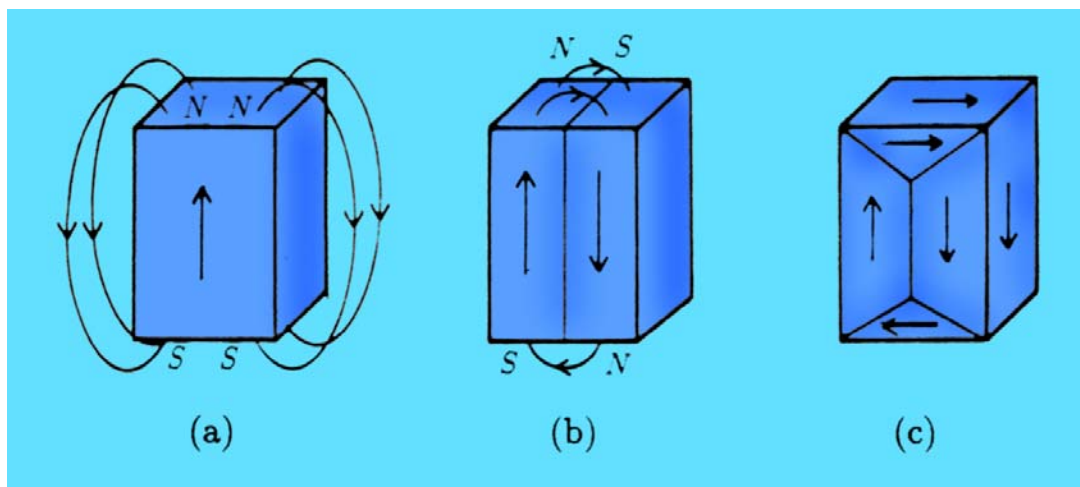


Figura 1.4 – Esquema de Magnetização

- (a) Campo magnético de energia relativamente alta, não estável.
 (b) Campo magnético de energia relativamente menor, também não estável.
 (c) Campo magnético desprezível, estável.

1.5-Curva de Magnetização: Temperatura de Curie.

Pierre Curie, no final do século XIX verificou que a magnetização dos materiais ferromagnéticos, usados na fabricação de magnetos, diminui com o aumento da temperatura e torna-se nula acima de certo valor, chamado de temperatura de Curie (T_c), ou ponto de Curie (Tsutsui *et al*, 1979). Nos ímãs permanentes de $Nd_2Fe_{14}B$ a T_c é em torno de $300^{\circ}C$. No entanto a temperatura contínua máxima, que é a temperatura máxima que um magneto pode ser aquecido sem perder as suas propriedades de magnetização, é de $100^{\circ}C$ por 4.000 horas.

Num material ferromagnético a uma temperatura $T \ll T_c$, os momentos magnéticos tendem a se alinhar na mesma direção, devido à energia de troca, mesmo na ausência de um campo

aplicado externamente. Se este alinhamento se der ao longo de todo o material, a magnetização será uniforme. Neste caso os pólos magnéticos gerados nas extremidades criam um campo macroscópico externo. Este campo tem uma energia relativamente alta, de modo que esta configuração não se mantém em equilíbrio (Fig.1.4a). Se metade da amostra tiver magnetização num sentido e metade noutra, o campo externo será menor e a energia será reduzida aproximadamente à metade do valor como evidenciado na Fig. 1.4b. A Figura 1.4c mostra uma situação de energia ainda menor, pois as linhas de campo se fecham internamente no material e o campo externo é desprezível. As quatro regiões mostradas nesta Figura têm internamente magnetização saturada, porém a magnetização total é nula. Estas regiões são chamadas domínios magnéticos e formam-se espontaneamente para diminuir a energia do sistema.

Do ponto de vista das propriedades magnéticas básicas, os materiais magnéticos são classificados em três grandes classes:

1-Magneto mole, quando parte de sua magnetização desaparece com a retirada do campo magnético. Este desaparecimento ocorre devido à não conservação da orientação magnética dos átomos individuais. As paredes do domínio retornam depois do campo ser removido, desorganizando a orientação magnética. Conseqüentemente, os materiais magneticamente moles possuem alta permeabilidade inicial e baixa coercividade, verificados na curva de histerese da Figura 1.5.

2-Magneto duro, quando sua magnetização é permanente. Esses materiais são usados na fabricação de ímãs permanentes ou magnetos. Sua função é criar um campo magnético fixo numa certa região do espaço, sem a necessidade de uma corrente. Esses magnetos são empregados em dispositivos eletromagnéticos (geradores, motores, etc.), dispositivos eletroacústicos (alto-falantes, fones, aparelhos para deficientes auditivos, etc.), microondas, equipamentos médicos e nas últimas duas décadas vem sendo utilizados na medicina (ortopedia) e na Odontologia (Gilling, 1981). Em termos de comportamento de histerese (Figura 1.5), um material magnético duro possui remanência, coercividade e densidade de fluxo elevada, bem como uma baixa permeabilidade inicial e grandes perdas de energias por histerese. As duas características mais importantes em relação às aplicações para estes materiais são a coercividade e o “produto energético”, designado por $(B \times H)_{\max}$. As suas unidades são A/m ou Oe e J/m^3 respectivamente

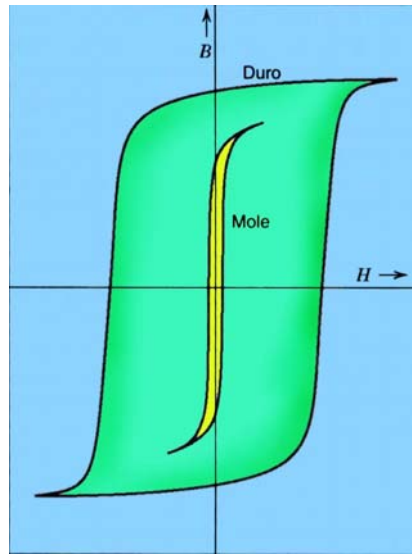


Figura 1.5 - Curva de histerese de magnetos duros e magnetos moles (Callister, 2002).

O material magneticamente duro se diferencia do mole pela sua coercividade, que é a medida da capacidade do material resistir à desmagnetização pela ação do seu próprio campo desmagnetizante ou por campos desmagnetizantes aplicados externamente. Para um material apresentar alta coercividade ele deve possuir alta anisotropia magnética (Figura 1.6) e ter uma microestrutura apropriada. O fenômeno da anisotropia magnética é essencialmente a preferência que as amostras apresentam para magnetizarem numa determinada direção.

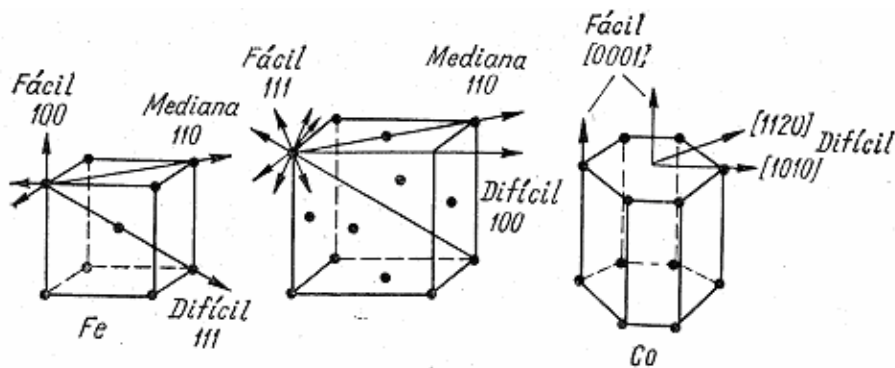


Fig. 1.6 - Direções de magnetização fácil, média e difícil para os cristais de ferro, níquel e cobalto.

Magnetos permanentes com elementos do grupo das terras raras são produzidos pelo processo de metalurgia do pó e fornecem uma alta energia por unidade de volume. O material processado de forma apropriada é moído até compor um pó fino de dimensões entre 3 a 5 μm

que são alinhadas utilizando-se um campo magnético externo e prensadas no formato desejado. A peça é então sinterizada a uma temperatura elevada (1100°C) e submetida a outro tratamento térmico que melhora suas propriedades magnéticas (Callister-2002). Os materiais duros ou ímãs permanentes mais importantes com suas respectivas propriedades, estão descritos na Tabela I.1.

Tabela I.1- Principais propriedades de materiais duros, usados como ímãs permanentes, a temperaturas ambientes (Callister, 2002).

Material	Composição /%	(B)campo magnético Gauss	coercividade Hc /Oe	(BxH)max MG.Oe
AlNiCo	51 Fe,8Al,14Ni,24Co,3Cu	7600	1550	4,5
Ferritas de Bário	BaO6.6Fe2O3	3200	3000	2,5
SamárioCobalto	SmCo5	9200	9.000	21

3-Magnetos intermediários são materiais com características intermediárias entre magnetos moles e duros (Rezende-1996).

CAPITULO II

APLICAÇÃO DOS MAGNETOS EM ORTODONTIA

2.1- Revisão da literatura ortodôntica.

As forças ortodônticas provocam a movimentação dentária utilizando como estímulos mecânicos elásticos, molas, parafusos e outros dispositivos. A atuação destes estímulos desencadeia níveis de forças que, através de alterações biológicas na estrutura dentária e de suporte ósseo, trarão como resultado final a movimentação ortodôntica (Martins, 1991).

Embora todas as alternativas mecânicas atualmente empregadas clinicamente para guiar dentes e bases ósseas à sua normalidade funcional tenham logrado êxitos, novas propostas terapêuticas com materiais magnéticos têm surgido nos últimos anos na Ortodontia, dentre elas, os magnetos miniaturizados das ligas samário-cobalto e neodímio-ferro-boro empregados nas configurações atrativas e repulsivas.

Inicialmente as ligas magnéticas mais empregadas em Odontologia eram feitas em alumínio-níquel-cobalto e platina-cobalto. Estas ligas eram empregadas na fixação de próteses totais (Freedman, 1953), próteses maxilo faciais e também implantados em mandíbulas de pacientes desdentados para retenção de próteses (Javid, 1971).

Duterloo (1995) se reporta à Jef Crefcour (1953) como o ortodontista pioneiro no emprego das forças magnéticas com propostas ortopédicas e ortodônticas e a publicar os seus resultados. Entretanto a inovação no emprego dos magnetos em odontologia veio com a introdução de novas ligas magnéticas nos anos 60 e 80, a base dos elementos terras raras pertencentes à família dos lantanídeos, como as ligas de samário-cobalto (SmCo_5) e neodímio-ferro-boro ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$). Os pioneiros na utilização de forças magnéticas na Ortodontia foram Blechman & Smiley (1978) e Muller (1984), que buscavam principalmente obter um sistema de forças que eliminasse a necessidade de cooperação dos pacientes para produzir forças intermaxilar, intramaxilar e extra-bucal. No entanto, várias experiências clínicas demonstraram que, além da ausência de cooperação, o uso de magnetos tem proporcionado movimento dentário rápido, sem o aumento da mobilidade e do desconforto observados nos mecanismos convencionais (Blechman 1985, Kawata *et al.* 1987, Blechman e

Steger, 1995). Este trabalho trouxe à ortodontia um estímulo às novas pesquisas nesta área tanto no que se refere à criação de novas ligas para aprimorar a eficácia dos magnetos, quanto na expansão de sua utilidade clínica.

Posteriormente, diversos trabalhos clínicos sobre retração dentária anterior (Blechman e Smiley 1978; Blechman, 1985), distalização dos caninos (Daskalogiannakis e McClachan, 1996); fixação de próteses (Springate e Sandler, 1991); intrusão de dentes posteriores na correção da mordida aberta anterior (Dellinger, 1986, Darendeliler *et al*, 1995), expansão maxilar (Darendeliler & Joho 1993; Vardimon *et al.*, 1987); correção da relação de classe II (Blechman, 1985; Vardimon *et al* 1989; Vardimon *et al*; 1987); distalização dos molares (Itoh *et al.*, 1991; Blechman e Steger, 1995; Bondemark e Kurol, 1992; Moro *et al.*, 1995; Gianelly e Vaitas, 1988; Itabaiana Sobrinho *et al*, 2002); correção da apnéia do sono (Bernhold, *et al*, 1998; Anat *et al.*, 2001), correção da classe III (Darendeliler, 1993); extrusão de cotos radiculares (Mc Cord e Harvie 1984, Bondemark, 1997); desimpactação dentária (Vardimon, 1991, Darendeliler & Friedli, 1994; Sandler, 1994; Yuksel, *et al* 1995, Itabaiana Sobrinho *et al*, 2006) intrusão dos molares superiores (Hyeon; Ki, 2001; Woods e Nanda, 1988), mostraram aplicação clínica de magnetos demonstrando uma eficácia significativa quanto ao movimento ortodôntico e ortopédico, além de verificarem uma biocompatibilidade adequada.

Segundo Graber (1999), a razão da introdução dos magnetos no arsenal dos dispositivos mecânicos ortodônticos, baseia-se na necessidade de se diminuir a incidência de fracassos nos tratamentos realizados com alguns aparelhos convencionais. A suposição de que o sistema magnético pode prover uma resposta para estes problemas está relacionada com as características singulares das forças de atração magnéticas, quando comparadas com a mecanoterapia convencional como, por exemplo, a relação força-volume (F/V). Os magnetos das ligas (SmCo_5) e ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) são 20 vezes mais fortes que os magnetos de alumínio-níquel-cobalto. Assim, com as ligas terras raras, para uma mesma magnitude de força, pode ser empregada uma unidade magnética 20 vezes menor, aspecto relevante devido aos espaços reduzidos da cavidade bucal. Entretanto o neodímio-ferro-boro embora sendo três vezes mais forte que o samário-cobalto, é 240 vezes mais susceptível a corrosão do meio bucal (Vardimon & Muller 1985). Outra característica importante dos magnetos é a máxima força a curta distância. Ao contrário das forças geradas por elásticos, molas e parafusos, que atuam de acordo com a lei de Hooke ($F \propto d$), onde F é diretamente proporcional à distância d, a força magnética é proporcional ao inverso do quadrado da

distância ($F \propto 1/d^2$) mostrada na curva exponencial da Figura 2.1. Este fato é de importância clínica nas mecânicas magnéticas atrativas.

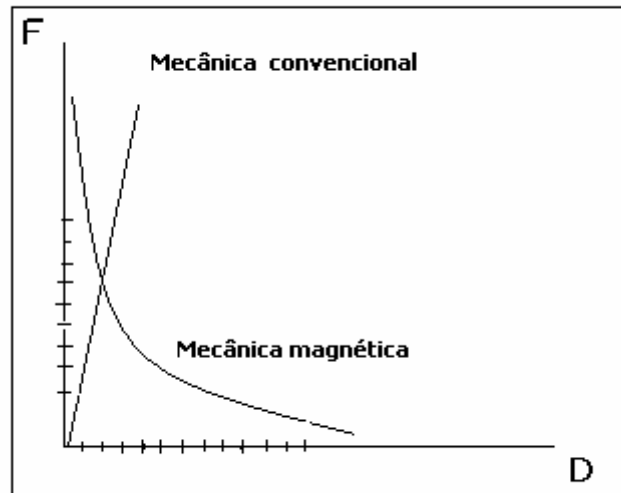


Figura 2.1-Analogia das forças convencionais (linha reta) e magnéticas (curva exponencial)
(Adaptado do Graber, 1989).

O francês Charles A. Coulomb, em 1784, foi o primeiro cientista a estudar quantitativamente as forças magnéticas, investigando experimentalmente a força (F), de atração ou repulsão entre pólos magnéticos, usando uma balança de torção. Assim, esta interpretação magnética é descrita pela lei de Coulomb e pode ser expressa pela equação (2.1)

$$F = \frac{p_1 \cdot p_2}{\mu} \cdot \frac{1}{d^2} \quad (2.1)$$

Onde:

p_1 e p_2 são as intensidade dos pólos

d distância entre os pólos

μ constante de proporcionalidade que depende do meio e das unidades escolhidas.

Na literatura ortodôntica (Vardimon, et al, 1991; Bondemark et al, 1994) foi empregado a lei de Coulomb para representar a variação das forças com a distância ($F \sim 1/d^2$)

No meio bucal todos os materiais metálicos estão expostos a tensões e devem estar aptos para receber e transmitir as forças ortodônticas, mas também devem resistir às ações dos fluidos bucais no que diz respeito à oxidação e corrosão.

Corrosão é um processo químico ou eletroquímico através do qual um metal é atacado por agentes naturais, ar, água e outras substâncias resultando em uma dissolução, deteriorização ou enfraquecimento parcial ou completo de qualquer substância sólida (Callister, 2002). Os metais são geralmente mais susceptíveis a tais ataques devido a sua reação eletroquímica (Phillips, 1998). O fenômeno exato da corrosão é, muitas vezes, complexo e não completamente entendido (Callister, 2002). Quanto menos homogêneo for a liga e mais complexo for o meio, mais complicado será o processo de corrosão. A composição, o estado físico e a condição da superfície do metal, bem como os componentes químicos dos meios circundantes, determinam a natureza das reações de corrosão (Phillips, 1998).

Apesar de mostrarem-se eficazes em seu desempenho clínico e apresentarem uma biocompatibilidade adequada, a maioria dos autores em seus trabalhos considerou o potencial corrosivo dos magnetos no meio bucal (Vardimon e Muller, 1985; Blechman e Steger, 1995). Diversos autores (Wilson *et al*, 1996; Noar, 1999; Vardimon *et al*, 1991), propuseram um revestimento polimérico empregando parylene (poli-para-xilene) sobre os magnetos, empregando camadas duplas e triplas para proteção contra corrosão no meio bucal. Verificaram, que as camadas deste revestimento conferiram uma boa resistência à corrosão em soluções ácidas, entretanto, os revestimentos mostraram-se frágeis nos testes mecânicos.

Tsutsui *et al* (1979), recomendaram um revestimento dos magnetos com cromo para coibir o processo de corrosão.

Kitsugi *et al* (1992) verificaram perdas consideráveis de forças magnéticas dos magnetos ortodônticos de neodímio-ferro-boro e samário-cobalto testados em soluções ácidas preconizadas para testes bucais de ligas metálicas. Neste trabalho foi utilizado com êxito um revestimento em aço inoxidável. Noar *et al* (2003), testou o comportamento corrosivo de magnetos de $Nd_2Fe_{14}B$, em meio contendo saliva e amálgama. Observaram uma perda de massa do magneto na ordem de 0,032% quando em contato apenas com saliva.

Mancini *et al* (1999), verificaram o efeito da relação espacial sobre as forças magnéticas e densidade de fluxo magnético pela alteração das distâncias entre os pólos nos planos transversal, vertical e horizontal. Empregaram magnetos de Nd₂Fe₁₄B cilíndricos com dimensões 4.0 x 2.0 mm, em diferentes distâncias e ângulos. Os autores observaram que os níveis de forças desenvolvidos pelos magnetos são suficientes para induzir mudanças bioquímicas e celulares que são requeridas na movimentação ortodôntica. Perceberam também um declínio do nível de forças magnéticas e da densidade de fluxo magnético à medida que os pólos magnéticos se afastavam e aumentavam o ângulo entre eles.

Cerny *et al* (1978), também testaram uma inclinação progressiva de dois magnetos retangulares e observaram o comportamento das forças magnéticas com o aumento do ângulo entre os pólos. Verificaram que em um ângulo de 0° entre os pólos a força desenvolvida pelos magnetos era de 1,2N e decaiu para 0,9N em um ângulo de 20°.

É portanto, vasto o emprego do campo magnético em Ortodontia e ortopedia facial. No entanto, faz-se necessário compreender e inibir o processo corrosivo decorrente das interações do meio bucal com os materiais magnéticos. O aprimoramento dos magnetos trará uma nova alternativa à Ortodontia, no que concerne a aspectos mecânicos, estéticos e uma melhor compatibilidade no meio bucal.

Outros aspectos que vem sendo discutidos nestes últimos anos se referem aos efeitos biológicos locais e sistêmicos.

A premissa básica para o emprego de magnetos na terapia ortodôntica e ortopédica segundo Blechman & Smiley (1978), baseou-se na busca de um sistema que gerasse forças contínuas, que fosse independente da cooperação dos pacientes e que provavelmente reduzisse o tempo de atendimento ao paciente. Os primeiros trabalhos científicos destes autores foram direcionados para avaliar os possíveis efeitos biológicos dos materiais magnéticos, não levando em consideração a sua efetividade clínica.

Blechman & Smiley (1978), examinando uma amostra de vísceras e tecidos de gatos submetidos a experimentos com campos magnéticos, não detectaram nenhuma anormalidade após nove meses de experimentos. Cerny (1978), utilizando da estrutura dentária e do

periodonto de cachorros, acoplou um magneto de samário-cobalto na região próxima ao colo dentário. Avaliando os resultados seis meses depois não se evidenciou alteração de reparação ou formação de dentina secundária em nível pulpar e mucosa bucal. O periodonto, a gengiva e o osso alveolar se mantiveram íntegros.

Progressos consideráveis em ortopedia foram obtidos através do uso de campos magnéticos estáticos e pulsáteis no tratamento de consolidação de fraturas em ossos longos em humanos (Basset et al, 1974). Fraturas de ossos longos submetidos à força de compressão magnética atualmente são curadas sem a usual formação do calo ósseo preliminar, restaurando mais rapidamente a estrutura óssea. Segundo Graber (1997), existem documentados na literatura médica tratamentos mais rápidos e seguros de fraturas em 39.000 pacientes que empregaram eletromagnetos sobre a área da fratura.

Gerling *et al* (1985), avaliaram a possibilidade de estimular as zonas condilares (mandíbula) de crescimento em animais (coelhos), visando um aumento do crescimento do corpo mandibular. Campos magnéticos pulsáteis com frequência de 100 hertz foram aplicados nos côndilos por um período de 8 horas por dia, durante 10 e 30 dias. Eles observaram ao final de 10 dias de exposição magnética, um incremento na vascularização da área, secreção de matriz intercelular cartilaginosa, aumentos de condrócitos, bem como a formação de tecido ósseo cartilaginoso. Para os autores os resultados sugerem que é possível afetar a cartilagem condilar e o metabolismo ósseo através de aplicação de campos eletromagnéticos pulsáteis.

Avaliando uma amostra de tecido ósseo alveolar e epitélio gengival da cavidade bucal de macacos expostos a campos magnéticos Linder-Aronson *et al* (1995), notaram alterações celulares em ambos os epitélios examinados. Os autores não descartaram a possibilidade das mesmas serem provenientes de produtos corrosivos das ligas magnéticas empregadas. A Organização Mundial de Saúde (OMS) recentemente sugeriu que campos magnéticos abaixo de dois Teslas não provocam nenhum efeito significativo sobre a saúde. Entretanto, algumas considerações teóricas e alguns estudos experimentais, mostram que exposições a campos magnéticos maiores que cinco Teslas podem ser comprometedores (Bondemark *et al* 1995).

Darendeliler *et al* (1995), mostraram através de pesquisa em animais, que a taxa de movimentação ortodôntica avaliada em presença de campos magnéticos pulsáteis e estáticos foi significativamente maior que em presença de forças convencionais. Ambos os grupos de

dentos movidos por forças magnéticas mostraram um aumento na organização e na quantidade de osso novo entre eles. No exame hematológico, a química sanguínea demonstrou uma redução dos níveis de cálcio sérico, devido ao aumento da taxa de osteogênese e um aumento das células brancas, como resposta a produtos corrosivos dos materiais magnéticos.

Kawata *et al* (1987) e Blechman e Steger (1995), também observaram um aumento da velocidade do movimento dentário, ausência de mobilidade dos dentes e ausência de sintomas dolorosos. Estes achados clínicos têm sido atribuídos aos efeitos dos campos magnéticos estáticos gerados pelos magnetos, entretanto, o mecanismo envolvido para produzir tais efeitos ainda não é totalmente conhecido. A ausência de desconforto e baixa mobilidade dentária também foi observada por Graber (1999). Para o autor sendo a reabsorção óssea mais rápida do que a deposição, um aumento da mobilidade dental é frequentemente observado com o uso de forças convencionais. Apesar do movimento ser rápido, a redução na mobilidade reportada com o uso dos campos magnéticos pode ser explicada por uma taxa osteogênica pelo menos igual à taxa de reabsorção. A utilização de campos magnéticos provavelmente promove a aceleração tanto das taxas de osteogênese quanto de reabsorção. Segundo Blechman e Steger (1995), o fenômeno reabsorção/osteogênese pode estar ocorrendo na membrana celular bilaminar. Através desta organela o sinal pode ser ampliado, resultando em uma aceleração da fosforilação de enzimas específicas. Estas são responsáveis pela ativação de proteínas que aceleram certas funções celulares, que estavam normalmente programadas. Para os osteoblastos, por exemplo, este mecanismo poderia acelerar o padrão de osteogênese.

Yamaguchi *et al* (1992), expuseram fibroblastos da gengiva humana a campos magnéticos homogêneos de dois Teslas por um período que variou de 6 a 8 meses e observaram que a atividade glicolítica, o crescimento celular bem como a sua morfologia não sofreram alterações importantes.

Entretanto, braquetes magnéticos ortodônticos produzindo um campo de 130G (0,13T) influenciaram a flora microbiana estimulando significativamente o crescimento de *Candida albicans* no período de 24 horas (Staffoliani, 1991).

A literatura concernente ao mecanismo de ação dos campos eletromagnéticos, aplicados à ortopedia e demais áreas médicas está repleta de relatos contraditórios. Isso é atribuído à ausência de dados suficientes para a repetição dos estudos e a ausência de conhecimentos do campo em geral. Entretanto, a despeito desse problema, existe uma ampla evidência do sucesso clínico de algumas dessas modalidades de tratamento incluindo a Ortodontia.

CAPÍTULO III

TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÕES

Neste capítulo serão descritas as técnicas de caracterizações para o estudo das amostras de magnetos de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ recobertos em ouro e em prata por deposição eletrolítica.

Para monitorar a evolução estrutural e composicional dos materiais utilizou-se as técnicas de difração de raios X, análise térmica DTA/TG e microanálise utilizando microsonda EDS. As características morfológicas foram monitoradas por microscopia eletrônica de varredura. A dosagem do elemento Fe liberado na solução de ácido láctico durante os testes corrosivos foram determinados por espectrometria de absorção atômica.

3.1-Difração de Raios X

O fenômeno da difração por cristais resulta de um processo de espalhamento no qual raios X são espalhados por elétrons dos átomos que constituem os cristais. A difração resultante de um cristal é uma propriedade característica da substância e permite chegar a uma completa elucidação da estrutura do mesmo. A análise dos picos de difração conduz ao conhecimento do tamanho, forma e orientação da cela unitária (Bish e Reynolds, 1989)

Da mesma forma que a luz visível, os raios X são ondas eletromagnéticas e, como tal, são acompanhadas por uma variação periódica do campo elétrico. Quando um feixe de raios X encontra um elétron em sua trajetória podem ser observados fenômenos de espalhamento elástico. No espalhamento elástico, o elétron tem, após o choque, as mesmas características do feixe incidente, ou seja, ele próprio é uma fonte de ondas eletromagnéticas (Bish e Reynolds, 1989). Desta interação resulta uma nova frente de ondas esféricas de raios X, tendo o elétron como origem. Devido a isto, é dito que o elétron espalha o feixe original. Como o átomo é circundado por uma nuvem de elétrons, as ondas espalhadas por eles se combinam de modo que o efeito de espalhamento do átomo pode ser considerado como provocado por uma fonte puntual de raios X espalhados. A intensidade da radiação espalhada depende do número de elétrons no átomo, de como estes elétrons se encontram distribuídos por todo o volume atômico e da direção da radiação.

Quando um material é submetido à radiação X, uma parte da radiação incidente é espalhada pelos átomos que constituem o material. Os fótons espalhados pelos átomos individuais se superpõem e geralmente se cancelam. No entanto, quando os átomos têm uma estrutura ordenada, como uma estrutura cristalina, os fótons espalhados em certas direções podem ser amplificados pela somatória de suas frentes de onda e diz-se, então, que a radiação foi difratada. Matematicamente, esse efeito pode ser descrito como uma “reflexão” de raios-X de comprimento de onda λ incidindo segundo um ângulo θ em conjunto de planos reticulares separados por um espaçamento d , conhecida como equação de Bragg (3.1), Figura 3.1.

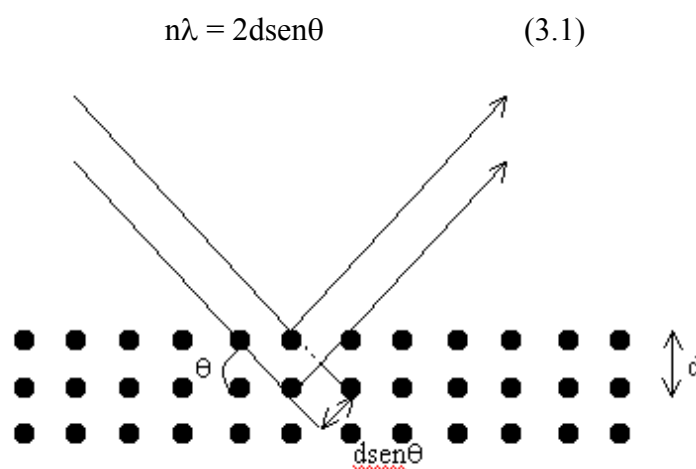


Figura 3.1- Esboço do fenômeno de difração

Em um difratômetro padrão, a radiação difratada é registrada como uma função do ângulo de difração 2θ e um valor d calculado para cada reflexão através da equação de Bragg.

Em uma substância cristalina, os raios X difratados pelos átomos que a constituem dão informação sobre a estrutura interna desse material. Os difratogramas são característicos e podem, na maioria dos casos, identificar a substância sob estudo.

3.2-Análise Termométrica

Uma definição geralmente aceita de análise térmica é: “Um grupo de técnicas nas quais uma propriedade física de uma substância e/ou de seus produtos de reação é medida em função da

temperatura enquanto a substância é submetida a um programa de temperatura controlada”. Esses métodos têm usos bastante amplos tanto em controle de qualidade como em pesquisa de produtos industriais como polímeros, materiais farmacêuticos, minerais, metais e ligas. Incluem a TGA (Thermogravimetric analysis), a DTA (Differential thermal analysis) e a DDTA (Derivate diferencial thermal analysis) (Meyer *et al*, 1994).

Em uma análise termogravimétrica (TGA) a massa de uma amostra, em uma atmosfera controlada ou não, é registrada continuamente como uma função de temperatura ou tempo, quando a temperatura da amostra é aumentada (usualmente linearmente com o tempo). O gráfico da massa ou da percentagem em massa como função do tempo é chamado de curva termogravimétrica ou curva de decomposição termal. A termogravimetria fornece dados sobre a decomposição térmica, reações de oxidação, vaporização, sublimação e dessorção de uma amostra. Na análise DTG se determina as temperaturas das variações ocorridas, através da primeira derivada da curva TG (Meyer *et al*, 1994).

De acordo com o “Composite Material Glossary”, a análise termodiferencial (DTA) é um método analítico no qual a amostra e um material de referência são aquecidos simultaneamente a uma taxa linear, cada qual tendo seus sensores de temperatura e registradores. As mudanças de energia termal, tanto endotérmicas como exotérmicas, as quais ocorrem durante o aquecimento, são registradas graficamente. Este termograma fornece dados sobre as transformações químicas e físicas que ocorreram, tais como fusão, sublimação, transições cristalinas ou vítreas e cristalização.

3.3-Microanálise Eletrônica

3.3.1- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A coluna do microscópio eletrônico consiste de um canhão eletrônico e duas ou mais lentes eletrônicas operando sob vácuo. O canhão produz uma fonte de elétrons e acelera esses elétrons a uma energia na faixa de 1 a 40 keV. Lentes eletrônicas são usadas para reduzir o diâmetro da fonte de elétrons e para posicionar um pequeno e focalizado feixe de elétrons sobre a amostra. A maioria dos MEV (Figura 3.2) pode gerar um feixe de elétrons com um diâmetro da ordem de 10 nm (100 Å), na superfície da amostra, e ainda conter corrente suficiente para gerar uma imagem aceitável.

Para produzir contraste em uma imagem, a intensidade do sinal produzido na interação feixe-amostra deve ser medida ponto a ponto na superfície da amostra. A função do sistema de deflexão é fazer o feixe varrer uma linha e então se deslocar para a próxima linha de varredura de modo que uma área retangular na amostra seja varrida em sincronia com a varredura no display de imagem. A magnificação da imagem da amostra é uma razão do tamanho linear da tela de visualização para o tamanho linear da varredura na amostra.

A interação do feixe de elétrons com a amostra gera vários sinais os quais podem ser usados para modular a intensidade do sinal no display de visualização e produzir uma imagem. Os dois sinais mais frequentemente usados para produzir imagens são os elétrons secundários e os elétrons retroespalhados. Os elétrons secundários são detectados por um detector do tipo Everhart-Thornley que consiste, basicamente, de um cintilador e um tubo foto-multiplicador. Os elétrons retroespalhados são coletados por um par de detectores do tipo semiconductor colocados imediatamente acima da amostra.

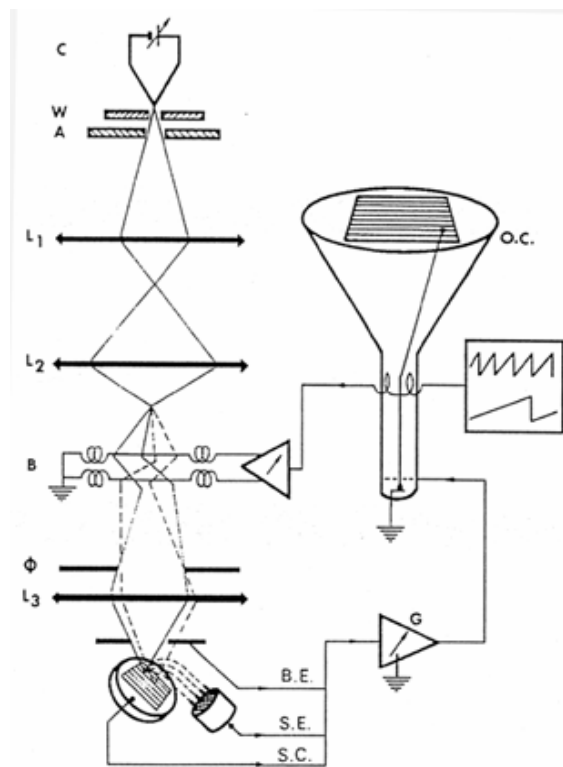


Figura -3.2: Diagrama esquemático de um MEV

Embora o MEV seja restrito em operação e aplicação, devido ao seu meio de “iluminação” (feixe de elétrons) e ao seu meio de operação (vácuo), é efetivo para estudos morfológicos. A microscopia eletrônica de varredura permite visualizar as amostras até um aumento de 300.000x e realizar análises morfológicas dos materiais. Vários acessórios podem ser acoplados ao MEV para se obter informações estruturais e de composição. Entre eles: os espectômetros de raios X, detector de elétrons retroespalhados, detector de elétrons absorvidos, detector de elétrons transmitidos, detectores de cátodo-luminescência, platinas de aquecimento e resfriamento, etc.

3.3.2-Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Um espectrômetro EDS consiste de um detector de estado sólido (diodo) o qual coleta o espectro completo de raios X e o transfere para um analisador multicanal que, por sua vez estoca as diferentes linhas espectrais como uma função de sua energia. Na Figura 3.2 tem-se esquematicamente a estrutura de um espectrômetro EDS. Este tipo de equipamento nos permite analisar a composição dos materiais.

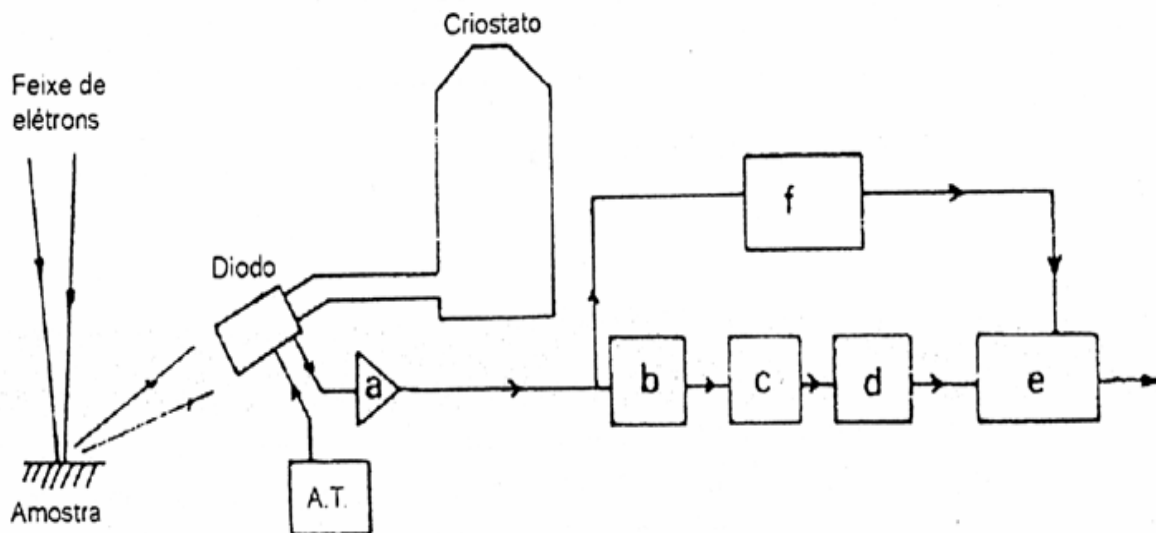


Figura 3.3 - Esquema de um espectrômetro de raios X de dispersão de energia: a) pré-amplificador; b) amplificador; c) restaurador de linha de base; d) conversor analógico-digital; e) analisador multicanal; f) rejeição de empilhamento de pulso.

3.3.3-Espectroscopia de dispersão de comprimento de ondas (WDS)

No espectrômetro de comprimento de onda, a separação dos raios X de diferentes energias se dá utilizando-se o caráter ondulatório do foton que é analisado através de difração. A Lei de Bragg relaciona a distância interplanar ao comprimento de onda de uma radiação difratada por um cristal, estabelecendo ângulos em que as interferências dos vários comprimentos de onda são construtivas, e em que são produzidos picos muito afilados e bem definidos. O espectrômetro de comprimento de onda consiste de um sistema mecânico de alta precisão que estabelece os ângulos entre amostra, o detetor e um monocristal difrator, cujo objetivo é direcionar os raios X difratados em vários ângulos conforme seja seu comprimento de onda. Para que seja possível medir raios X de diferentes energias (diferentes comprimento de onda), a posição do cristal difrator e do detetor devem ser modificados mecanicamente em relação a amostra, para que haja alteração nos ângulos de detecção. Para que possa cobrir todo o espectro de comprimento de onda dos raios-X (6,8nm para a raia K do Boro até 0,092nm da raia L do Urânio) é necessário usar vários tipos de cristais difratores, sendo que um espectrômetro normal tem quatro cristais difratores intercambiáveis.

3.4- Medidas de magnetização e forças magnéticas.

Parâmetros magnéticos tais como remanência, coercividade e produto energético máximo foram fornecidos pelo fabricante. Um estudo detalhado das forças magnéticas de atração e repulsão entre os magnetos foi realizado levando em consideração as distâncias e angulações dos magnetos. Foram empregados para os testes de forças atrativas e repulsivas, uma balança de precisão, uma barra de aço e um traçador de alturas. As medidas do campo magnético foram realizadas utilizando uma sonda Hall. A sonda Hall é um dispositivo semiconductor que, devidamente alinhado por uma fonte de corrente contínua, permite a medida de tensões chamadas tensões Hall (VHall) que são proporcionais ao campo magnético na posição central da sonda.

3.5-Espectrometria de Absorção Atômica

A espectrometria de absorção atômica é um método de doseamento de elementos presentes em solução que se baseia no fato de os átomos dos diferentes elementos absorverem energia a

comprimentos de onda característicos e de que a absorvância (A), é proporcional à concentração atômica (Lei de Beer), segundo a equação abaixo.

$$A = k l c$$

Em que c representa a concentração da espécie absorvente, k a sua absorvidade (para um dado comprimento de onda, característica da espécie) e l o percurso óptico, o qual, no caso concreto da absorção atômica, corresponde à largura da chama. A solução a ser analisada é aspirada e no nebulizador, convertida num aerosol. Durante esse processo, ocorre simultaneamente uma mistura da amostra com um gás combustível (habitualmente o acetileno) e com um gás oxidante (geralmente o ar ou o óxido nítrico). A fração da mistura constituída por gotas com uma adequada distribuição de tamanhos (10 μm ou menos) é conduzida para o queimador. No queimador, devido à elevada temperatura da chama (2300 ou 3200 K, respectivamente, para a chama de ar/acetileno e para a chama de óxido nítrico/acetileno), o solvente é evaporado e as pequenas partículas que se formam são fundidas e vaporizadas. O vapor é constituído por uma mistura de compostos que tendem a decompor-se em átomos. Estes são sujeitos a uma fonte de radiação adequada (normalmente, lâmpada de cátodo oco correspondente ao elemento que se pretende dosar) e é medida a absorção a um determinado comprimento de onda.

CAPÍTULO IV

METODOLOGIA

Para uma melhor avaliação dos materiais utilizados empregou-se a seguinte metodologia.

4.1-Materiais

Foram empregados 16 magnetos cilíndricos da liga neodímio-ferro-boro (Shezen Ningbo Magnetic Co. Ltda) com dimensões $h=1.5$ mm, $\varnothing=4.0$ mm e $m=0.12$ g previamente recobertos em prata e em ouro através de deposição eletrolítica (Figura 4.1). Optou-se pelos elementos Au e Ag para esta deposição eletrolítica por serem provavelmente os de maior resistência à corrosão no meio bucal e por serem biocompatíveis.



Figura. 4.1 - Magnetos de neodímio-ferro-boro recobertos em prata e em ouro.

De uma amostragem total de 16 magnetos (Figura 4.1), quatro recobertos em prata e quatro magnetos recobertos em ouro foram desmagnetizados inicialmente para a realização dos testes de caracterizações iniciais objetivando o conhecimento de informações a respeito de suas

estruturas e propriedades. Optou-se pela desmagnetização das amostras para que não houvesse interferência do campo magnético com os equipamentos empregados nas análises. A desmagnetização foi feita colocando os magnetos sobre uma chapa de alumínio e aquecendo-os a uma temperatura de 200°C num intervalo de 60 minutos.

4.2 Métodos: Caracterização inicial estrutural, morfológica e magnética da liga magnética de neodímio-ferro-boro (Nd₂Fe₁₄B) para emprego ortodôntico.

4.2.1 Difractometria de raios X.

A difratometria de raios X pelo método do pó foi realizada em um difratômetro de raios X de fabricação Rigaku, modelo Geigerflex, semi-automático e tubo de raios X de cobre. As condições de operação do difratômetro de raios X foram: fator de escala (8×10^3), constante de tempo (0,5 s), velocidade do registrador (40 mm/mim), velocidade do goniômetro (80 2 θ /min), intensidade de corrente (30 mA) e tensão (40 kV). Foi empregado um padrão de quartzo para a calibração do difratômetro de raios X para os estudos de identificação das fases cristalinas.

Optou-se pela moagem das amostras em um gral de ágata até a condição de pulverizada (pó), numa tentativa de se analisar o substrato das amostras através de uma maior homogeneidade das mesmas. Não foi possível estabelecer uma granulometria específica.

O percentual apresentado de fases foi feita através de uma comparação relativa das intensidades máximas entre as fases identificadas. A identificação das fases cristalinas foi obtida por comparação do difratograma das amostras com o banco de dados da ICDD – International Center for Diffraction Data / Joint Committee on Powder Diffraction Standards.

4.2.2 Análise térmica (TG/DTA)

As transformações em função da temperatura foram determinadas usando a análise térmica diferencial (DTA) e a análise termogravimétrica (TG), em um equipamento TA instruments, modelo SDT 2960. Os experimentos foram realizados utilizando em torno de 10 mg de amostra pulverizada em cadinhos de alumina, de 25°C a 1400°C, com uma taxa de

aquecimento de $10^0\text{C}/\text{min}$, fluxo de ar, sem preparação previa das amostras. O aparelho é calibrado periodicamente com alumina inerte.

4.2.3-Microscopia eletrônica de varredura e microsonda eletrônica EDS / WDS

As microanálises e micrografias foram realizadas nos equipamentos JEOL JSM, modelo 840A e JEOL JXA, modelo 8900RL, equipados para análises de espectrometria de dispersão de energia (EDS), dos Laboratório de Microanálise (UFMG) e DEGEO/UFOP, respectivamente. As imagens da microestrutura foram obtidas por elétrons secundários e retroespalhados.

Elétrons retroespalhados apresentam imagem com menor resolução que dos elétrons secundários; pois são refletidos principalmente por colisões elásticas, de uma profundidade de 300 e 400 Å. Estes elétrons têm energia alta, variando de 0 até a tensão de aceleração (E_0), com um pico na faixa de $0.8-0.9 E_0$ para alvos com número atômico médio a alto. Imagens para estudo da morfologia são obtidas por elétrons secundários, que apresentam baixa energia, 50 eV, e emergem de uma profundidade de 100 a 200 Å. Sua emissão depende sensivelmente da topografia da superfície da amostra e apresenta imagem com boa profundidade de foco para aumentos entre 10 e 100000x.

Para a caracterização inicial de topografia e composição, incluindo mapeamento por elementos, magnetos recobertos em ouro e em prata novos foram seccionados longitudinalmente e embutidos em baquelite a frio e recobertas de carbono. Nos estudos de corrosão, as amostras foram fixadas em fita colante de carbono e recobertas com ouro.

4.2.4 -Medidas de forças magnéticas.

Para a realização dos experimentos força/distância e medidas do campo magnético nos eixos x, y e dependência angular foram empregados dois magnetos recobertos em prata e dois magnetos recobertos em ouro, magnetizados. As medidas de F_{xd} vão mostrar se os valores destas forças são suficientes para a movimentação dentária em função das distâncias dos magnetos no meio bucal.

Esta verificação foi feita em 2 experimentos: No primeiro experimento foi empregado uma balança de precisão, um traçador de alturas e dois magnetos $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (Figura 4.2). Mediu-se a força magnética entre dois magnetos posicionados em atração. Um dos magnetos foi fixado ao traçador de altura, que é um sistema de translação vertical dotado de uma mecânica que permite a determinação de alturas com precisão de 10^{-4} mm. O outro magneto foi fixado em um bloco de aço não magnético, pesando 300g (o menor peso que propiciava a estabilidade do magneto na bandeja da balança de precisão), o qual foi posicionado sobre a balança. Este dispositivo permite registrar uma diminuição da massa da barra de aço em função da distância intermagnetos numa configuração atrativa. O mesmo experimento será realizado na configuração repulsiva. O erro de medidas do aparelho foi de 5%.



Figura 4.2 - Balança de precisão acoplada ao traçador de altura.

No segundo experimento, medida da variação do campo magnético, foram empregados dois magnetos em configuração atrativa: o primeiro foi posicionado em uma haste vertical fixa e o segundo adaptado a um posicionador triaxial. As medidas nos eixos x e y foram feitas em (mm) e a dependência angular θ (graus) (Figura 4.3).

O posicionador possui movimentos de translação vertical, horizontal e transversal. As variações do campo magnético foram medidas através de uma sonda Hall (Figura 4.4) interposta aos dois magnetos.

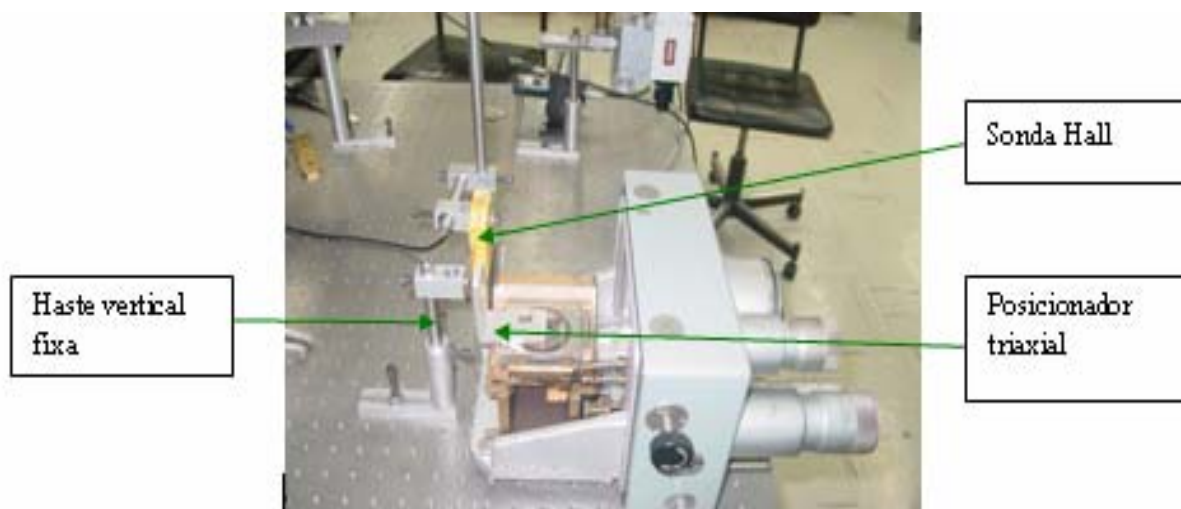


Figura 4.3 – Posicionador triaxial x, y, z

As tensões foram medidas com um voltímetro Keithley 2000 (Figura 4.5) e a corrente foi fornecida por uma fonte AGILENTE 3140. A ação sobre o posicionador triaxial é feita através de um conjunto de parafusos micrométricos acoplados ao próprio dispositivo. As medidas de tensão V_{Hall} foram feitas através de uma interface IEEE488-2 acoplada ao computador de aquisição de dados. As posições dos parafusos lidas diretamente nos Verniers foram registradas manualmente.

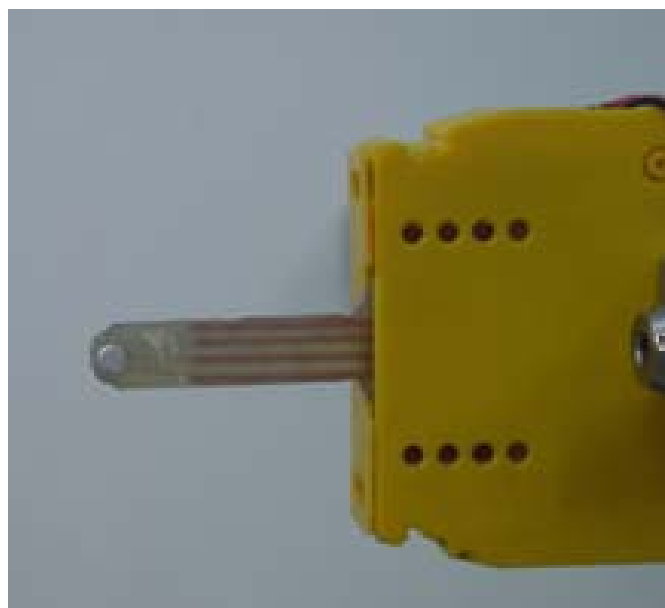


Figura 4.4 - Sonda Hall

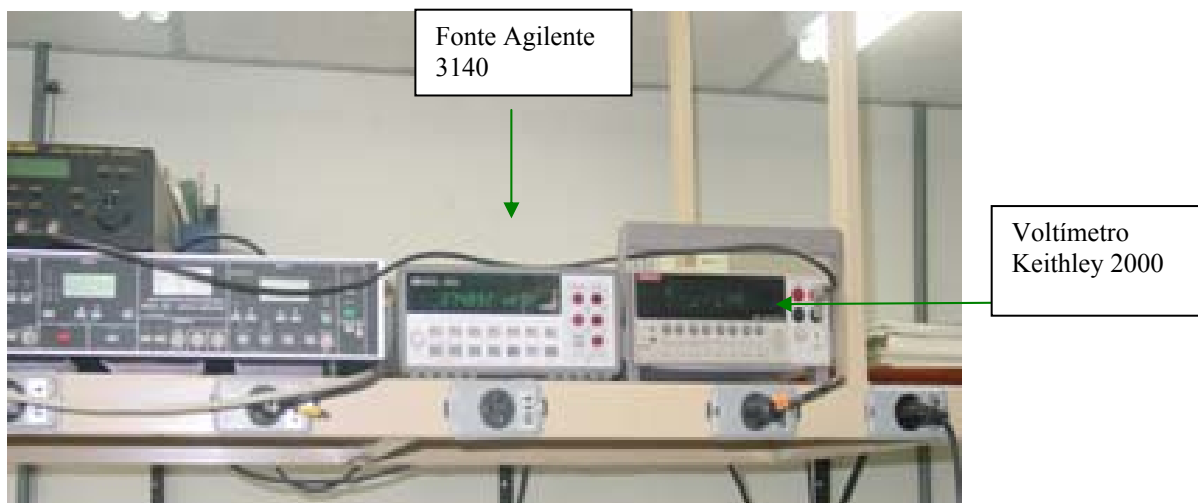


Figura 4.5 – Voltímetro Keithley 2000

4.3 - Ensaio de corrosão

Para os testes de corrosão, quatro magnetos recobertos em ouro e quatro magnetos recobertos em prata, magnetizados foram imersos em uma solução de ácido láctico 1% (20ml), pH=3,5, acondicionados em tubos de ensaios (Figura 4.6) e mantidos a uma temperatura constante de 37°C, por um período de 70 dias. O ácido láctico é um composto orgânico que apresenta a fórmula estrutural: $\text{CH}_3\text{-CH}(\text{OH})\text{-COOH}$.

Dentre outras aplicações, é empregado nos testes de corrosão de ligas metálicas restauradoras no meio bucal e mostrou-se o mais reativo aos testes com magnetos ortodônticos terras raras.

Com intervalos de 07 dias, os magnetos foram retirados da solução ácida, lavados em ultrassom, secados através de soprador térmico e submetidos a testes de campo magnético em uma sonda Hall para verificar se o campo magnético sofreria alguma alteração em meio ácido corrosivo. Simultaneamente as soluções contendo os magnetos foram avaliadas pela análise espectrometria de absorção atômica para a dosagem do elemento ferro. Neste experimento o elemento Fe contido na liga magnética e liberado nas soluções de ácido láctico através da corrosão foi dosado semanalmente para cada magneto recoberto em ouro e em prata.

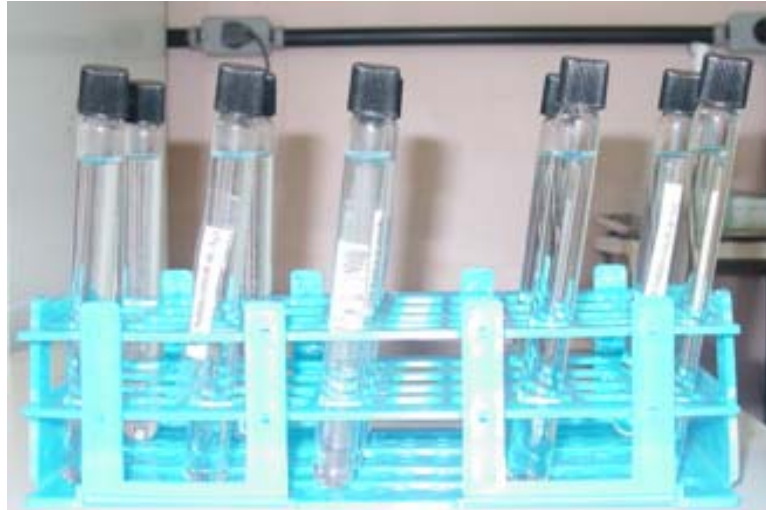


Figura 4.6 -Tubos de ensaio portando os magnetos

4.3.1-Medidas de Campo Magnético

Para o experimento de campo magnético em função da corrosão, foi fixado um magneto de referência a uma sonda Hall que por construção permanece fixa. Acima da sonda colocou-se um espaçador de fibra de vidro, a fim de posicionar o magneto de teste com precisão (Figura 4.7). Entre os dois magnetos foi colocada uma lamina de vidro para se evitar o contato direto do magneto de teste com o de referência. Isto facilita tanto o alinhamento fino (visual) dos magnetos, quanto a sua separação, visto que a força de atração é muito forte em magneto deste tipo, o que poderia acarretar danos ao revestimento do magneto em teste, comprometendo o experimento em relação à avaliação da corrosão em meio ácido. Inicialmente foi feita uma medida de campo magnético do magneto fixado à sonda Hall (BG) e do campo magnético do magneto de referência (MR) em contato com o magneto fixado. Todos os magnetos de ambos os grupos submeteram-se às mesmas medidas antes da imersão em ácido láctico. Buscou-se com estas medidas, estabelecer um maior valor do campo magnético, antes dos testes corrosivos. A unidade empregada neste experimento foi em milivolts (mV) e convertidos para a unidade Tesla (T). Fator de conversão: [1V~1T] .

Para avaliar a diferença entre as médias obtidas de campo magnético em ambos os grupos de magnetos, foram empregados o teste t de student (Incertezas das médias) e o teste ANOVA (análise de variância), para correlacionar a variação do campo magnético ao longo dos testes corrosivos (Zar, 1999).

Foram realizadas também análises por MEV e EDS das amostras submetidas aos testes corrosivos após 14, 21 e 70 dias (final do experimento), das regiões centrais e das bordas para verificar a topografia das superfícies dos magnetos, bem como a sua composição. Ao final dos experimentos as amostras foram submetidas à avaliação por difração de raios X para observar a formação de novas fases após os testes corrosivos.

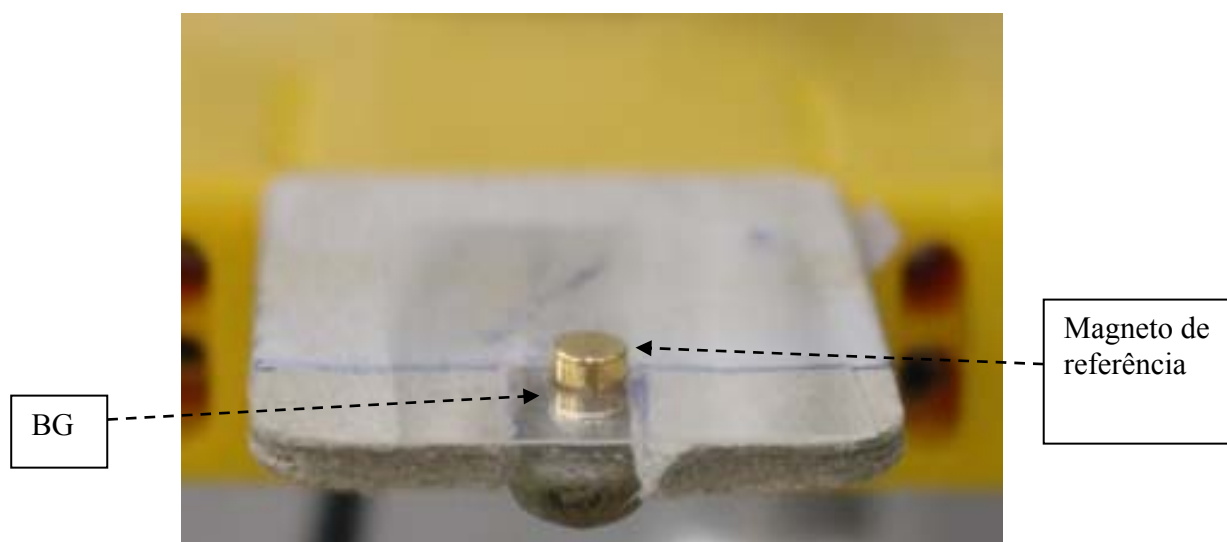


Figura 4.7 - Sonda Hall com os magnetos interpostos separados por uma lâmina.

CAPITULO V - RESULTADOS

5.1-CARACTERIZAÇÃO INICIAL DOS MAGNETOS DE NEODÍMIO FERRO BORO.

5.1.1-Difratometria de Raios X

Os resultados de difração de raios X para as amostras de ambos os grupos de magnetos estão descritos na tabela V.1 abaixo, confirmados pelo difratograma (Figura 5.1) .

Tabela V.1- Fases cristalinas observadas da difração de raios X.

Amostra	Fase Cristalina Identificada		
	Predominante (>70%)	Menor (<10%)	Minoritária (<3%)
Magneto com recobrimento de ouro.	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	(Fe, Ni)	$\text{Nd}_{4,4}\text{Fe}_{77,8}\text{B}_{17,8}$
Magneto com recobrimento de prata.	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$	(Fe, Ni)	$\text{Nd}_{4,4}\text{Fe}_{77,8}\text{B}_{17,8}$

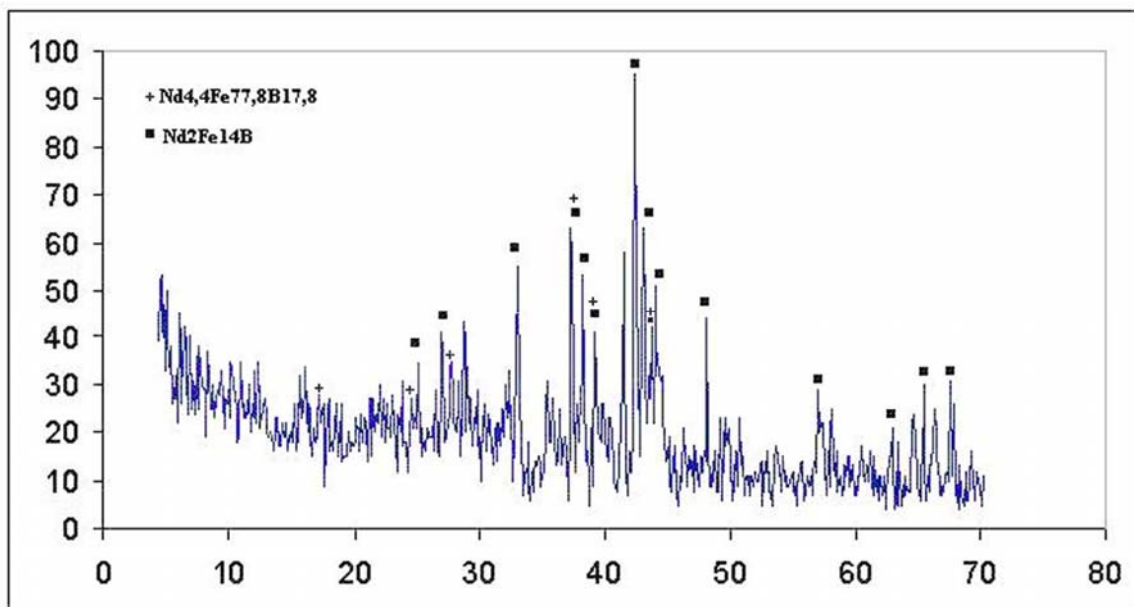


Figura 5.1- Difratograma inicial do magneto na forma de pó.

Obteve-se a homogeneidade das amostras após a trituração pois como observada na Tabela V.1 as fases cristalinas são coincidentes. Verificou-se uma predominância (>70%) da fase $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ constituinte da liga magnética em ambas as amostras, seguidas por Fe e Ni (<10%) e outras fases em menor porcentagem, $\text{Nd}_{4,4}\text{Fe}_{77,8}\text{B}_{17,3}$ (<3%). O elemento Ni encontra-se fazendo parte das camadas de recobrimento intermediárias (vide 5.1.3).

5.1.2- Análise térmica (TG/DTA)

Resultados obtidos pela análise termogravimétrica (TG) mostraram que os ímãs revestidos em ouro e prata não sofreram variações em suas massas no intervalo de 30°C a aproximadamente 380°C. A partir desta temperatura, em decorrência da oxidação, verificou-se aumento gradual da massa. A análise térmica diferencial (DTA) aponta um pequeno evento, próximo a 250°C. Considerando que esta análise é um processo dinâmico, podemos considerar seguro aquecer o ímã durante sua esterilização e aplicação clínica até 200°C, o que está de acordo com a especificação do fabricante. Acima de 800°C ocorre oxidação completa do ímã confirmada pelo exacerbado aumento de massa, acompanhado por intensos picos exotérmicos (Figura 5.2).

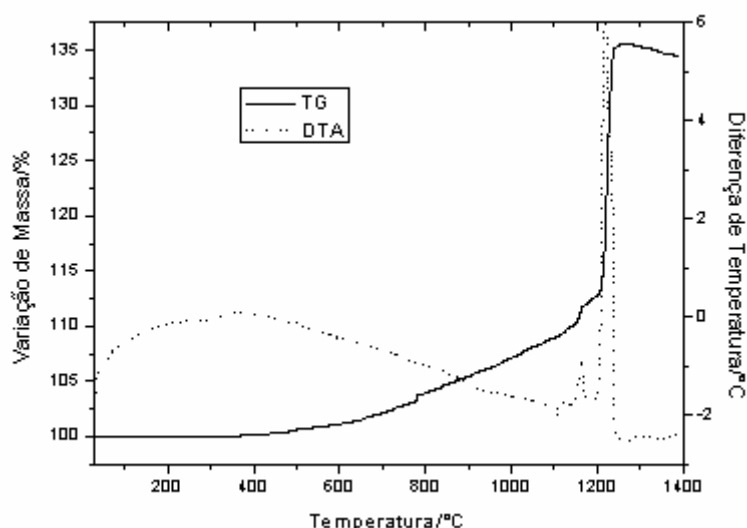


Figura 5.2 – Curvas TG/DTA de um ímã $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ revestido em ouro.

5.1.3 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Microsonda eletrônica (EDS)

Imagens obtidas por elétrons secundários e retroespalhados em corte longitudinal do magneto recoberto em ouro apresentou uma fina camada superficial branca sugerindo uma camada de recobrimento. Logo abaixo desta camada de recobrimento, são observadas duas outras camadas internas com coloração mais escuras e a liga magnética situa-se mais internamente evidenciando os seus grãos com os respectivos contornos (Figura 5.3). As regiões escuras são cavidades causadas durante o polimento preliminar, mas também podem ser característica da oxidação do neodímio durante a preparação da amostra.

As áreas claras correspondem aos elementos de maior peso atômico tanto da liga magnética quanto das camadas de recobrimentos.

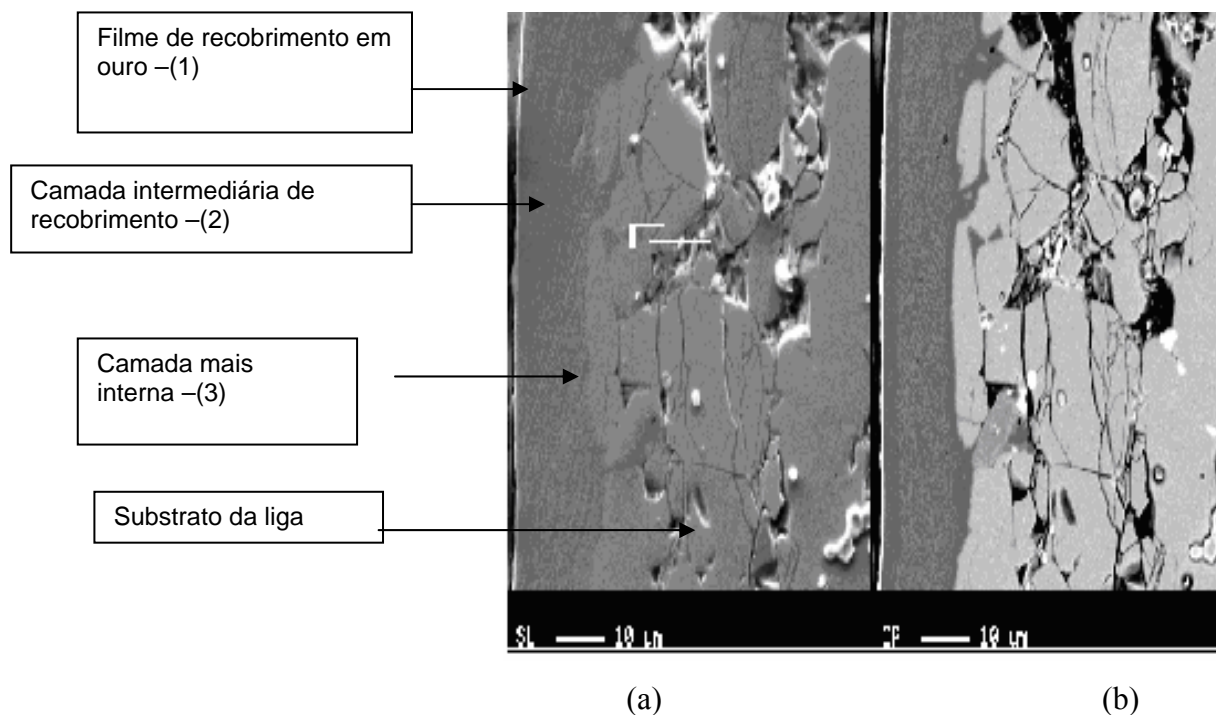


Figura 5.3 – Micrografias obtidas por elétrons secundários (a) e por elétrons retroespalhados (b) do magneto revestido em ouro em corte longitudinal. Magnificação: 100x

Os espectros EDS da camada superficial (1) (Figura 5.4) evidenciaram a presença de Au e traços de Cu e Ni. Esta camada apresentou uma espessura de $\sim 1\mu\text{m}$.

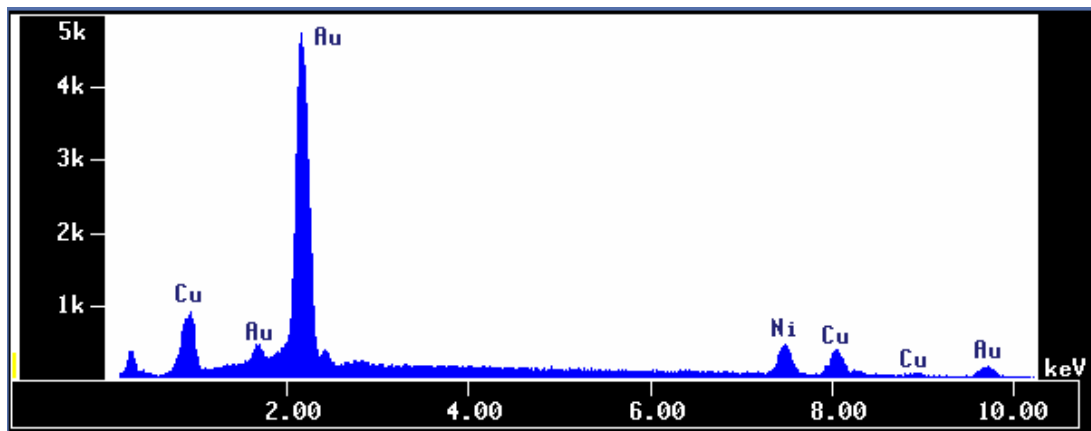


Figura 5.4 – EDS da camada superficial do magneto recoberto em ouro.

A microanálise (EDS) da camada intermediária de revestimento (2) com espessura de $\sim 3\mu\text{m}$ apontou a presença de Cu e traços de Ni (Figura 5.5). Ambos os elementos apresentam função de revestimento da liga magnética.

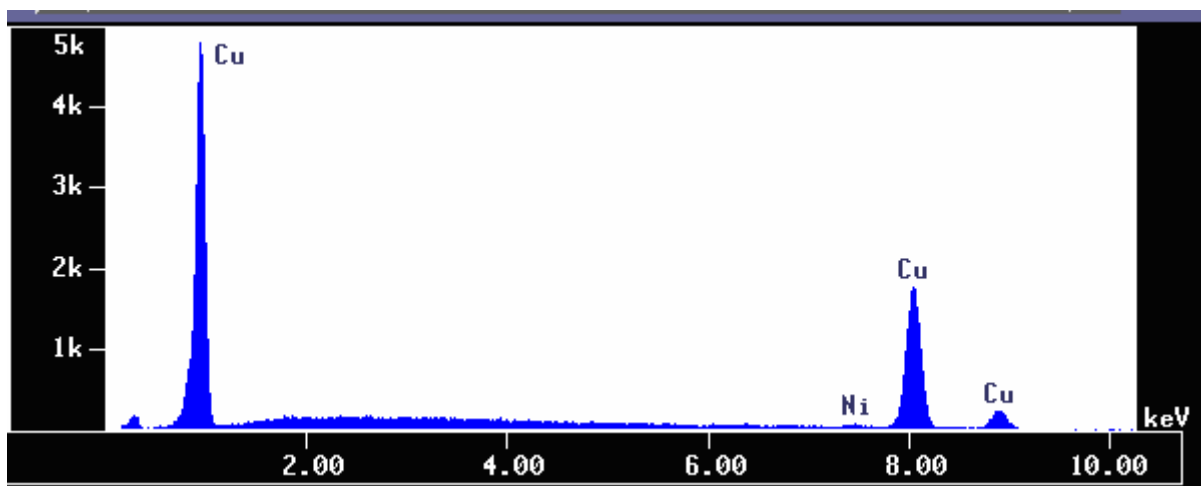


Figura 5.5-EDS da camada intermediária do magneto.

A terceira camada de revestimento, mais interna (3), com espessura de $\sim 9\mu\text{m}$ verificada na Figura 5.6, apontou também a predominância do elemento Ni justificando a sua função de proteção a ataques corrosivos. Foi identificado traços do elemento Cu e do Fe, este formador da liga magnética. Conforme as análises, os espectros dos elementos Cu e Ni estão presentes nas 3 camadas de revestimento.

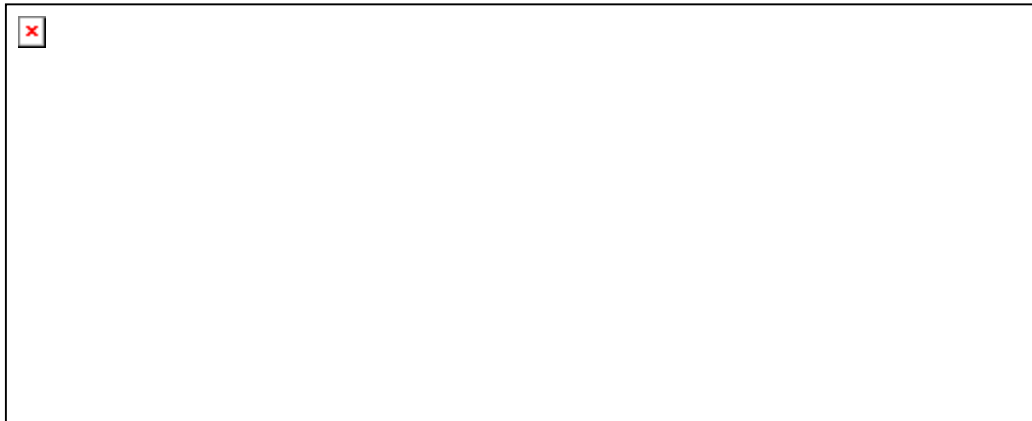


Figura 5.6 – EDS da camada interna do magneto

Abaixo da camada interna, foi observado a composição original do magneto. A presença de regiões mais claras entremeadas por áreas escuras pôde ser visualizada por elétrons retroespalhados. A emissão de elétrons retroespalhados aumenta com o número atômico dos materiais que compõe a amostra, o que permite obter uma imagem contrastando regiões de diferentes composições elementares. As partes cinzas correspondem aos elementos mais pesados. A análise EDS apontou a presença dos elementos Fe, Nb, Hg, Ge, Al, Br, Si, além dos elementos terra raras Nd e Pr (Figura 5.7). Como a microsonda eletrônica permite a identificação e dosagem dos elementos químicos com número atômico superior a 4, a energia do elemento B não aparece na amostra.

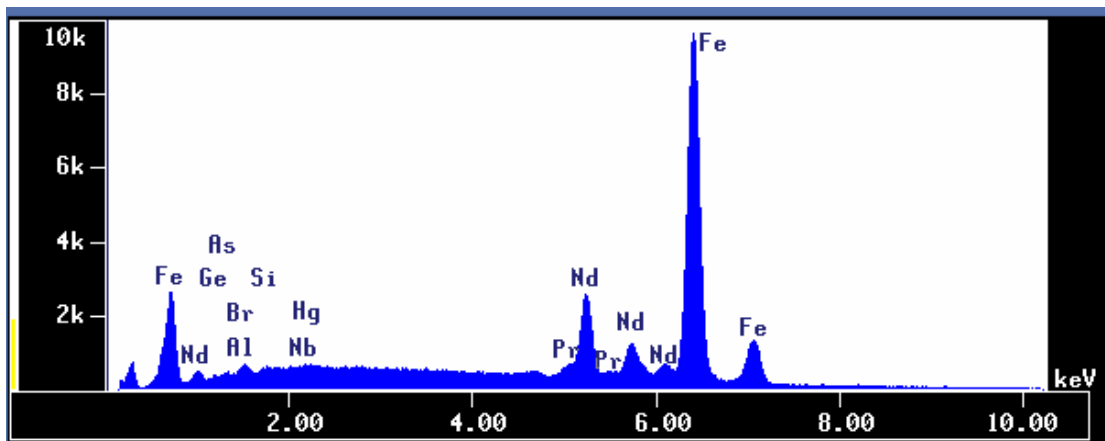


Figura 5.7-EDS do substrato da liga magnética

A análise por EDS da área mais clara da liga magnética apontou os mesmos elementos da análise anterior, Nd, Fe, Pr, e traços de O, (Figura 5.8).

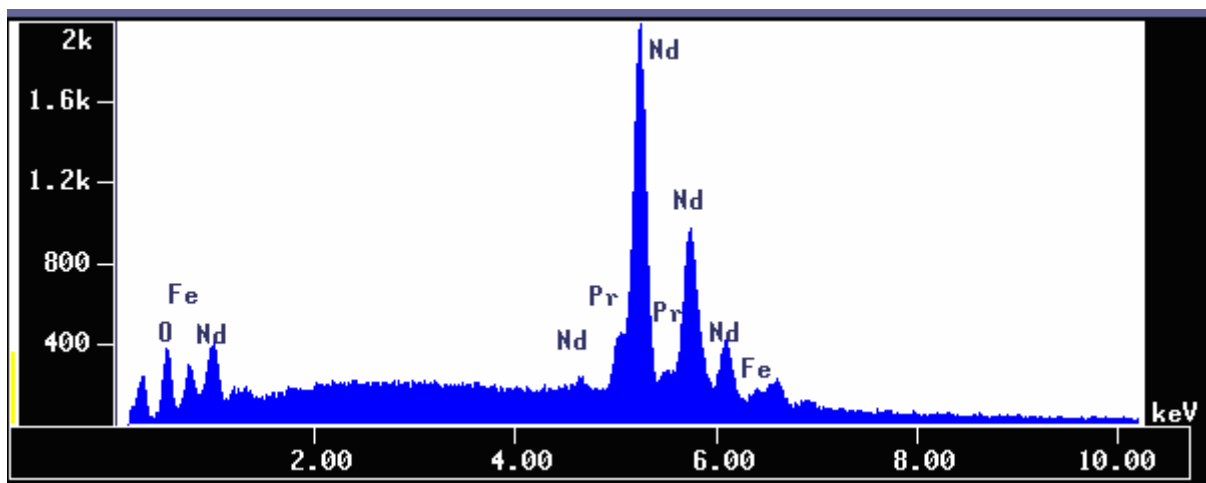


Figura 5.8 – EDS da área clara da liga magnética.

Tal qual o magneto recoberto em ouro, em corte longitudinal o magneto recoberto em prata apresentou também uma fina camada superficial opaca de $\sim 1 \mu\text{m}$, também sugerindo um filme de revestimento. As camadas de revestimento intermediária e interna, mais escuras, também foram observadas. Mais internamente foi observado o substrato do magneto e a presença de grãos com coloração cinza claro com os seus respectivos contornos entremeados por áreas claras (Figura 5.9).

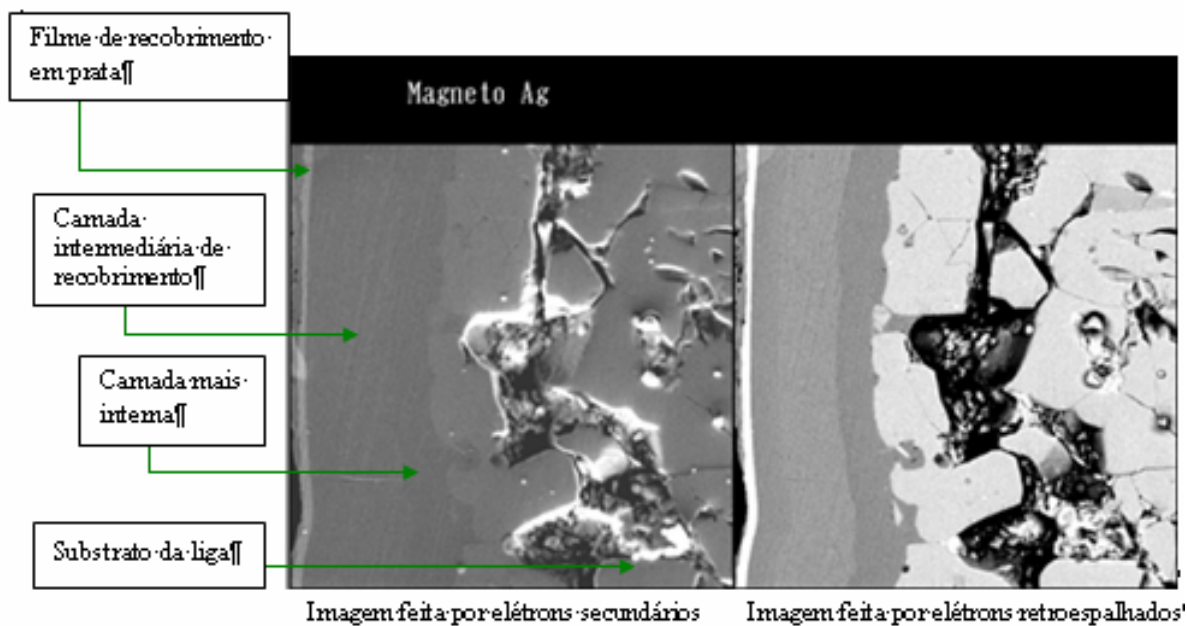


Figura 5.9– Micrografias realizadas por elétrons secundários e elétrons retroespalhados do magneto revestido em prata em corte longitudinal. Magnificação: 100x. Escala 0,5cm: 10 μm

Os espectros EDS (Figura 5.9) apontaram a presença de Ag e traços de Cu e Ni. Como era de se esperar a presença de Ag é explicada pelo recobrimento. Tanto o elemento Cu quanto o Ni se encontram presente na liga com a finalidade de proteção do substrato quanto à ataques corrosivos tal qual o magneto recoberto em ouro. Como era esperado, todos os outros resultados são semelhantes aos dos magnetos recobertos em ouro, já que são similares.

A Figura 5.10 mostra uma imagem da região central da liga magnética. Numa análise mais detalhada verificou-se que as regiões claras correspondem às fases ricas em Nd, Pr, e Ni, de acordo com o EDS da Figura 5.11. A superfície cinza claro equivale à principal fase da matriz magnética rica em Fe, apresentando também os elementos Nd, Pr, Si, Al e C, segundo EDS (Figura 5.12). As regiões com tonalidade cinza escuro apresentam fase rica também em Nd e O, que pode ser característico da oxidação do neodímio durante a preparação da amostra (EDS da Figura 5.13). Os pontos pretos são cavidades, causadas principalmente pela remoção de partículas durante o polimento preliminar ou poros resultantes do processo de fabricação pela metalurgia do pó.

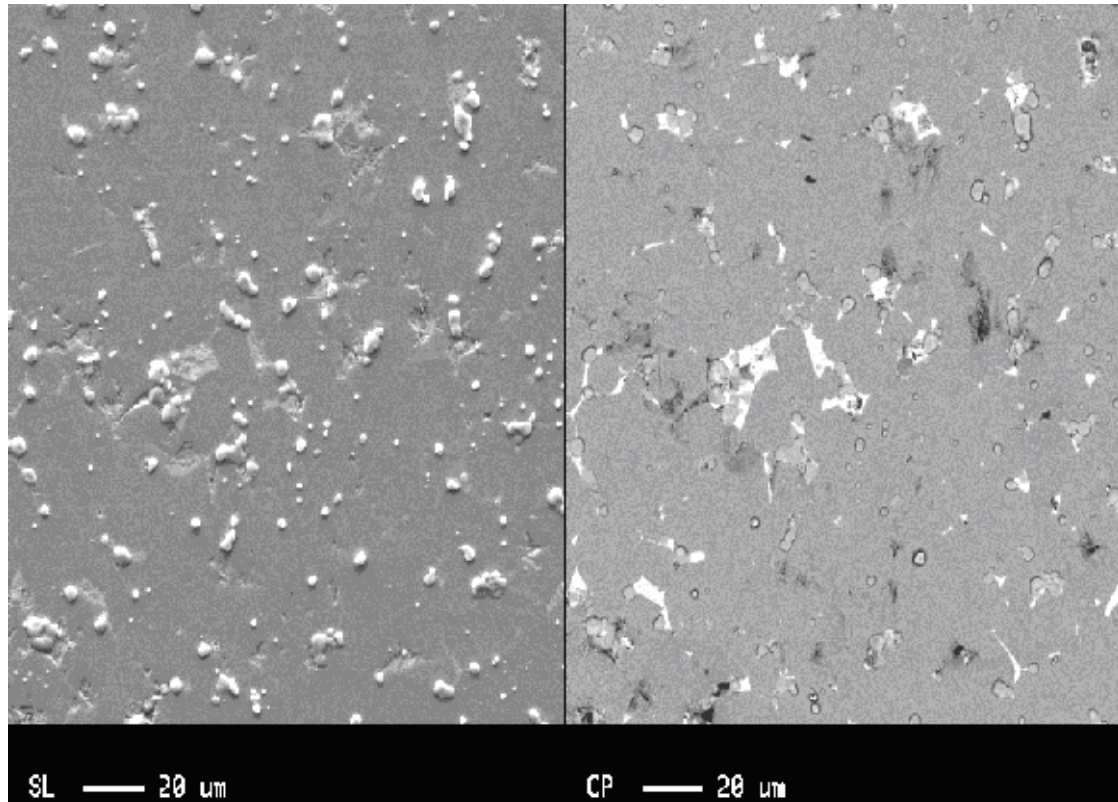


Figura 5.10 – MEV da região central do substrato da liga magnética.
(Imagens feitas por elétrons retroespalhados)

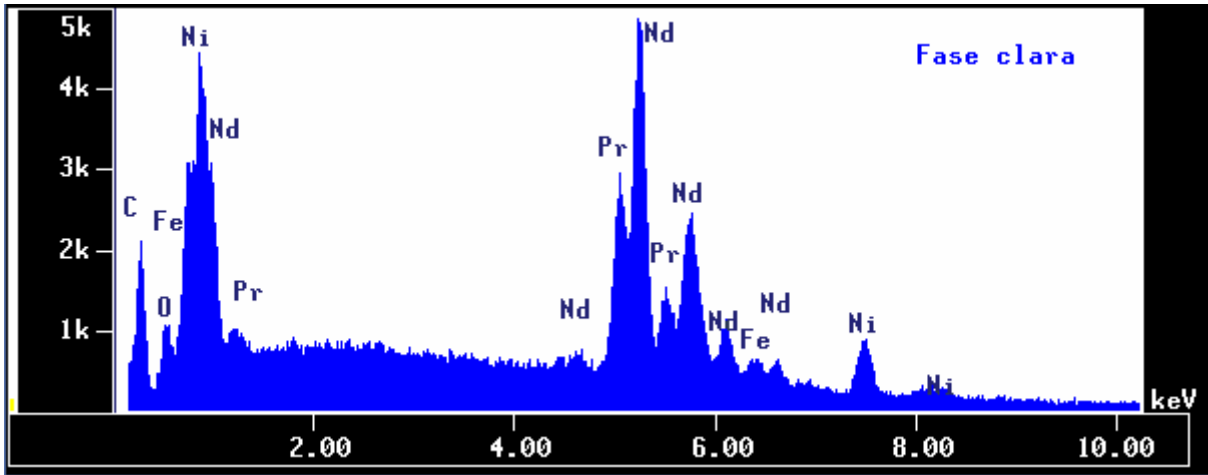


Figura 5.11– EDS das fases claras da liga magnética.

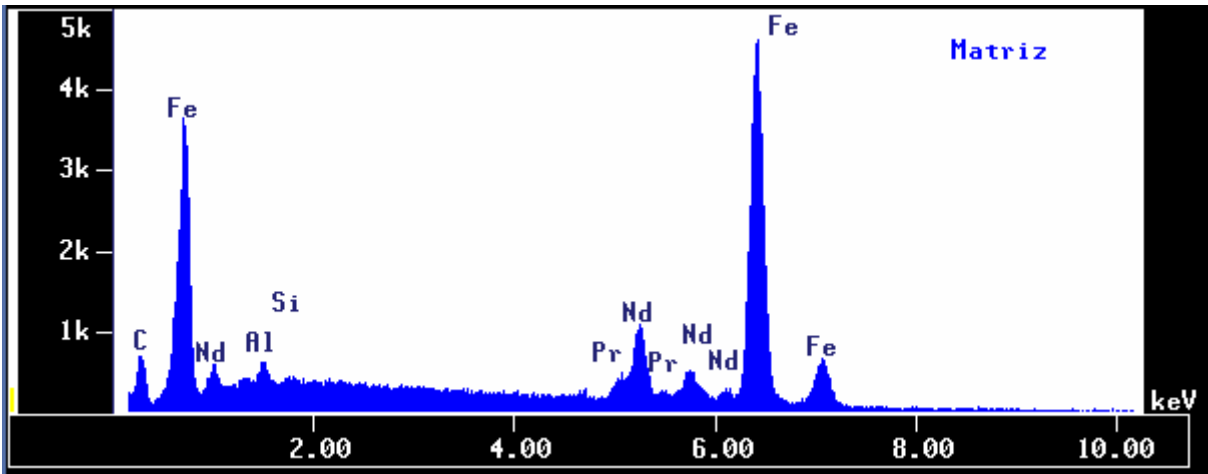


Figura 5.12– EDS da matriz do substrato do magneto.

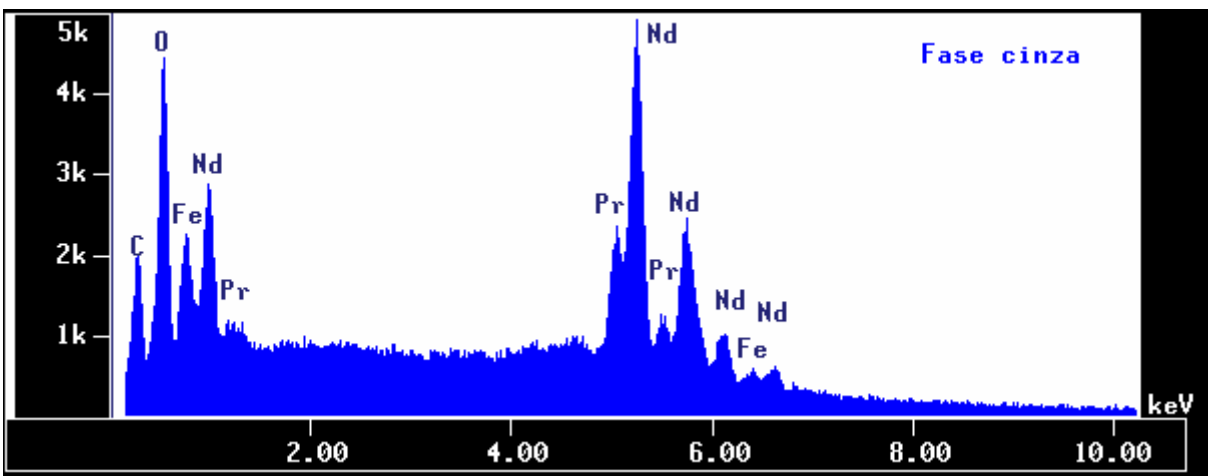


Figura 5.13– EDS da fase cinza do substrato do magneto.

Através do mapeamento feito nas amostras por WDS (Figura 5.14), foi verificada a distribuição dos elementos (Fe, Nd, e Ni) na liga magnética. De acordo com a escala de cores que cresce do azul para o rosa, podemos verificar a quantidade maior ou menor de cada elemento em determinada região.

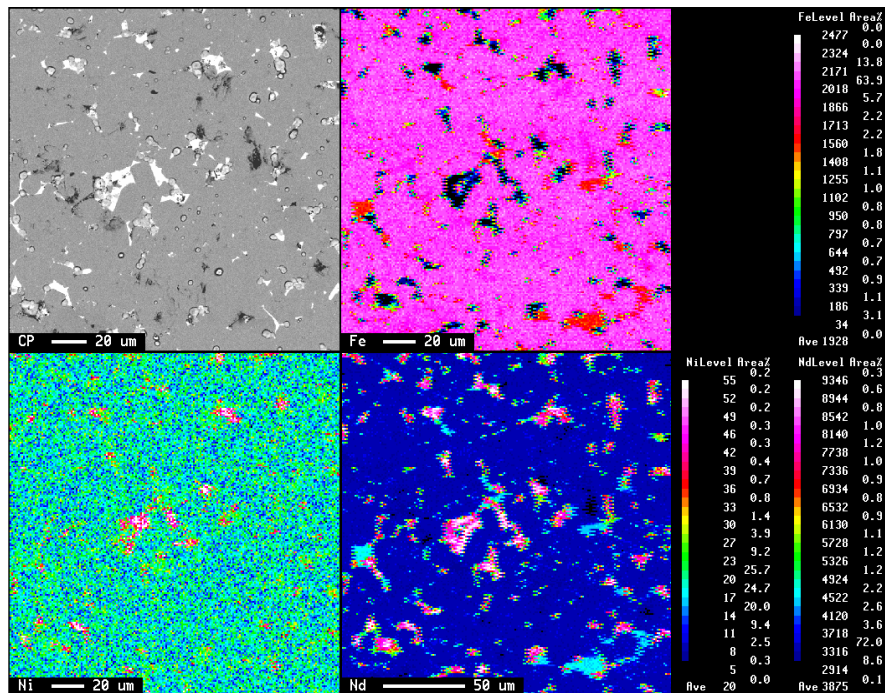


Figura 5.14 – Mapeamento dos elementos Ni, Nd e Fe da região central do magneto.

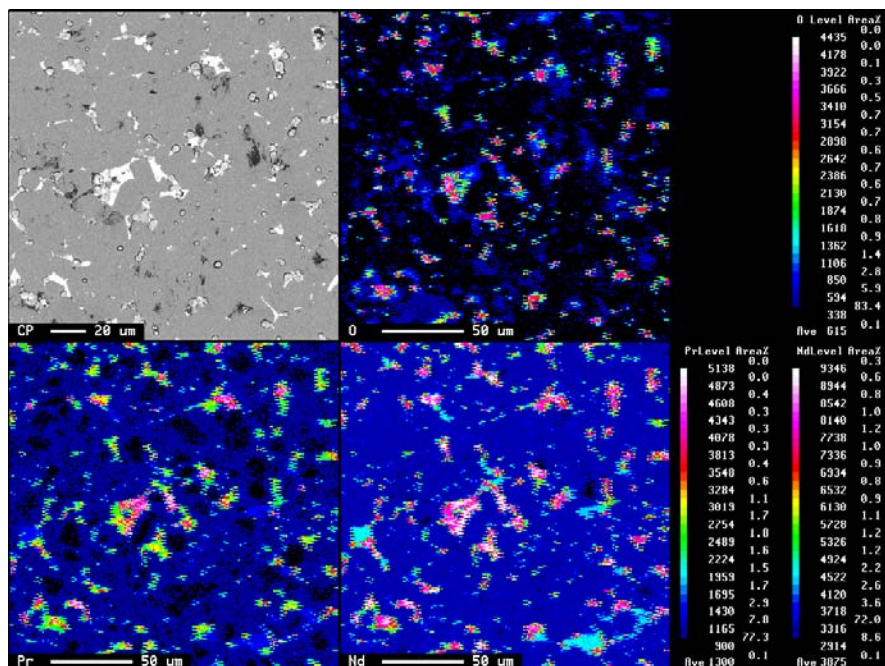


Figura 5.15 - Mapeamento dos elementos Nd, Pr e O da região central do magneto.

Através destas análises pudemos ter uma idéia bem clara de como o magneto foi confeccionado, inclusive medindo as espessuras das camadas de proteção da liga. Não pudemos fazer o mesmo estudo em relação ao boro, mas sabemos que ele está ligado ao Fe e ao Nd na estrutura do magneto.

Além das microanálises feitas nos materiais em corte longitudinal, foram realizadas também análises superficiais através de MEV e EDS da borda dos magnetos recobertos em ouro e em prata. Esta análise objetivou verificar a integridade bem como a composição do revestimento da região superficial das amostras, antes do ensaio de corrosão.

As análises por MEV na região da borda do magneto recoberto em ouro mostraram uma superfície irregular contendo micro-trincas entremeadas por defeitos pontuais na superfície desta região do magneto. Também nesta superfície são verificadas áreas com distintas reflectividades em função da sua composição (Figura 5.16).

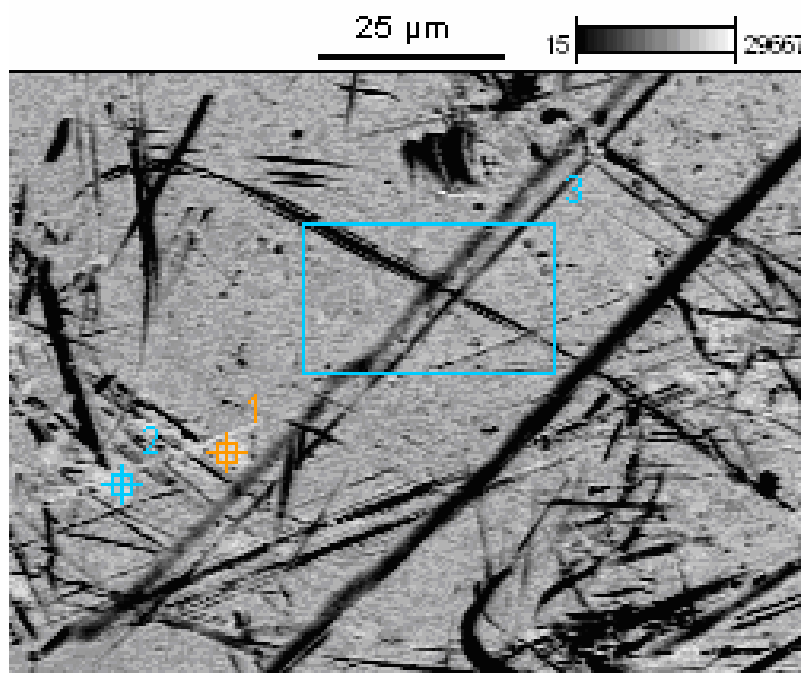


Figura 5.16-MEV da borda do magneto revestido em ouro.

O EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberto em ouro apontou a presença do elemento Au componente da camada superficial de revestimento, traços de Ni, Al e Cu (Figura 5.17).

Nesta análise também foi verificado a presença dos elementos das camadas mais internas, apesar de se originalmente supor que a superfície dos magnetos estava homogênea após o recobrimento.

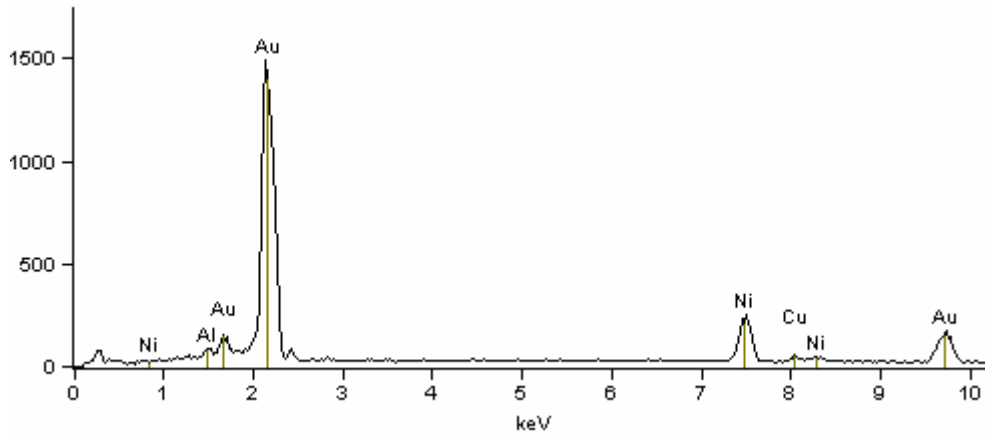


Figura 5.17-EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberta em ouro.

Os espectros dos pontos 2, 3 por serem similares ao ponto 1 não foram descritos, e estão representados na Tabela V.2.

Tabela V.2. Composição dos pontos 1, 2, 3 concentração em %.

	<i>Al</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Au</i>
<i>Au3 centro(1)_pt1</i>	0.57	16.67	2.93	79.83
<i>Au3 centro(1)_pt2</i>	0.61	14.53	2.44	82.42
<i>Au3 centro(1)_pt3</i>	0.97	33.20		65.83

As imagens por MEV na região da borda do magneto recoberto em prata tal qual os magnetos recobertos em ouro, também mostraram uma superfície irregular contendo trincas entremeadas por defeitos pontuais na superfície desta região do magneto (Figura 5.18). Vários pontos nesta área foram escolhidos para análises.

Os pontos 1, 2, 3, 4, 5 foram selecionados para as microanálises por EDS.

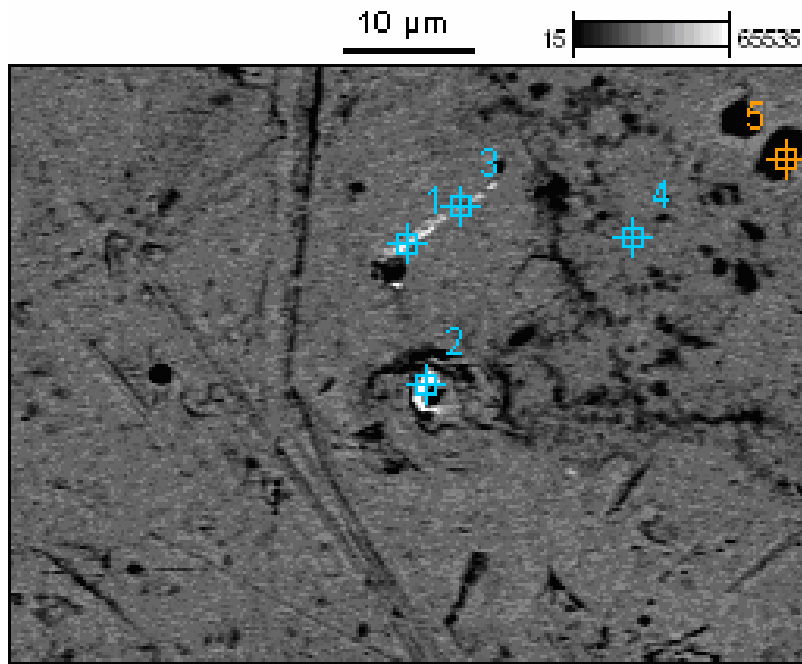


Figura 5.18-MEV da borda do magneto revestido em prata.

O resultado da análise EDS do ponto 1 apontou a presença do elemento Ag componente da camada superficial de recobrimento, traços de Ni, Au e B (Figura 5.19). Convém salientar que conforme microanálise realizada em corte sagital, o elemento Ni se encontra compondo a camada mais interna de recobrimento, portanto, numa superfície uniforme não era de se esperar a presença deste elemento nesta superfície. O espectro do B (N=4) é identificado apesar da microsonda eletrônica permitir a identificação e dosagem dos elementos químicos com número atômico superior a 4.

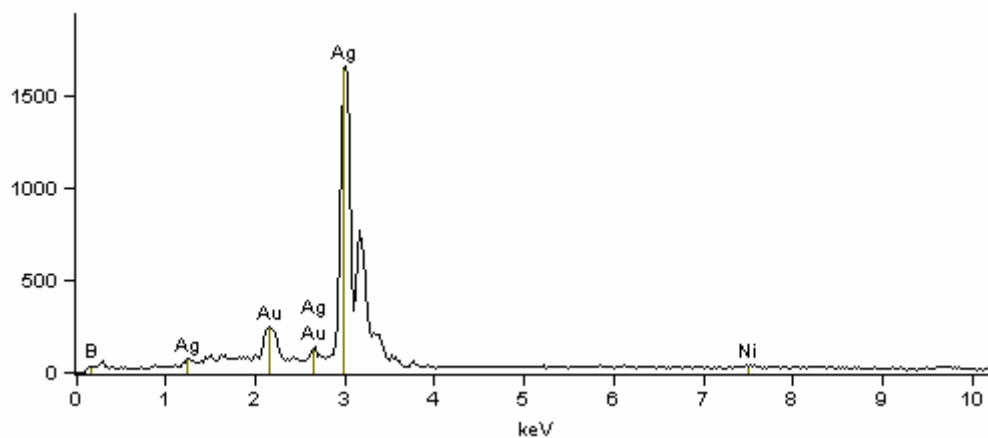


Figura 5.19 – EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberto em prata.

O resultado da análise EDS do ponto 2 confirmou a presença do elemento Ag componente da camada superficial de recobrimento, traços de Ni, Al, Si e Fe (Figura 5.20). Nota-se a exposição destes elementos constituintes das diversas fases da liga magnética, conforme verificado nos EDS (Figuras 5.15, 5.16, 5.17) apesar de se originalmente supor que a superfície dos magnetos estavam homogênea após o recobrimento. A tensão de aceleração utilizada pela sonda EDS foi de 15 Kv e a corrente de 20 nA, o que sugere uma profundidade de análise de 1 μ m, vide metodologia.

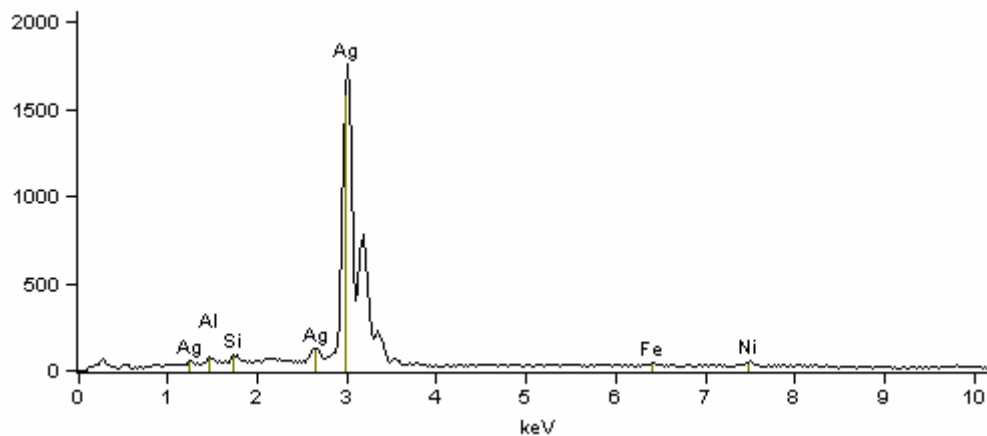


Figura 5.20 – EDS do ponto 2 da borda do magneto recoberto em prata.

Os espectros dos elementos que compõe os pontos analisados 3, 4, 5 também são similares aos pontos 1 e 2, e estão representados na Tabela V.3.

Tabela V.3- Composição dos pontos 1,2,4,5, concentração em %.

	<i>B</i>	<i>Na</i>	<i>Al</i>	<i>Si</i>	<i>Ca</i>	<i>Fé</i>	<i>Ni</i>	<i>Ag</i>	<i>Au</i>
<i>Ag4-Borda_pt1</i>	3.81						1.52	88.19	6.48
<i>Ag4-Borda_pt2</i>			0.70	0.91		1.72	3.52	93.16	
<i>Ag4-Borda_pt4</i>	3.48		0.67				1.80	94.06	
<i>Ag4-Borda_pt5</i>		1.43			7.82		1.74	89.02	

5.2- Medidas de magnetização e forças magnéticas

5.2.1-Medidas de magnetização

Parâmetros magnéticos tais como campo remanente, coercividade e produto energético máximo dos materiais foram fornecidos pelo fabricante, conforme Tabela V.4. É ainda informado que a temperatura de trabalho é até 200°C, o que está de acordo com os resultados obtidos por TG/DTA (Figura 5.2).

Tabela V.4 - Parâmetros magnéticos da liga Nd₂Fe₁₄B

Propriedades Magnéticas		(B)Campo magnético (Gauss)	Coercividade Hc (Oe)	(BxH)max (MG.Oe)
Neodímio-Ferro-Boro	Nd ₂ Fe ₁₄ B	11600	10600	32

5.2.2-Medidas da relação força/distância.

As Tabelas V.5 e V.6 mostram os valores de forças (N) desenvolvidas pelos magnetos atrativos e repulsivos em função das distâncias (mm). As medidas de forças magnéticas foram feitas pelo afastamento gradual dos magnetos de 0,5 em 0,5 mm. A força máxima obtida a uma distância de 0,5 mm foi de 0,80 N na configuração atrativa e 0,75 N na configuração repulsiva. Aumentando a distância para 2,5 mm, o valor da força desenvolvida foi de 0,15 N em ambas as configurações, indicando que para as distâncias maiores que 2,5 mm as forças seriam provavelmente ineficazes para a produção de movimentos ortodônticos.

Com o afastamento progressivo dos magnetos, observou-se um decaimento dos valores das forças desenvolvidas pelos pólos magnéticos atrativos e repulsivos em função do aumento das distâncias entre os magnetos. A uma distância de 10 mm o valor da força atrativa foi zero (0,0), correspondente ao peso da placa de aço, ou seja, 300 g.

Tabela V.5 - Relação força / distância dos magnetos em configuração atrativa.

Distâncias / mm	Forças / N
0,5	0,80
1,0	0,66
1,5	0,31
2,0	0,21
2,5	0,15
3,0	0,11
5,0	0,10
10,0	0,00

Tabela V.6- Relação força /distância dos magnetos na configuração repulsiva.

Distâncias / mm	Forças / N
0,5	0,75
1,0	0,45
1,5	0,29
2,0	0,20
2,5	0,15
3,0	0,10
5,0	0,09
10,0	0,00

As Tabelas V.5 e V.6 ilustram o comportamento da força em função da distância tanto em configuração atrativa quanto repulsiva, mostrado pelos valores aferidos no experimento.

Podemos observar na Figura 5.21 um bom ajuste (fator de correlação igual a 0,99937) entre a curva experimental (contínua vermelha) e a teórica (pontilhada), confirmando a variação da força com o inverso do quadrado das distâncias. As medidas de F_{xd} são efetivas em ortodontia e são citadas nas referências em (N), justificando assim as Tabelas V.5 e V.6.

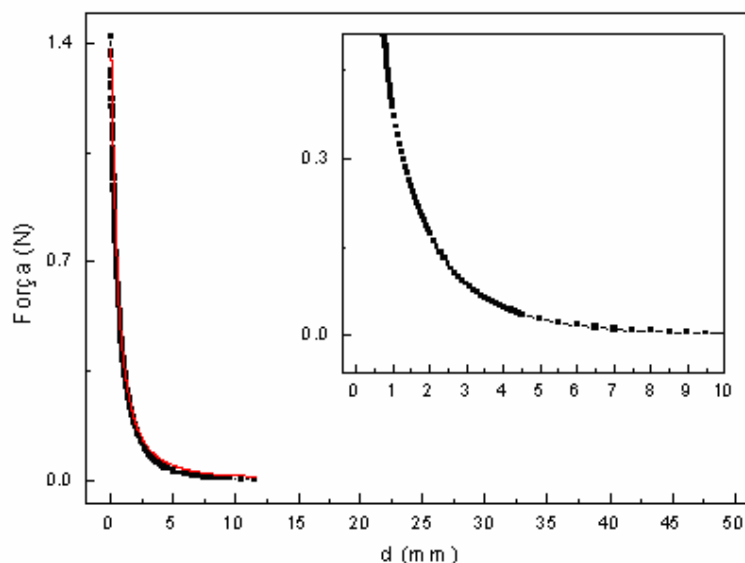


Figura 5.21-Relação força/distância dos magnetos de neodímio-ferro-boro

As forças magnéticas são geradas pelo campo magnético (H) das amostras, que apresentam, portanto, o mesmo comportamento das curvas $F \times d$, conforme a Figura 5.21. Houve também um bom ajuste das curvas, com um fator de correlação igual a 0,99745 (Figura 5.22). A partir destes resultados optou-se por verificar a variação do campo magnético nos eixos x , y e a dependência angular em função das distâncias, pois os equipamentos empregados forneciam maior facilidade de análises e acuracidade das medidas.

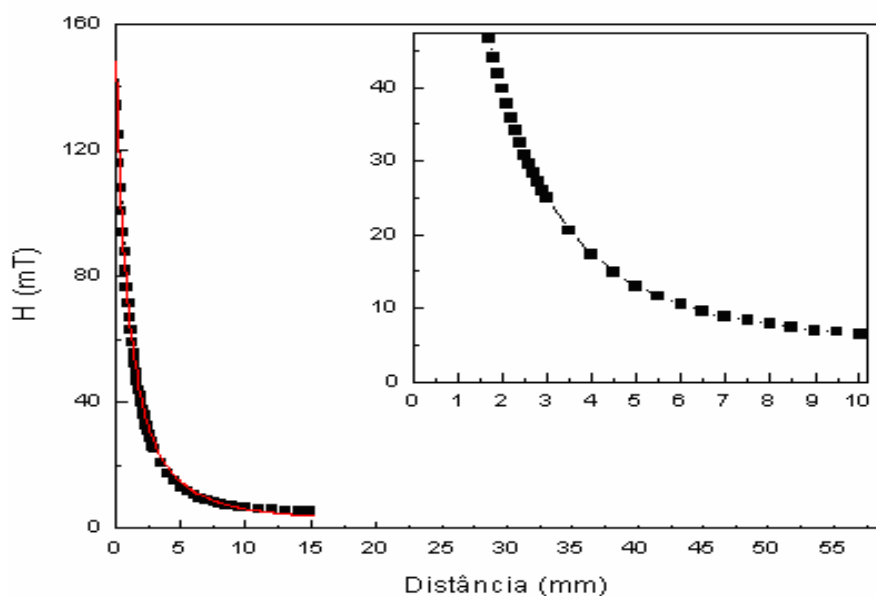


Figura 5.22 - Relação campo magnético/distância dos magnetos de neodímio-ferro-boro

5.2.3 - Medidas dos campos magnéticos (H) nos eixos x, y e dependências angulares.

O comportamento do campo magnético (H) normalizado registrado em mT, medido no eixo x foi semelhante ao comportamento das curvas da força em função da distância ou seja, também sofreram uma redução exponencial com o aumento das distâncias entre os pólos.

O deslocamento do magneto no eixo y para valores positivos e negativos em relação à posição de referência (0 mm) provoca um decaimento significativo do campo magnético. Entretanto, com o alinhamento dos respectivos eixos geométricos dos ímãs com o eixo y obteve-se o valor máximo do campo entre os magnetos. O valor máximo obtido do campo magnético foi de 0,9998 mV que foi normalizado para 1,0. O experimento foi feito mantendo um magneto numa altura fixa de $L_0 = 3,6$ mm e o outro se movimentando no eixo y. Esta distância (3,6 mm) foi a menor permitida pela montagem do equipamento com a interposição da sonda Hall entre os magnetos. A Figura 5.23 retrata o comportamento oscilatório do campo magnético no eixo y e em ambas as direções (positivas e negativas em relação ao marco 0 mm).

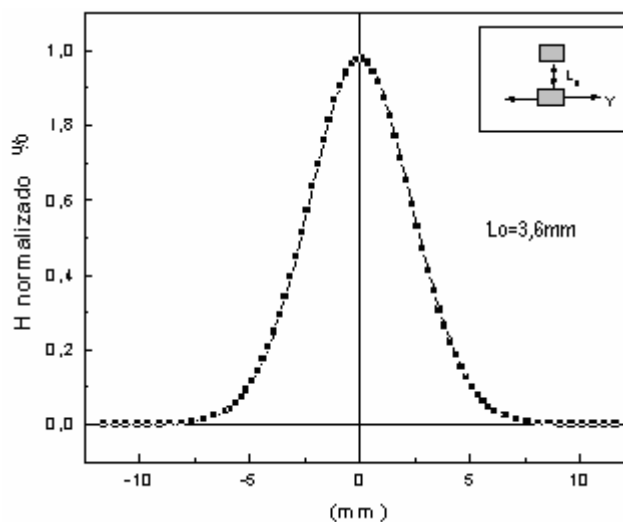


Figura 5.23 - Relação do campo magnético normalizado com as distâncias no eixo y.

Neste experimento o magneto oscilante foi angulado de 0^0 a 40^0 pelo posicionador em relação ao magneto fixo com incremento de 1^0 . A sonda Hall interposta aos magnetos ocupava um espaço de 2,0 mm. O aumento da angulação entre os pólos acarretou um afastamento dos eixos dos magnetos e uma mudança de inclinação relativa entre eles. Nas variações angulares

entre os pólos, com uma dependência angular θ normalizada verificou-se também um comportamento semelhante ao afastamento dos magnetos no eixo y, ou seja, houve uma variação significativa do campo magnético em função da variação dos valores dos ângulos. Para um ângulo $\theta = 0^\circ$ foi obtido o maior valor de campo magnético 0.0175 mV, normalizado para 1,0, que se reduziu em 50% para uma angulação próxima a 5° . O valor mínimo do campo magnético foi observado a uma angulação próxima a 20° . Os valores negativos dos ângulos são desfavoráveis clinicamente devido à inversão do pólo. (Figura 5.24)

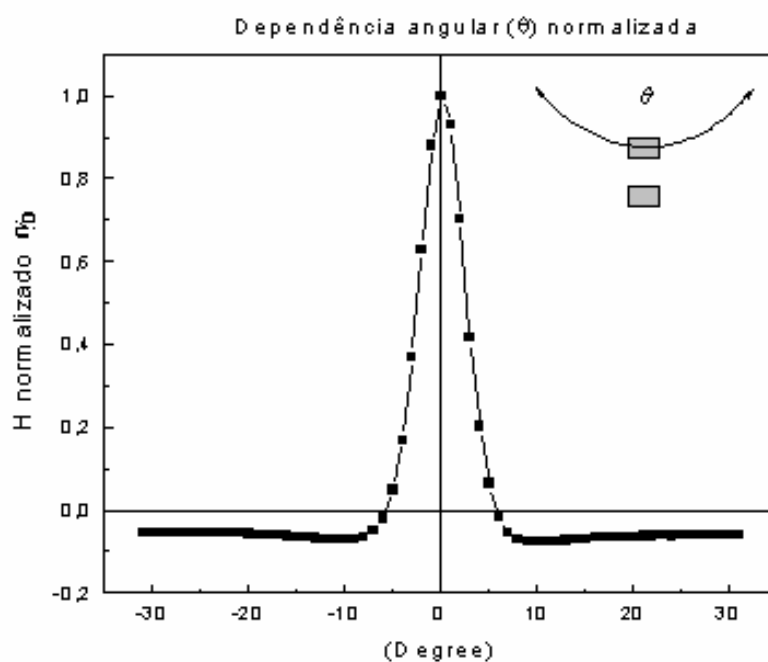


Figura 5.24- Relação do campo magnético com os angulos entre os magnetos

5.3 - Resultados dos ensaios em corrosão

5.3.1-MEV e EDS dos magnetos recobertos em prata após 14 dias de imersão em ácido láctico.

A análise por MEV do centro do magneto recoberto em prata após 14 dias de imersão em ácido láctico evidenciou uma superfície com trincas generalizadas. Foram escolhidos os pontos descritos na imagem para a microanálises (Figura 5.25).

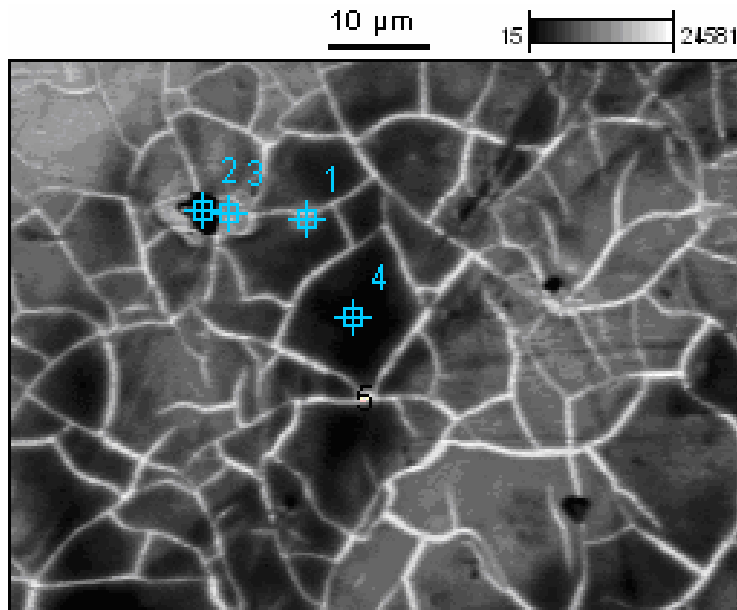


Figura 5.25 - MEV do centro do magneto recoberto em prata após 14 dias em ácido láctico.

O EDS do ponto 1 (área mais clara) do magneto recoberto em prata apontou a presença do elemento Ag componente do revestimento superficial, traços de Cu, Ni componente das camadas intermediária e interna do revestimento, além de Nd e Fe formadores da liga magnética e traços de Ca, Mg, Na e O (Figura 5.26). Apesar desta análise não ser superficial, sua penetração de aproximadamente 1 μm não seria suficiente para detectar os elementos Cu, Ni e os componentes das fases ricas em Nd e Fe a não ser se a camada externa estivesse danificada.

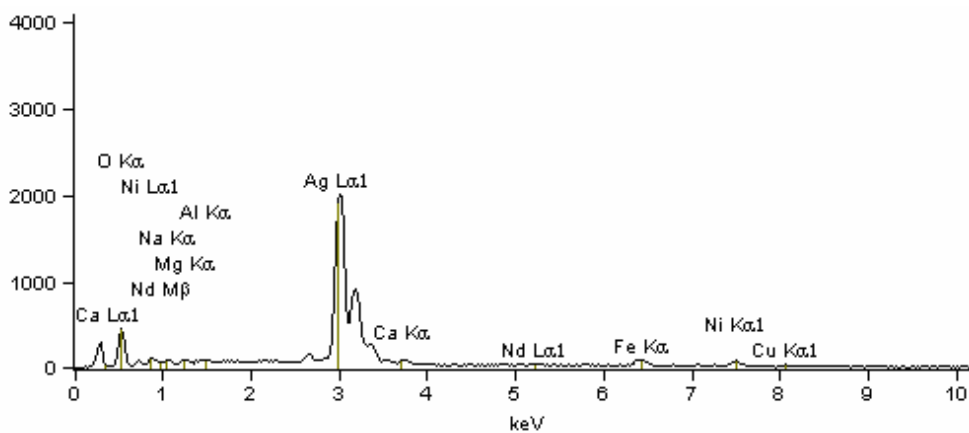


Figura 5.26 - EDS do ponto 1 do centro do magneto recoberto em prata 14 dias em ácido láctico.

A composição dos pontos 2, 3, 4, 5 obtidos pelos seus espectros EDS podem ser vistos na Tabela V.7

Tabela V.7- Concentração em % dos elementos nos pontos 1, 2, 3, 4, 5.

	<i>O</i>	<i>Na</i>	<i>Mg</i>	<i>Al</i>	<i>Si</i>	<i>Ca</i>	<i>Fé</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Ag</i>	<i>Nd</i>	<i>Au</i>
<i>Ag3Centro(1)_pt1</i>	44.32	1.12	0.55	0.25		0.63	2.25	1.52	0.93	47.67	0.77	
<i>Ag3Centro(1)_pt2</i>	40.96		0.82	0.35	1.13	1.00	10.37	9.43	0.91	28.57	1.14	5.32
<i>Ag3Centro(1)_pt3</i>	37.66	0.60	0.69	0.32	0.23	0.87	3.80	6.01		48.91	0.92	
<i>Ag3Centro(1)_pt4</i>	49.51	1.75	0.66	0.24		1.13	4.71	3.61	1.00	36.00	1.38	
<i>Ag3Centro(1)_pt5</i>	22.73			0.37			1.58	2.39		72.94		

A análise por MEV da borda do magneto recoberto em prata mostraram também uma superfície apresentando trincas. Tal qual a anterior optou-se pelos pontos citados abaixo para as microanálises (Figura 5.27).

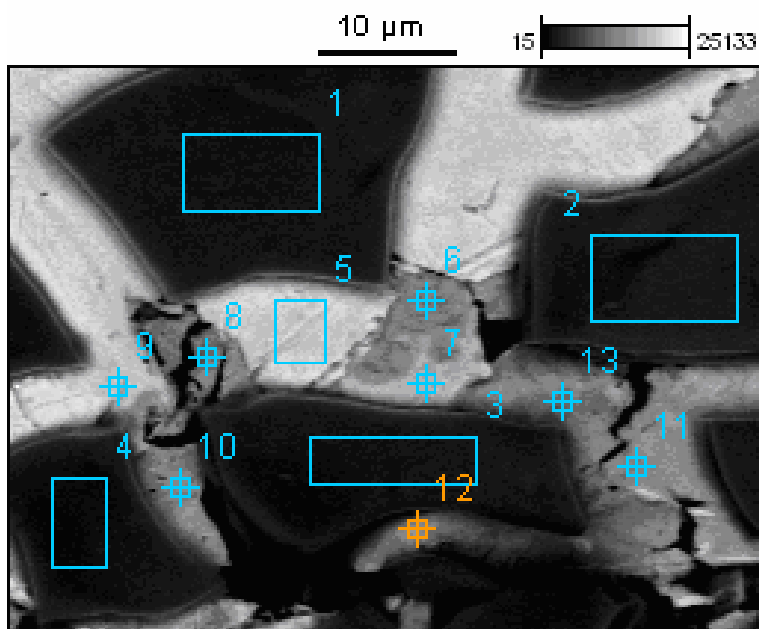


Figura 5.27 - MEV da borda do magneto recoberto em prata após 14 dias imerso em ácido láctico.

O EDS do ponto 1 (área mais escura) da borda do magneto novamente evidencia os elementos Ni componente da camada interna de recobrimento, traços de Cu da camada de recobrimento intermediária e O (Figura 5.28).

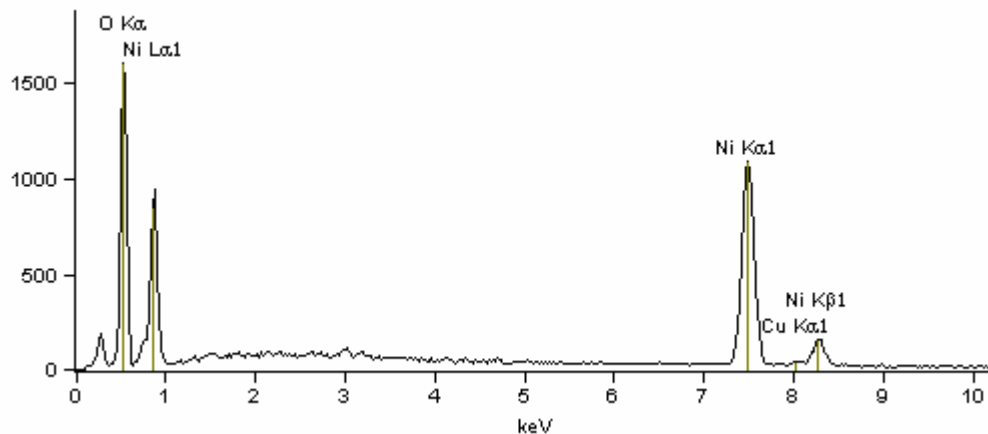


Figura 5.28 - EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberta em prata após 14 dias em ácido láctico

O EDS do ponto 5 (área mais clara) da borda do magneto recoberto em prata apontou também a presença do elemento Ag da camada de recobrimento superficial e traços de Ni, tal qual a análise anterior, constituinte da camada intermediária além de O (Figura 5.29). A camada de recobrimento superficial uma vez homogênea, não seria possível a detecção do elemento Ni, uma vez que ele compõe a camada interna e a profundidade do feixe de análise é de 1 μm .

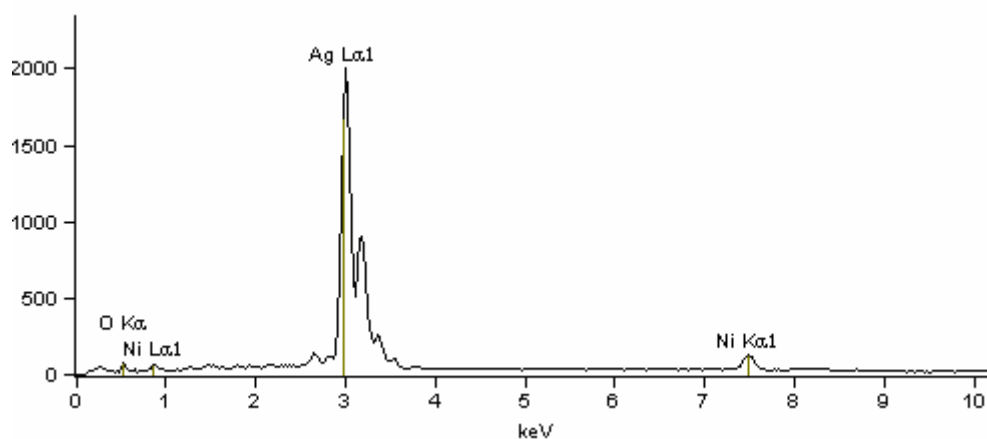


Figura 5.29-EDS do ponto 5 da borda do magneto recoberta em prata 14 dias em ácido láctico.

A tabela V.8 representa as composições dos outros pontos obtidos pelo espectro EDS.

Tabela V.8- Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises.

	<i>O</i>	<i>Mg</i>	<i>Al</i>	<i>S</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Ag</i>
<i>Ag3borda_pt1</i>	51.18					47.19	1.63	
<i>Ag3borda_pt2</i>	53.92					46.08		
<i>Ag3borda_pt3</i>	45.83					53.24		0.94
<i>Ag3borda_pt4</i>	42.84		0.37		0.94	48.96	2.03	4.85
<i>Ag3borda_pt5</i>	12.11					7.03		80.86
<i>Ag3borda_pt6</i>	16.98		0.61	0.46		27.15	2.70	52.12
<i>Ag3borda_pt7</i>	15.37	0.34	0.53			41.77		42.00
<i>Ag3borda_pt8</i>	22.66	0.41	0.64	0.36	1.02	29.09	2.83	42.98
<i>Ag3borda_pt9</i>	17.59					4.78		77.63
<i>Ag3borda_pt10</i>	17.00	0.44		0.37		40.66	5.73	35.81
<i>Ag3borda_pt11</i>	22.67		0.59	0.73	0.57	25.10	5.88	44.47
<i>Ag3borda_pt12</i>	18.74		0.48		0.95	53.00	5.84	20.98
<i>Ag3borda_pt13</i>	14.22			0.48	0.62	35.24	3.42	46.02

5.3.2-MEV e EDS dos magnetos recobertos em prata após 21 dias de imersão em ácido láctico

A análise por MEV do magneto recoberto em prata após 21 dias de imersão, mostra a soltura parcial do recobrimento superficial expondo as camadas mais internas e a presença de defeitos pontuais por toda a superfície da amostra analisada (Figura 5.30). Foram escolhidos os pontos citados na imagem para as microanálises.

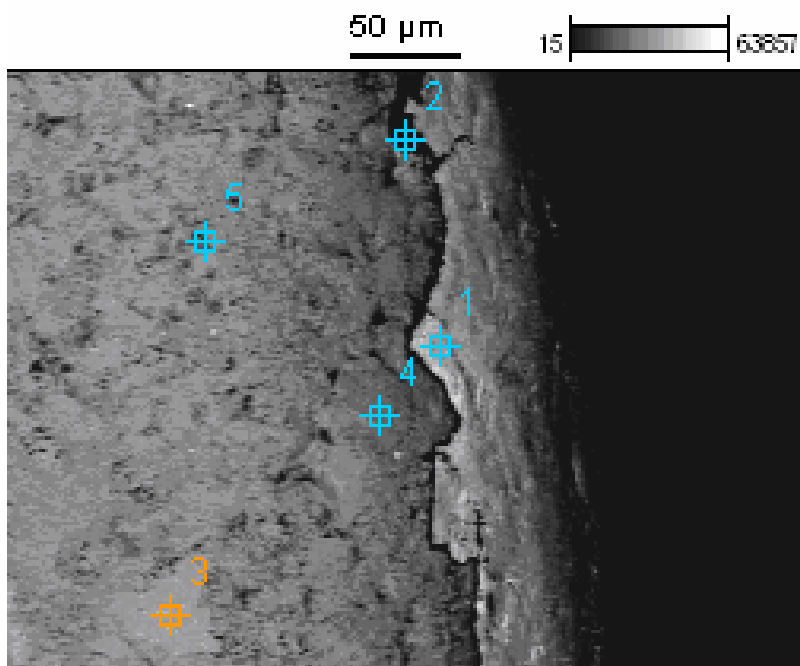


Figura 5.30-MEV da borda do magneto revestido em prata após 21 dias de imersão em ácido láctico.

O EDS do ponto 1 (área mais clara) da borda do magneto evidencia os elementos Ag componente da camada externa de recobrimento, traços de Cu da camada de recobrimento intermediária e O, devido a oxidação destes elementos (Figura 5.31).

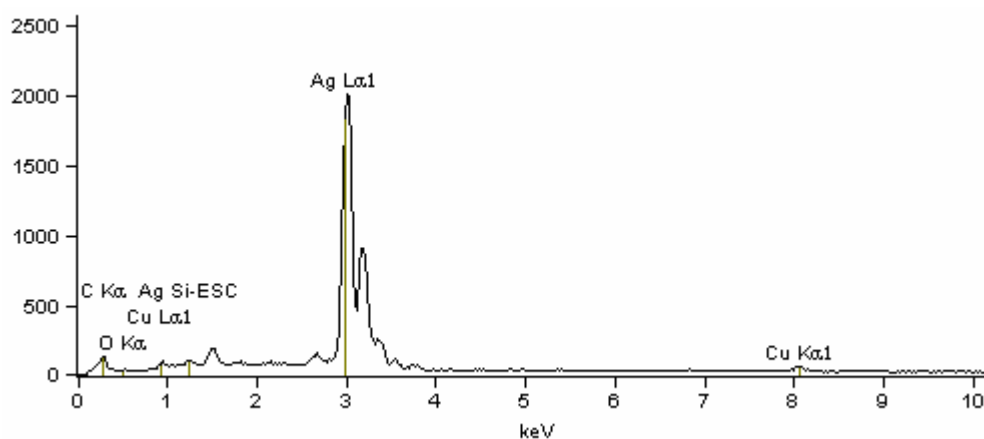


Figura 5.31 - EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberta em prata 21 dias em ácido láctico

O EDS do ponto 2 (área cinza), da borda do magneto evidencia novamente o elemento Cu componente da camada de recobrimento interna, traços de Ni, Ca, Br, Mo, C e O (Figura 5.32). A presença do elemento Cu é compreensível uma vez que ele é componente desta camada avaliada.

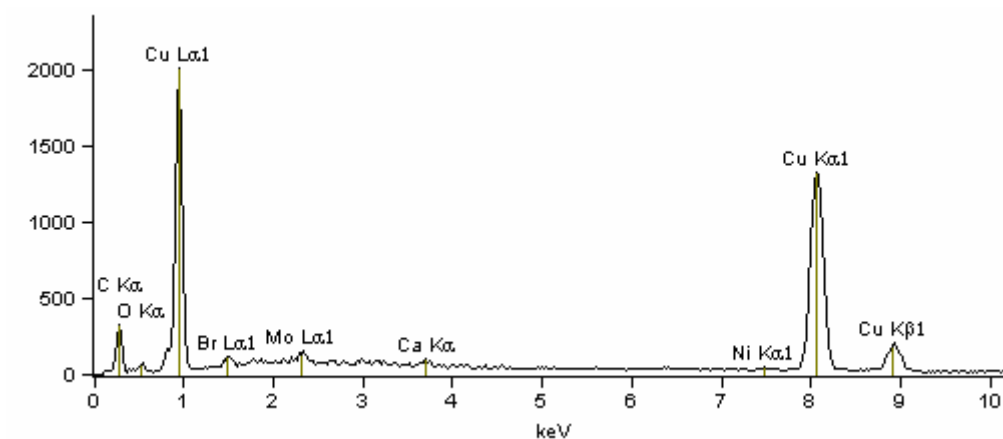


Figura 5.32 - EDS do ponto 2 da borda do magneto recoberta em prata após 21 dias em ácido láctico

O EDS do ponto 3 (área cinza escuro), da borda do magneto evidencia o elemento Cu componente da camada de recobrimento intermediária, traços de Ni elemento componente da camada interna e Fe, componente da liga magnética (Figura 5.33).

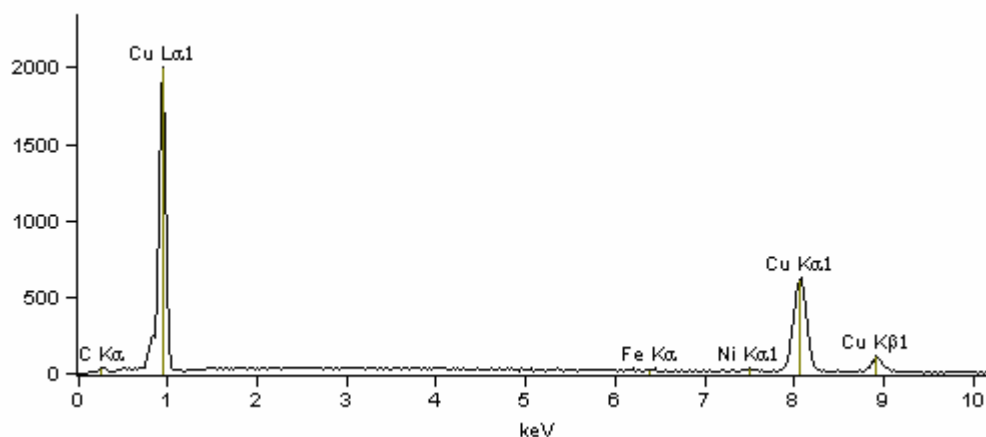


Figura 5.33 - EDS do ponto 3 da borda do magneto recoberta em prata após 21 dias em ácido láctico.

As composições dos outros pontos obtidos pelo espectro EDS estão representados na tabela V.9

Tabela V.9- Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises.

	<i>C</i>	<i>O</i>	<i>Ca</i>	<i>Fé</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Br</i>	<i>Mo</i>	<i>Ag</i>
<i>Ag1(8)_pt1</i>	7.99	1.61				3.65			86.75
<i>Ag1(8)_pt2</i>	28.67	2.40	0.30		0.91	66.06	0.00	1.65	
<i>Ag1(8)_pt3</i>	9.47			0.39	1.13	89.02			
<i>Ag1(8)_pt4</i>	19.73	3.71			1.39	75.17			
<i>Ag1(8)_pt5</i>	31.89	11.30	0.31			49.99		6.50	

5.3.3-MEV do centro do magneto recoberto em prata após 70 dias (final do experimento) de imersão em ácido láctico.

A análise por MEV do magneto recoberto em prata após 70 dias de imersão (final do experimento) em sua região central mostra um material apresentando uma morfologia que é compatível com um material corroído (Figura 5.34).

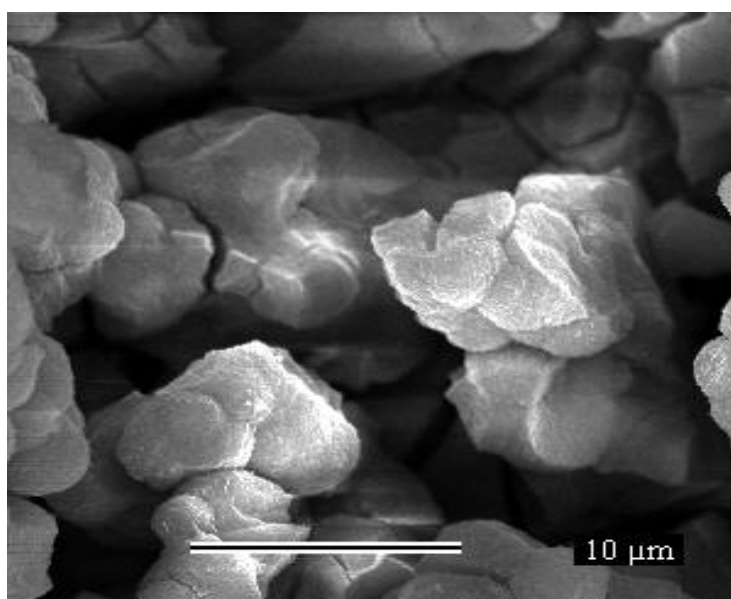


Figura 5.34 - MEV do magneto recoberto em prata da região central, ao final do experimento.

O EDS do magneto recoberto em prata em sua região central apontou a presença dos elementos constituintes das camadas de recobrimento intermediária Ni, dos elementos C e O, do Fe e dos elementos terra raras constituintes da liga magnética Pr, Nd, além de traços de Nb, Si, Al, (Figura 5.35). A quantidade de O no espectro sugere grande oxidação dos elementos.

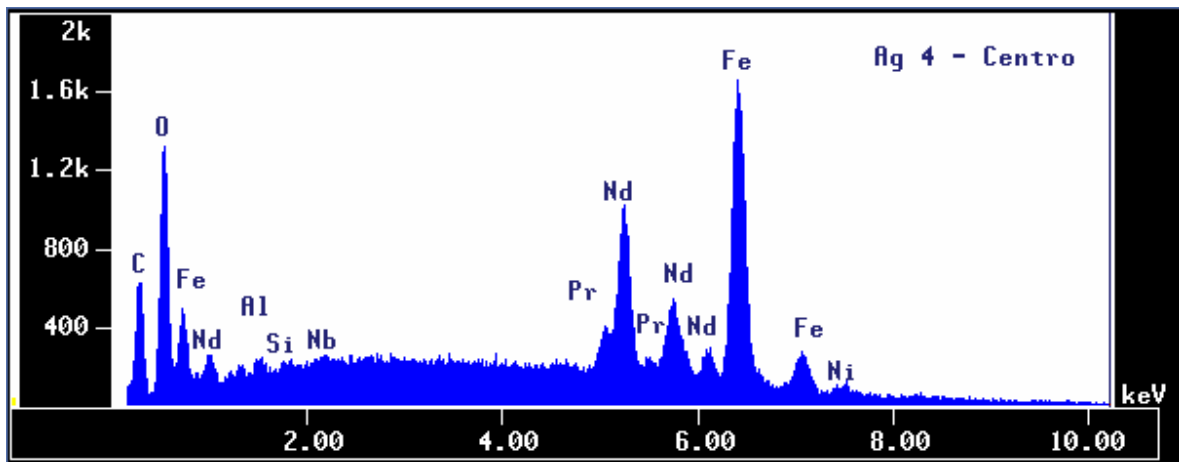


Figura 5.35- EDS da região central do magneto recoberta em prata 70 dias em ácido láctico

A imagem por MEV do magneto recoberto em prata após 70 dias de imersão (final do experimento), mostra um material com uma morfologia compatível com material corroído por oxidação em sua borda (Figura 5.36).

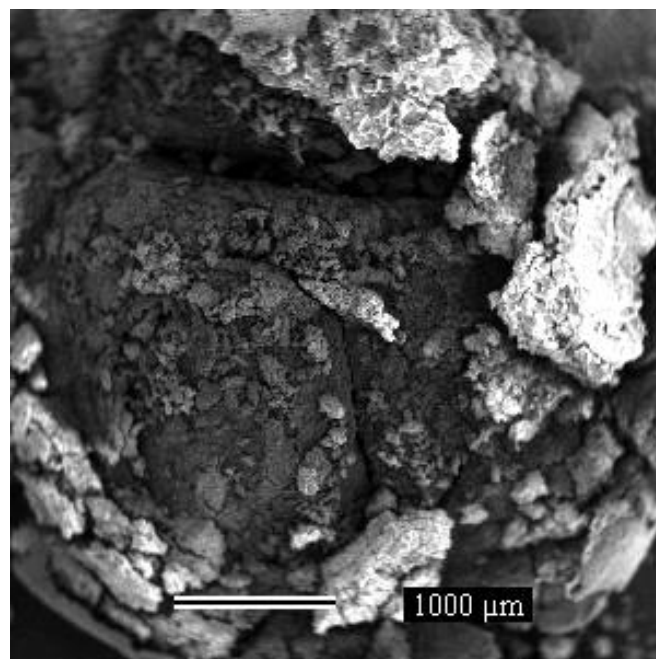


Figura 5.36 - MEV da borda do magneto recoberto em prata, 70 dias.

A borda do magneto revestido em prata também foi analisada. O EDS apontou a presença dos elementos terras raras constituintes da liga magnética Nd, Fe, além de Pr, C, O, e traços de Al e Ni este componente da camada intermediária de recobrimento (Figura 5.37).

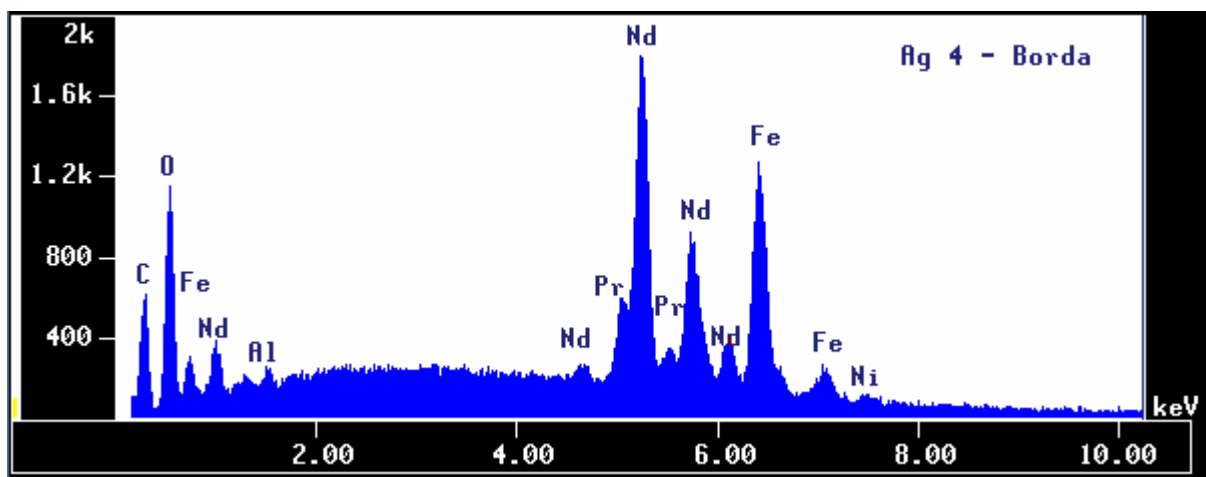


Figura 5.37 - EDS da borda do magneto recoberta em prata 70 dias em ácido láctico

Em todas as análises (MEV e EDS) feitas nos magnetos revestidos em prata 14, 21 e 70 dias após a imersão em ácido láctico foram verificadas uma degradação das camadas de revestimento e da liga magnética oriundas do processo de corrosão do material. Os elementos constituintes das camadas de recobrimento bem como da liga magnética, foram identificados em todas as etapas das análises além da presença do oxigênio, o que denota a corrosão desde as etapas iniciais.

5.3.4-MEV e EDS dos magnetos recobertos em ouro após 14 dias de imersão em ácido láctico

As análises por MEV na região central do magneto recoberto em ouro após 14 dias de imersão, mostraram uma destruição da camada superficial do recobrimento, expondo as camadas mais internas. Foram escolhidos os pontos para microanálises em função das diferentes reflectividades da imagem. Como no magneto revestido em prata, aqui também apontou a presença de trincas e defeitos pontuais por toda a superfície (Figura 5.38).

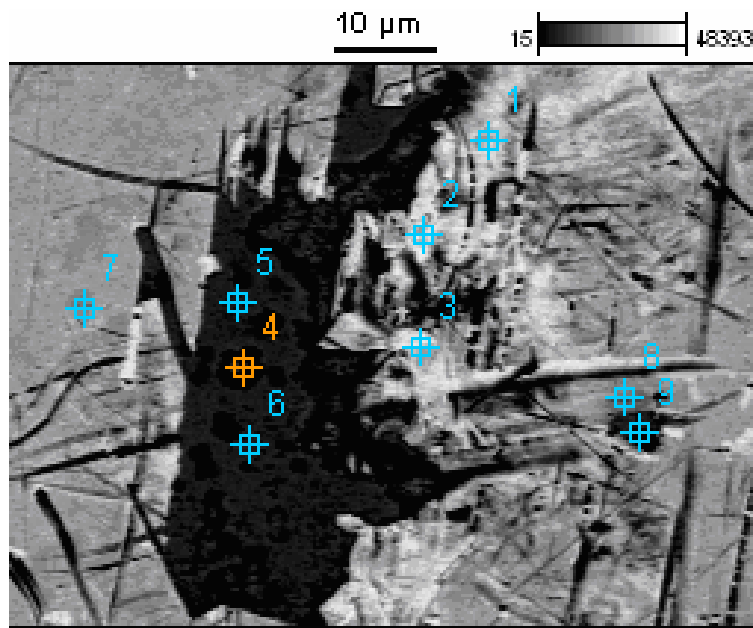


Figura 5.38 - MEV da região central do magneto revestido em ouro.

O EDS do ponto 1 da região central do magneto recoberto em ouro, na região mais clara, apontou a presença do elemento Au da camada de recobrimento superficial e traços de Cu, constituinte da camada interna de recobrimento, além de Al (Figura 5.39). Neste caso também se houvesse uma homogeneidade do recobrimento superficial, não seria possível a detecção do Cu.

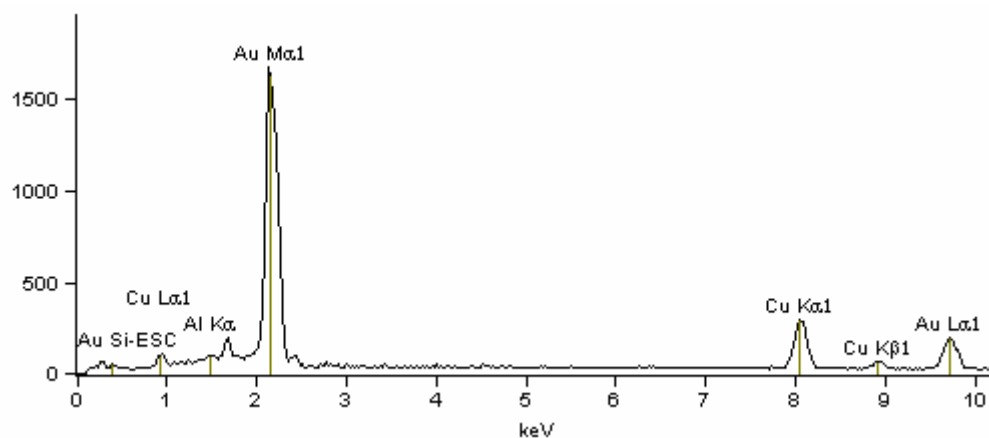


Figura 5.39 - EDS do ponto 1 da região central do magneto recoberta em ouro após 14 dias em ácido láctico.

O EDS do ponto 3 da região central do magneto recoberto em ouro também apontou a presença do elemento Au e traços de Ni, Cu, constituintes das camadas intermediária e interna do recobrimento, além de Al, Ti. Novamente os elementos dos recobrimentos intermediários e internos estão presentes neste ponto avaliado (Figura 5.40).

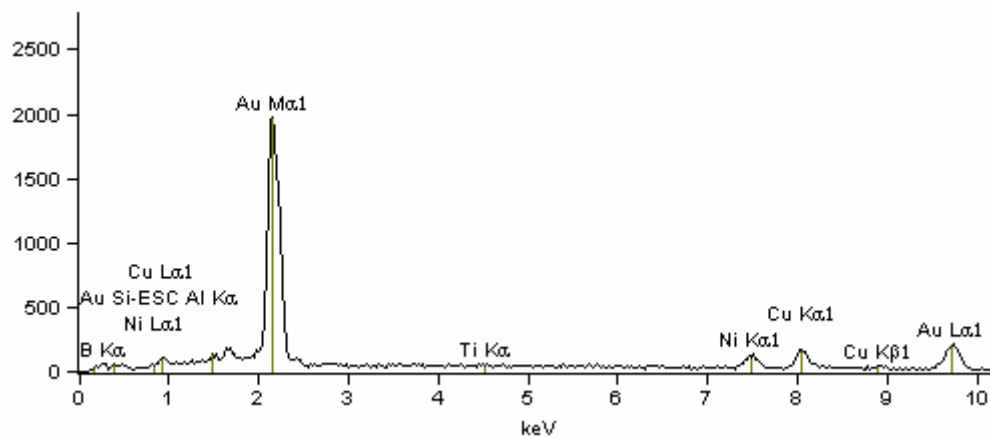


Figura 5.40 - EDS do ponto 3 da região central do magneto recoberta em ouro após 14 dias em ácido láctico.

O EDS do ponto 4 da região central mais escura do magneto recoberto em ouro apontou a presença do elemento Cu, constituinte da camada intermediária do recobrimento (Figura 5.41)

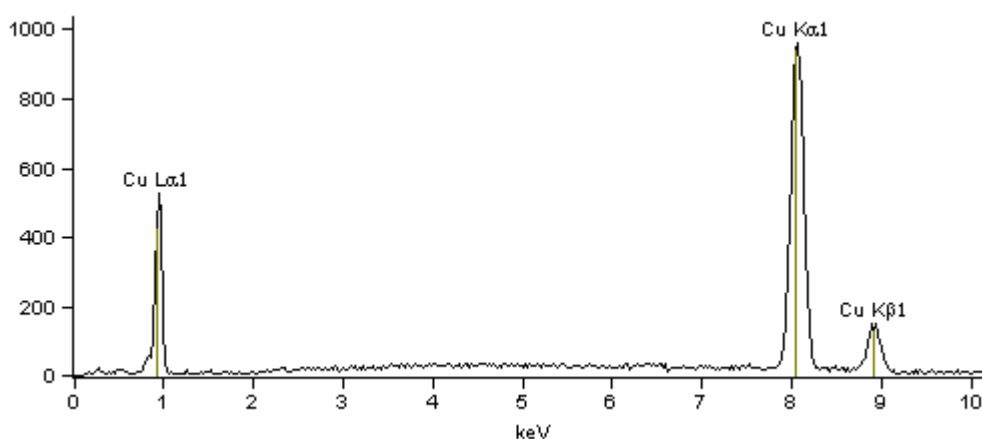


Figura 5.41 – EDS do ponto 4 da região central do magneto recoberta em ouro após 14 dias em ácido láctico.

As composições dos outros pontos obtidos pelo espectro EDS estão representados na tabela V.10.

Tabela V.10- Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises.

	<i>B</i>	<i>O</i>	<i>Al</i>	<i>Ti</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Au</i>
<i>Au3centro_pt1</i>			0.40			22.66	76.95
<i>Au3centro_pt2</i>			0.41		2.32	13.01	84.25
<i>Au3centro_pt3</i>	6.59		0.59	0.26	6.17	9.46	76.92
<i>Au3centro_pt4</i>						100.00	
<i>Au3centro_pt5</i>		1.24				98.76	
<i>Au3centro_pt6</i>		3.21				96.79	
<i>Au3centro_pt7</i>	9.08					39.09	51.82
<i>Au3centro_pt8</i>						42.57	57.43
<i>Au3centro_pt9</i>		5.03			0.98	60.74	33.26

As análises por MEV da borda do magneto recoberto em ouro após 14 dias de imersão, tal qual a região central, também mostraram uma destruição da camada superficial do recobrimento, expondo as camadas mais internas. Foram escolhidos os seguintes pontos para micro análises (Figura 5.42).

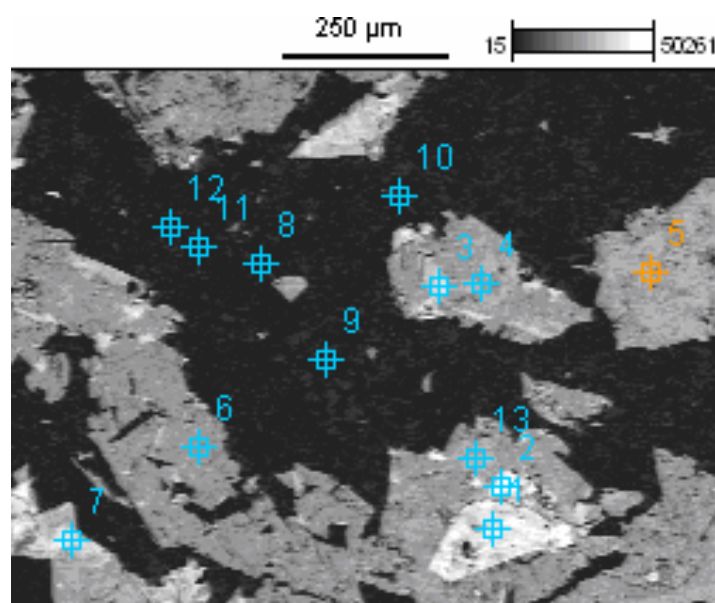


Figura 5.42- MEV da borda do magneto recoberto em ouro após 14 dias imersos em ácido láctico.

O EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberto em ouro, na região mais clara da imagem, apontou a presença dos elemento Au da camada superficial, Cu componente da camadas interna, traços de Fe, elemento componente da liga magnética e O e Al

O EDS do ponto 4 da borda do magneto recoberto em ouro também evidenciou o elemento Au da camada superficial, Cu componente da camadas intermediária, traços de Fe, elemento componente da liga magnética e O, Al, B, N (Figura 5.43).

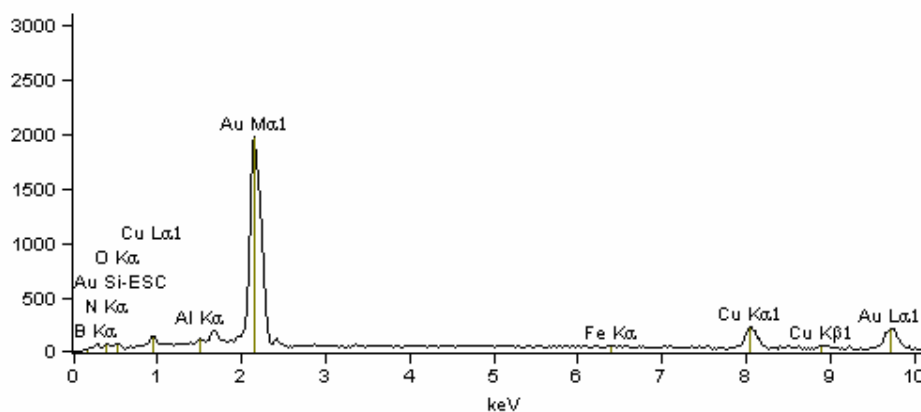


Figura 5.43 - EDS do ponto 4 da borda do magneto recoberta em ouro após 14 dias em ácido láctico.

O EDS do ponto 9 (área mais escura) da borda do magneto recoberto em ouro apontou a presença dos elemento, Cu componente da camadas interna, traços de Al e O (Figura 5.44).

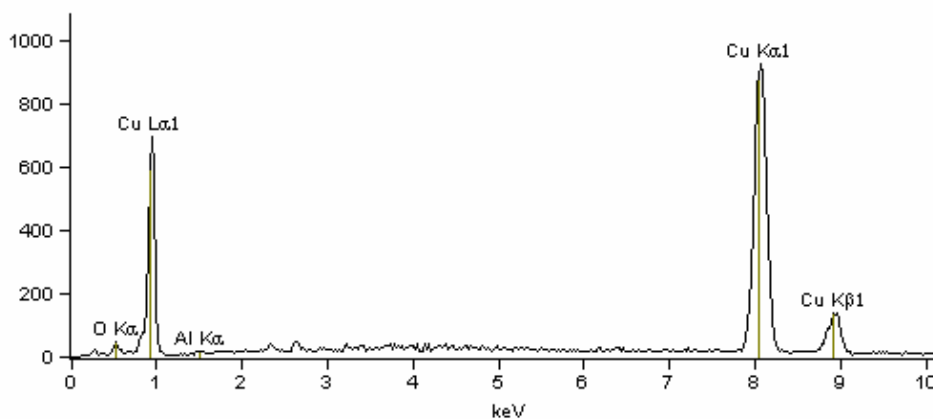


Figura 5.44 – EDS do ponto 9 da borda do magneto recoberta em ouro

após 14 dias em ácido láctico

As composições dos outros pontos obtidos pelo espectro EDS estão representados na Tabela V.11

Tabela V.11- Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises.

	<i>B</i>	<i>N</i>	<i>O</i>	<i>Al</i>	<i>S</i>	<i>Ca</i>	<i>Fé</i>	<i>Cu</i>	<i>Au</i>
<i>Au4centro_pt1</i>	4.67	4.15	5.54	0.67			0.63	14.15	70.19
<i>Au4centro_pt2</i>	6.01							14.25	79.74
<i>Au4centro_pt3</i>				0.57				23.02	76.42
<i>Au4centro_pt4</i>			3.00	0.68				57.41	38.91
<i>Au4centro_pt5</i>				0.61				43.82	55.58
<i>Au4centro_pt6</i>	8.69			0.58		0.23		40.82	49.68
<i>Au4centro_pt7</i>			6.40	0.39				25.90	67.31
<i>Au4centro_pt8</i>			4.81					95.19	
<i>Au4centro_pt9</i>			3.58	0.41				96.01	
<i>Au4centro_pt10</i>			13.41		0.84			85.74	
<i>Au4centro_pt11</i>			8.97		0.39			90.64	
<i>Au4centro_pt12</i>			13.11	0.49				86.40	
<i>Au4centro_pt13</i>	10.49			0.15				40.11	49.25

5.3.5-MEV e EDS dos magnetos recobertos em ouro após 21 dias de imersão em ácido láctico

A análise por MEV da região central do magneto recoberto em ouro após 21 dias de imersão, mostra a topografia irregular superficial evidenciando a presença de defeitos pontuais e trincas por toda a superfície da amostra analisada (Figura 5.45). Foram escolhidos os pontos citados na imagem para as microanálises.

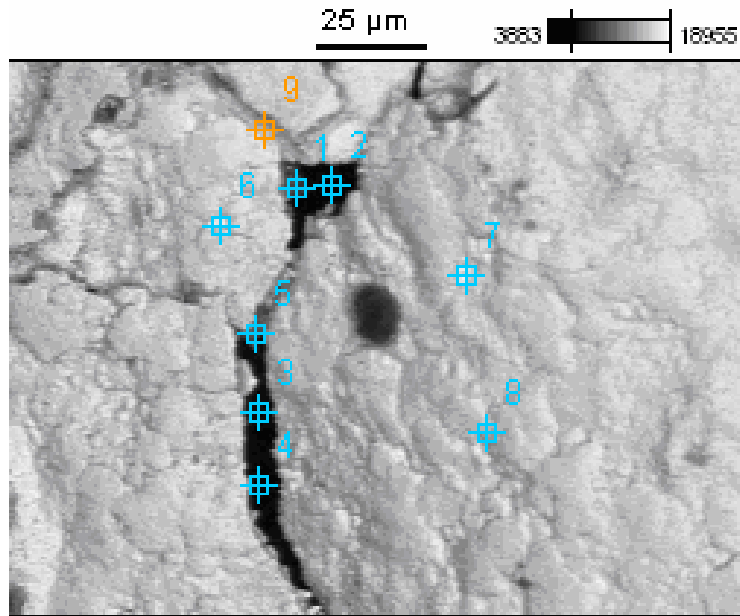


Figura 5.45 - MEV da região central do magneto revestido em ouro após 21 dias imersos no ácido láctico.

O EDS do ponto 1 (área mais escura) da região central do magneto apontou a presença dos elementos, Cu e Ni componentes das camadas intermediária e interna do recobrimento, mostra ainda o Nd e o Fe componentes da liga magnética e traços de Ca, Si e C (Figura 5.46).

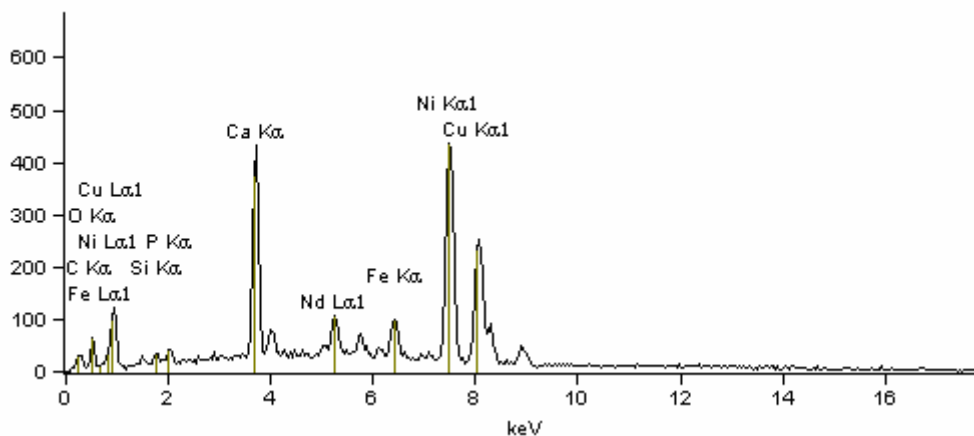


Figura 5.46 – EDS do ponto 1 da borda do magneto recoberta em ouro após 21 dias imerso em ácido láctico

O EDS do ponto 2 da borda apontou a presença dos elementos Fe, Nd componentes da liga magnética, Cu e Ni componentes das camadas intermediária e interna do revestimento (Figura 5.47).

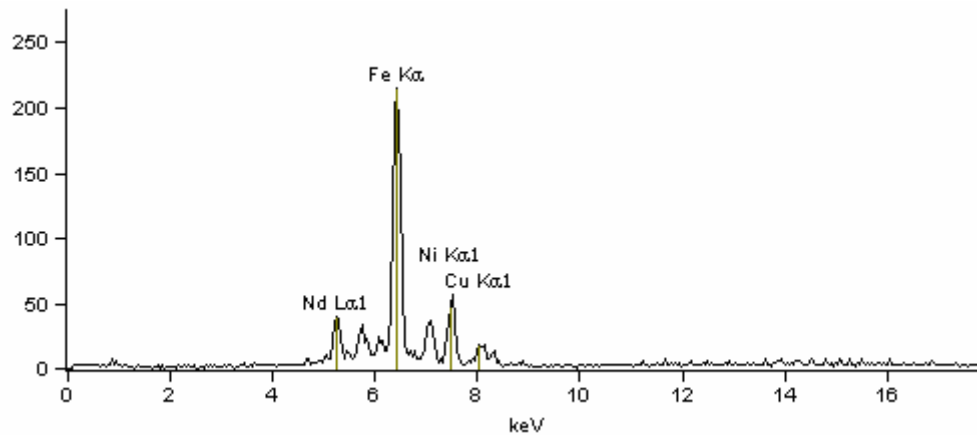


Figura 5.47- EDS do ponto 2 da borda do magneto recoberta em ouro após 21 dias imerso em ácido láctico

O EDS do ponto 7 na região mais clara da borda, tal qual o ponto 1, também apontou a presença dos elementos, Cu e Ni componentes das camadas intermediária e interna do revestimento, mostra ainda o Fe componentes da liga magnética e traços de O e C (Figura 5.48).

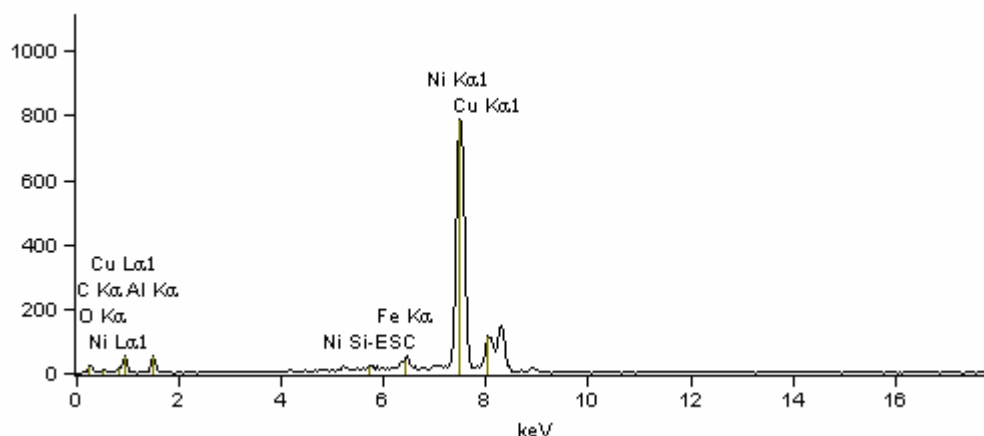


Figura 5.48 - EDS do ponto 7 da borda do magneto recoberta em ouro 21 dias em ácido láctico.

As composições dos outros pontos obtidos pelo espectro estão representados na tabela V.12

Tabela V.12- Concentração em % dos elementos nos pontos escolhidos para análises

	<i>C</i>	<i>O</i>	<i>Al</i>	<i>Si</i>	<i>P</i>	<i>Ca</i>	<i>Fé</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Mo</i>	<i>Ce</i>	<i>Nd</i>
<i>Au3(10)_pt1</i>	7.34	7.25		0.37	0.51	9.74	3.91	38.20	27.42			5.25
<i>Au3(10)_pt2</i>							56.13	24.06	8.79			11.02
<i>Au3(10)_pt3</i>	27.47	11.82	0.65	0.44		0.27	1.57	7.61	48.62			1.55
<i>Au3(10)_pt4</i>	13.89	4.55	0.67				0.74	5.96	74.19			
<i>Au3(10)_pt5</i>	21.57	14.54				5.40	8.60	28.17	14.90			6.81
<i>Au3(10)_pt6</i>	15.54	9.90	0.77	0.25		1.20	1.70	53.82	16.03	0.65	0.14	
<i>Au3(10)_pt7</i>	5.95	0.83	1.92				1.82	81.92	7.55			
<i>Au3(10)_pt8</i>	10.68	1.86	2.93				1.54	77.26	5.73			
<i>Au3(10)_pt9</i>			1.14				2.58	78.03	18.26			

5.3.6-MEV do centro do magneto recoberto em ouro após 70 dias (final do experimento) de imersão em ácido láctico.

A análise por MEV do magneto recoberto em ouro após 70 dias de imersão (final do experimento), tal qual o magneto recoberto em prata, mostra um material com uma morfologia compatível com material corroído por oxidação (Figura 5.49).

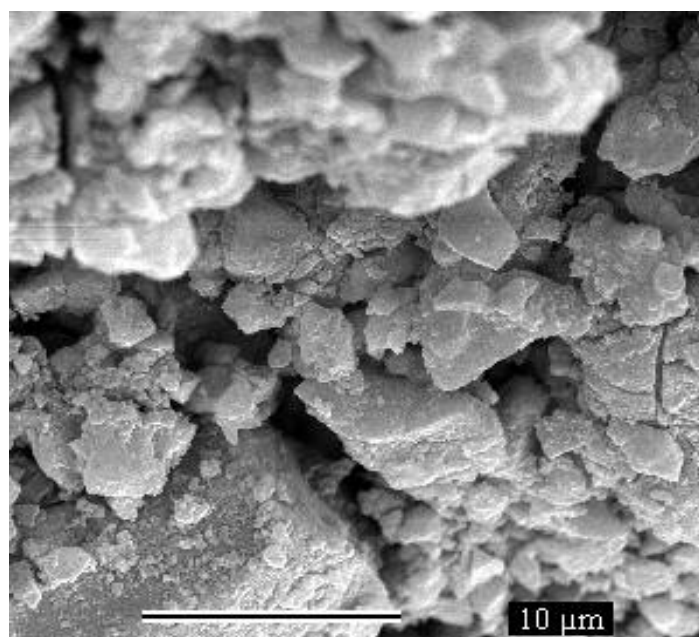


Figura 5.49 - MEV da região central do magneto recoberto em ouro, ao final do experimento.

O EDS do magneto recoberto em ouro apontou a presença dos elementos constituintes da liga magnética Nd, Fe e traços de C, O, Al e Pr (Figura 5.50).

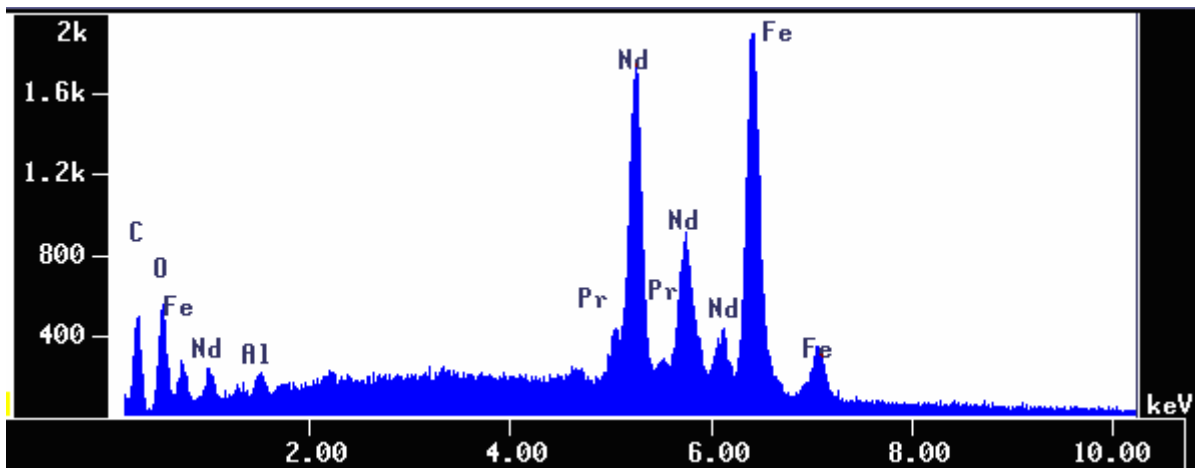


Figura 5.50 -EDS do recoberto em ouro da região central, ao final do experimento.

A análise por MEV da borda do magneto recoberto em ouro após 70 dias de imersão (final do experimento), evidencia uma superfície irregular. Semelhante a região central, a borda do magneto apresenta também uma morfologia típica de um material corroído (Figura 5.51).

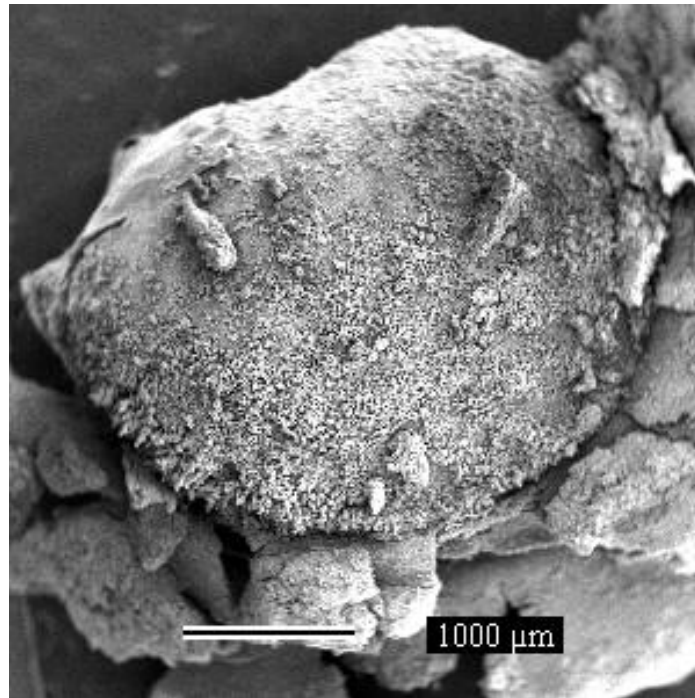


Figura 5.51 - MEV da borda do magneto recoberto em ouro, ao final do experimento.

O EDS da borda do magneto recoberto em ouro apontou, tal qual a análise da região central, a presença dos elementos constituintes da liga magnética Nd, Fe e traços de C, O, Al, Si, Pr e Nb (Figura 5.52).

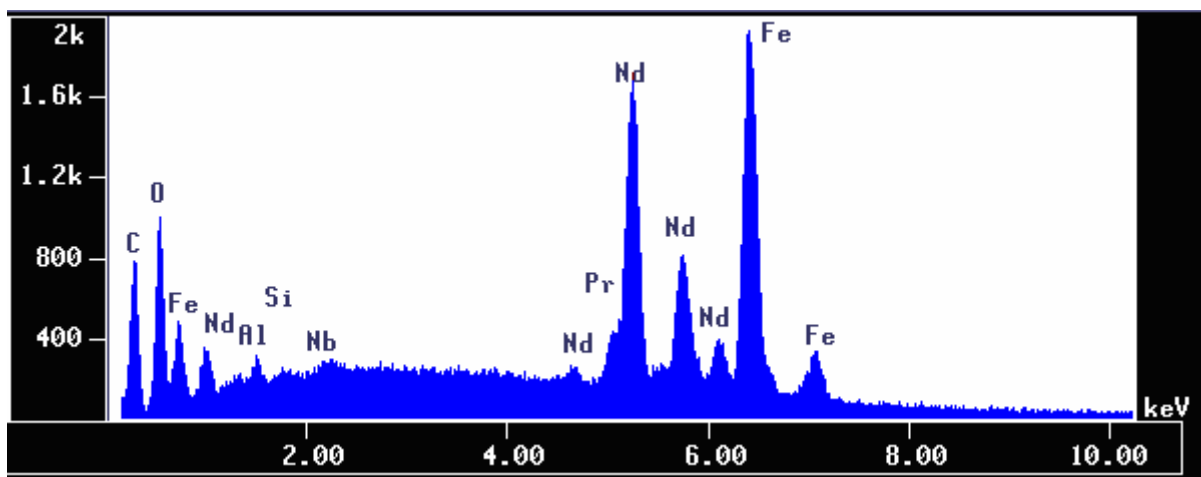


Figura 5.52 –EDS da borda do magneto recoberto em ouro, ao final do experimento.

Assim como as análises feitas nos magnetos revestidos em prata, em todas as análises (MEV e EDS) feitas nos magnetos revestidos em ouro 14, 21 e 70 dias após a imersão em ácido láctico

foi também verificado uma degradação das camadas de revestimento e da liga magnética oriundos do processo de corrosão do material. Os elementos constituintes das camadas de recobrimento bem como da liga magnética em todas as suas fases, foram identificados em todas as etapas das análises além da presença do oxigênio, o que denota a corrosão desde as etapas iniciais das análises. O processo de corrosão em ambos os magnetos recobertos em ouro e em prata, foi semelhante.

5.4-Espectroscopia de Absorção Atômica.

Os resultados das análises semanais de espectroscopia de absorção atômica apontam um aumento da liberação do elemento ferro na solução segundo Tabela V.13.

Tabela V.13 - Dosagem do elemento Fe (ppm) na solução de ácido láctico

<i>Amostra</i>	<i>7 dias</i>	<i>14 dias</i>	<i>21 dias</i>	<i>28 dias</i>	<i>35 dias</i>	<i>42 dias</i>
<i>Nd₂Fe₁₄B</i> <i>(recob-Ag)-1</i>	0,35	1,48	4,45	516	1780	2900
<i>Nd₂Fe₁₄B</i> <i>(recob-Ag)-2</i>	0,14	1,28	3,02	1229	2570	3550
<i>Nd₂Fe₁₄B</i> <i>(recob-Ag)-3</i>	0,49	0,39	0,38	0,47	0,51	0,72
<i>Nd₂Fe₁₄B</i> <i>(recob-Ag)-4</i>	2,28	1,82	8,33	33,5	1555	2950
<i>Nd₂Fe₁₄B</i> <i>(recob-Au)-1</i>	0,22	0,26	1,10	47,3	100	100
<i>Nd₂Fe₁₄B</i> <i>(recob-Au)-2</i>	0,86	0,27	47,3	1607	1880	2450
<i>Nd₂Fe₁₄B</i> <i>(recob-Au)-3</i>	0,28	0,42	79,3	81,8	1560	2175
<i>Nd₂Fe₁₄B</i> <i>(recob-Au)-4</i>	0,26	1,67	29,12	1161	1625	2263

É possível que o aumento de elemento Fe nas soluções verificado nesta análise tenha acontecido em decorrência dos defeitos superficiais das amostras verificados nas análises por

MEV segundo as Figuras 5.16. e 5.18. Estes defeitos no recobrimento propiciaram uma infiltração da solução ácida para as camadas mais internas dos magnetos, expondo o substrato da liga e tornando reativo os elementos ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) bem como os elementos constituintes das camadas intermediárias (Cu, Ni) com o oxigênio do ácido láctico. A maioria dos magnetos de ambos os grupos se deteriorou. Os magnetos $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (recob-Ag)-3 e $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (recob-Au)-1 evidenciaram uma liberação do elemento Fe ao longo do experimento menor que as outras amostras. Provavelmente o fato seja em decorrência de melhor recobrimento superficial destes magnetos selando-o com maior eficácia, o que indica uma heterogeneidade no processo de recobrimento.

5.5 - Difratomia de Raios X final.

Conforme os resultados da espectroscopia de absorção atômica apontam, ocorre uma crescente liberação do íon Fe na solução. Utilizou-se difração de raios X para verificar as fases formadas devido à corrosão.

Os resultados de difração de raios X das amostras recobertas em ouro corroídos estão mostrados na Figura 5.53 e 5.54. Magnetos recobertos em prata corroídos têm resultados similares. Verificou-se a formação de fases como FeO, Fe_2O_3 , Nd_2O_3 , etc, que indicam a oxidação devido a corrosão.

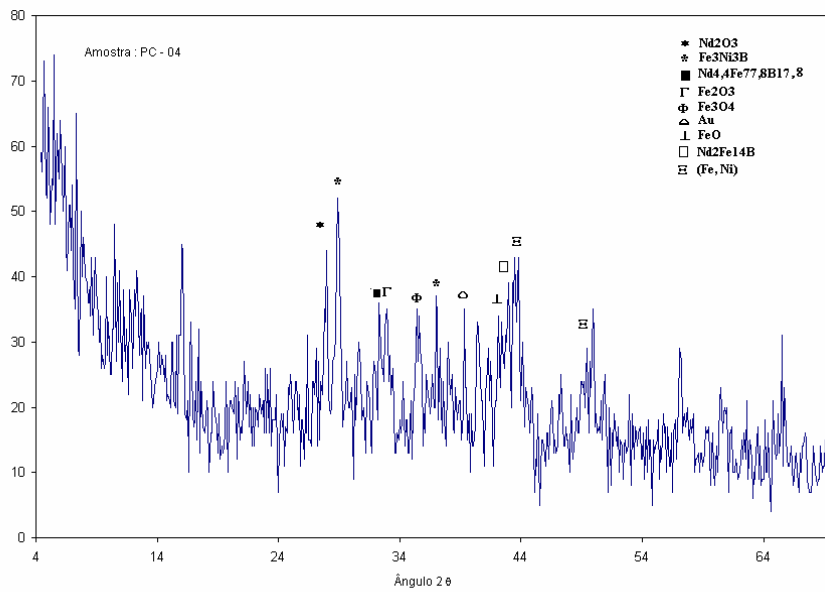


Figura 5.53 - Difratoograma do magneto recoberto em ouro.
Após corrosão, material pulverizado.

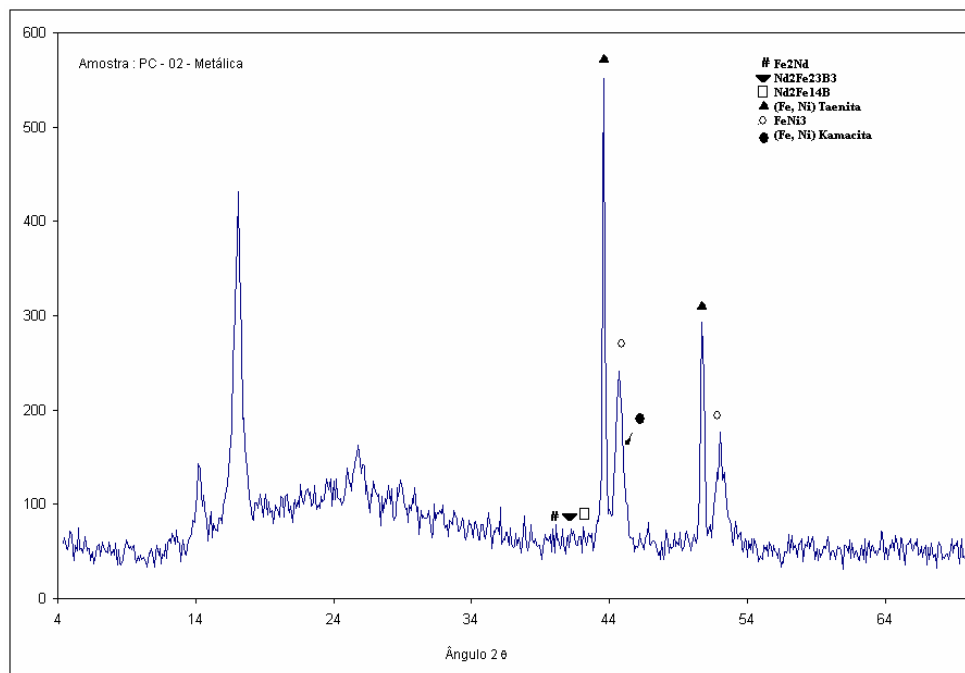


Figura 5.54-Difratoograma do magneto recoberto em ouro.
Após corrosão, material íntegro.

5.6-Resultados das Análises Campo Magnético/Corrosão Magnética.

Foram realizadas 10 medidas de campo magnético da amostra controle para avaliação do erro de medida, cujo valor aferido foi de 0,99 mV.

Em ambos os grupos de magnetos, os valores dos campos magnéticos normalizados apenas oscilaram nas primeiras cinco semanas de experimentos.

Entretanto a partir da 6ª semana possivelmente com o incremento do processo corrosivo e a degradação progressiva das camadas intermediárias dos recobrimentos, verificou-se um decaimento dos valores dos campos magnéticos em ambos os grupos de magnetos (Figuras 5.56 5.57). A partir da 10ª semana os magnetos foram destruídos (Figura 5.55).

Os magnetos recobertos em ouro e em prata apresentaram um processo de corrosão semelhante ao longo do tempo embora os magnetos recobertos com ouro tenham sofrido uma menor perda de campo magnético pois apresentaram um valor médio de campo maior do que os de prata ou seja 0,7333 mV para os de ouro e 0,6803 mV para os de prata. No entanto o teste t (incertezas das médias) mostrou que essas diferenças não foram significativas.

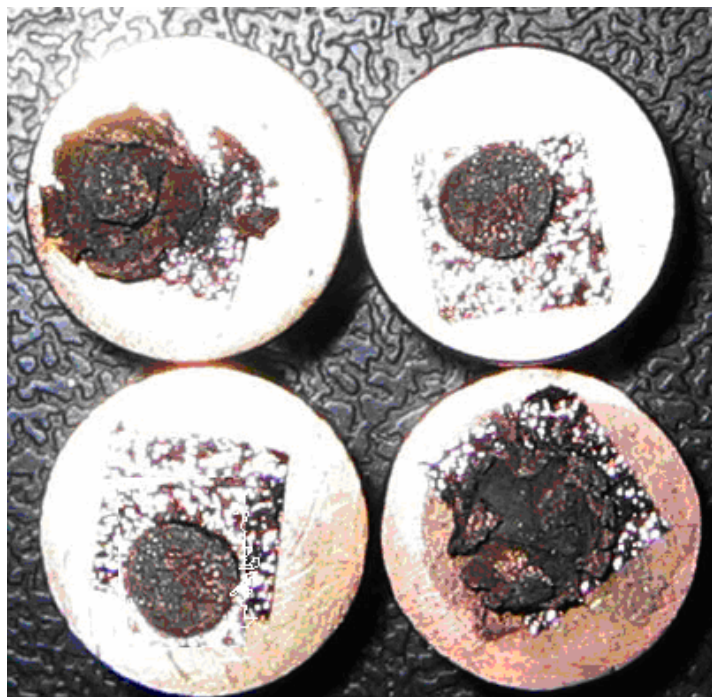


Figura 5.55 - Magnetos destruídos pela corrosão ao final do experimento.

Ocorreu uma diminuição significativa do campo magnético em função do tempo em que os magnetos de ouro e prata estiveram imersos na solução de ácido láctico, verificado nas figuras 5.57 e 5.58 ($F=46,91$, $gl= 9$; $p<0,001$). Onde:

F = razão entre a variação atribuída à variável-teste (tempo) sobre a variação total da amostra

gl = grau de liberdade (n-1)

p = grau de significância

Os valores dos campos magnéticos normalizados dos magnetos recobertos em ouro e em prata aferidos no experimento se encontram na Tabela V.14

Tabela V.14 – Valores da variação dos campos magnéticos normalizados de magnetos recobertos em ouro e em prata em solução ácida registrados em mV.

Experimento	Au-1	Au-2	Au-3	Au-4	Ag-1	Ag-2	Ag-3	Ag-4
1	1,000	0,988	0,953	0,976	0,888	0,888	0,929	0,894
2	0,964	1,006	0,958	0,970	0,873	0,855	0,892	0,861
3	0,875	0,827	0,798	0,804	0,690	0,637	0,714	0,679
4	0,952	0,904	0,844	0,838	0,796	0,772	0,826	0,784
5	0,950	0,933	0,860	0,838	0,821	0,799	0,905	0,877
6	0,933	0,922	0,710	0,698	0,760	0,726	0,844	0,777
7	0,831	0,712	0,887	0,847	0,751	0,802	0,446	0,559
8	0,645	0,574	0,890	0,226	0,548	0,503	0,665	0,652
9	0,489	0,160	0,537	0,287	0,356	0,410	0,670	0,511
10	0,379	0,028	0,310	0,200	0,069	0,179	0,428	0,172
Media	0,802	0,705	0,775	0,669	0,655	0,657	0,732	0,677
Desvio	0,220	0,349	0,206	0,308	0,261	0,227	0,182	0,221

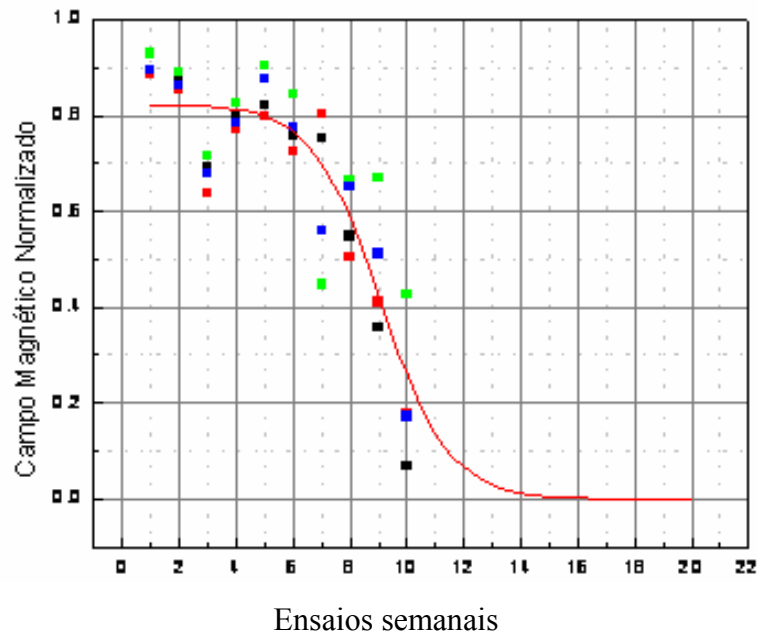


Figura 5.56-Relação do campo magnético do magneto recoberto em prata em função do tempo de imersão em ácido láctico.

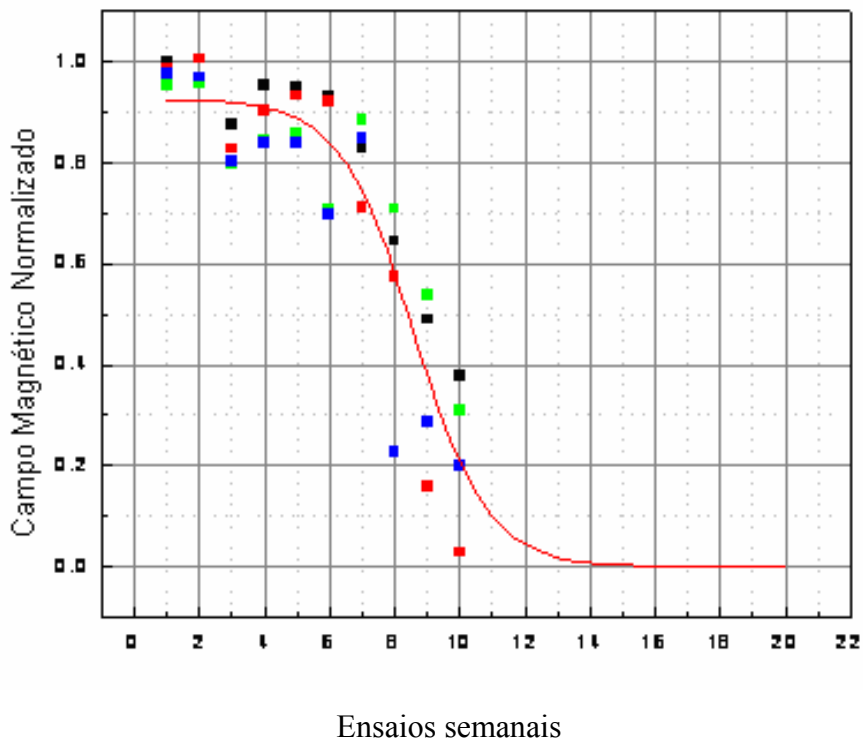


Figura 5.57-Relação do campo magnético do magneto recoberto em ouro em função do tempo de imersão em ácido láctico.

CAPITULO VI

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Diante das exigências clínicas do meio bucal onde os dentes e as bases ósseas mal posicionadas requerem movimentos tridimensionais com a mecânica convencional e biocompatibilidade dos materiais empregados, torna-se relevante o conhecimento não apenas dos níveis fisiológicos de forças magnéticas, mas também a elaboração de uma engenharia magnética no meio bucal para que os mesmos possam desempenhar o seu papel nos três planos do espaço.

O sistema de força magnética espacial se refere à associação da força magnética de atração em seus três vetores componentes: Força vertical (F_x), que age ao longo do eixo craniocaudal (x); a força de cisalhamento lateral (F_y) que age a longo do eixo transversal (y), e a força de cisalhamento sagital (F_z) que atua ao longo do eixo póstero-anterior.

Os valores de forças (F_x) desenvolvidas pelos magnetos na configuração atrativa e repulsiva em função das distâncias (Tabelas V.5 e V.6) são bem próximos. Talvez a falta de um alinhamento preciso entre os magnetos na configuração repulsiva tenha provocado a pequena diferença entre os valores. A força atrativa máxima obtida a uma distância de 0,5 mm entre os magnetos foi de 0,80 N (Tabela V.5). Com o aumento das distâncias entre os magnetos, feito de 0,5 mm em 0,5 mm, ocorreu uma diminuição gradual dos níveis de forças desenvolvidas por estes. O valor mínimo de forças geradas pelos magnetos e suficientes para a movimentação dentária foi 0,15 N para uma distância de 2,5 mm (Tabelas V.5 e V.6). Todos os valores de forças obtidos no intervalo de 0,5 mm a 2,5 mm encontram-se dentro dos parâmetros de forças consideradas na mecânica convencional como eficientes para a movimentação dentária e oscilam entre 0,15 N e 1,50 N (Ricketts *et al*, 1996; Profitt, 1991). Entretanto, devemos considerar não apenas as distâncias lineares no eixo x que acarretam perdas energéticas com os afastamentos dos magnetos, como também o distanciamento no eixo y. O comportamento do campo magnético no eixo x foi semelhante ao comportamento das forças em função das distâncias, ou seja, também sofreram uma redução com o aumento das distâncias entre os magnetos.

Conforme esperado, ambas as medidas apontam para uma maior eficácia do campo magnético a curtas distâncias em ambos os eixos. No eixo y, os maiores valores dos campos magnéticos foram obtidos em um emparelhamento dos longos eixos intermagnetos. A oscilação do magneto no eixo y em ambas as direções (+ e -), provocou uma diminuição significativa do campo magnético. O comportamento do campo magnético na dependência angular seguiu o mesmo padrão dos outros eixos, entretanto, grandes inclinações angulares acarretaram perdas de campo magnético, maiores que os eixos x e y. Estes resultados estão de acordo com a literatura pesquisada.

Na Figura 5.24 foi verificado que uma diminuição de apenas 5° entre os eixos dos magnetos implica em um decaimento considerável do campo magnético, de 1 para 0,2. Porém, há de se considerar que a dimensão da sonda Hall (aproximadamente 2.0 mm) interposta aos magnetos durante o experimento e o afastamento nos eixos x e y pelo movimento pendular do magneto móvel, gerou um raio maior de translação entre eles. No meio bucal espera-se que com distâncias menores, o raio entre eles também será menor e conseqüentemente a diminuição do campo magnético não será tão intensa. Isto provavelmente irá possibilitar uma angulação maior entre os magnetos. Existe, entretanto, a possibilidade de inversão do pólo magnético oscilante a partir de grandes inclinações entre eles, ou seja, o pólo N do magneto oscilante, face a um grande ângulo estabelecido entre ele e o pólo fixo, passa a interagir com o pólo N do magneto fixo. O fato acarretaria o desenvolvimento de um campo magnético repulsivo ao invés de atrativo. Em alguns procedimentos clínicos como desimpactações dentárias, onde os dentes inclusos encontram-se fortemente inclinados em relação ao plano oclusal, há de se buscar um menor ângulo possível entre os dois pólos magnéticos para não incorrerem em repulsão ao invés de atração magnética. Os campos magnéticos repulsivos são muito úteis nos movimentos de distalização molar, fechamento de mordida aberta anterior.

As duas características mais importantes em relação às aplicações para estes materiais são a coercividade e o “produto energético”, designado por $(B \times H)_{\max}$. Estes valores para os magnetos da liga $Nd_2Fe_{14}B$ (11600 G e 42 MGOe) são mais potentes em relação aos valores da liga de $SmCo_4$ (9200 G e 21 MGOe) e para liga $AlNiCo$ (3200 G e 2,5 MGOe) vide Tabelas I.1 e V.4. Conseqüentemente pode-se reduzir o volume do magneto sem perda de propriedades físicas, o que é relevante para o seu emprego na cavidade bucal devido à redução de espaços.

As forças atrativas magnéticas apresentam algumas características físicas importantes. Dentre elas podemos citar, a relação força-volume (F/V), a orientação centrípeta tridimensional, o fato de nenhuma barreira no meio bucal poder interromper a ação da força entre os magnetos, nenhuma fricção ocorrer na configuração da força de atração. Estas características poderão ser úteis em vários procedimentos clínicos. Na mecânica convencional (F_{ad}) as forças desenvolvidas pelos dispositivos mecânicos (fios metálicos, elásticos, molas) pela liberação das tensões acumuladas, sofrem um decaimento gradual em seus valores ao longo do tempo carecendo de sucessivas reativações periódicas. As forças magnéticas (F_{a1/d^2}) contrariamente à mecânica convencional, com a redução das distâncias entre os magnetos terá um aumento em seus valores, o que implica em pouca manipulação dos aparelhos, isenção de atrito e consequentemente redução dos níveis de forças necessários ao movimento ortodôntico.

Apesar de mostrarem-se eficazes para o desenvolvimento de forças ortodônticas, os magnetos de neodímio-ferro-boro mostraram-se bastante vulneráveis aos ataques corrosivos em meio ácido conforme verificado nas Figuras 5.33 e 5.35. A maioria dos autores considerou o potencial corrosivo dos magnetos no meio bucal. Neste trabalho também verificamos perdas consideráveis dos campos magnéticos dos magnetos ortodônticos de neodímio-ferro-boro submetidos a testes corrosivos com ácido láctico.

As análises iniciais das amostras magnéticas através do MEV evidenciaram desgastes drásticos na camada superficial do recobrimento. A presença de imperfeições pontuais e trincas em toda a sua superfície propiciaram a infiltração ácida nas camadas mais internas expondo o substrato da liga à completa degradação. Convém salientar o alto potencial corrosivo dos elementos terras raras (Nd, Pr) componentes da liga. Por falta de uma homogeneidade da camada superficial de recobrimento em ambos os grupos de magnetos, os elementos constituintes das camadas intermediárias e internas puderam ser detectados pelo EDS.

A análise EDS da liga magnética apontou que o magneto é constituído de uma principal fase a matriz magnética rica em Fe, apresentando também os elementos Nd, Pr, Si, Al e C. Foi identificado também uma outra fase rica em Nd e O que pode ser característico da oxidação do neodímio durante a preparação da amostra.

Normalmente, fases que ficam no contorno de grão destes ímãs, são referidas na literatura como fases não magnéticas, mas na realidade estas fases são diamagnéticas ou paramagnéticas, uma vez que, somente o vácuo, é um meio não magnético. A função destas fases, ricas em terra raras, é promover um isolamento magnético de cada grão da fase matriz (magneticamente dura). Assim, elementos tais como cobre e alumínio, são adicionados às ligas magnéticas para combinar com a fase magneticamente isolante no contorno de grão e melhorar outras propriedades como, por exemplo, resistência à corrosão. Obviamente, estes elementos que são adicionados às ligas devem ser “não magnéticos”, assim como é a fase rica em terra rara no contorno de grão. Esta fase isolante tem a função de impedir que paredes de domínio reverso, se movimente de um grão para outro. O Nióbio detectado nos magnetos é usualmente adicionado à liga para aumentar a coercividade (Faria e Lima, 2005).

Os resultados das análises dos magnetos de ambos os grupos submetidos a testes corrosivos em ácido láctico, apontaram desde o início dos testes (14, 21 e 70 dias), uma degradação progressiva, devido a um recobrimento deficiente. Após 21 dias de imersão os magnetos mostraram através da análise por MEV, soltura dos seus respectivos recobrimentos superficiais expondo as camadas mais internas e a liga magnética. Em decorrência disso os testes de espectroscopia de absorção atômica nas amostras apontaram um incremento na liberação do íon Fe^{+2} e Fe^{+3} , um dos principais elementos da liga. Entretanto, apesar do aumento do elemento Fe nas soluções, até a 5ª semana de experimento, o que denotava uma degradação do material, as medidas de campo magnético, sofreram apenas oscilações em seus valores. A partir da 6ª semana observou-se um declínio dos valores do campo magnético segundo figuras 5.57 e 5.58. É possível que o aumento da liberação do íon Fe^{+2} e Fe^{+3} na solução tenha propiciado a formação de novas fases, pela combinação com o oxigênio do ácido láctico [$\text{CH}_3\text{-CH}(\text{OH})\text{-COOH}$], como mostrada na difração de raios X da Figura 5.54.

As análises de difração de raios X iniciais em ambas as amostras de magnetos recobertos em Au e Ag, apontaram a predominância de fase $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (>70%), as fases Au, FeNi_3 , Fe, Ni em menor percentual (<10%) e traços de Nd_4 , 4Fe_{77} , 8B_{17} , 8 . Ao final dos experimentos corrosivos verificou-se a formação de novas fases (vide DRX). Estas fases com propriedades não ferromagnéticas, com exceção da magnetita (Fe_3O_4), acarretaram a desmagnetização das amostras.

Os magnetos recobertos em ouro e em prata inicialmente apresentaram um processo de corrosão semelhante. Ocorreu uma diminuição significativa do campo magnético em função do tempo em que os magnetos de ouro e prata estiveram imersos na solução de ácido láctico. Entretanto a média da variação do campo magnético no grupo de magnetos recobertos em ouro ao longo do experimento foi maior que a média da variação dos magnetos recobertos em prata, mostrando que o recobrimento em ouro foi mais eficaz que o de prata. No entanto o teste t mostrou que essas diferenças não foram significativas. Ocorreu uma diminuição significativa do campo magnético em função do tempo em que os magnetos de ouro e prata estiveram imersos na solução de ácido láctico ($F=46,91$, $gl= 9$; $p<0,001$).

Isto se explica pelo fato de ambos os grupos de magnetos serem recobertos pelo mesmo processo de deposição eletrolítica e apresentarem fissuras em seus recobrimentos que propiciaram a degradação progressiva das camadas superficiais, intermediárias e internas de recobrimento em meio ácido. O processo de recobrimento via deposição eletrolítica, mostrou-se ineficaz para esta finalidade.

No contexto ortodôntico o fator tempo de degradação do material é relevante, pois considerando-se que o tempo médio de tratamento em alguns casos é de 24 meses para a conclusão da terapia proposta, a diminuição do campo magnético gerador das forças magnéticas pelo processo corrosivo torna a mecanoterapia inócua rapidamente.

No quesito biocompatibilidade, observando os valores brutos (Tabela V.14) dos campos magnéticos aferidos nos experimentos corrosivos, e checando os valores dos campos magnéticos empregados por outros autores, verificamos que os valores encontrados neste trabalho se encontram em níveis toleráveis à saúde humana. O valor máximo do campo magnético obtido nos experimentos em milivolts foi de 1,0 mV correspondente a 0,001 Tesla (T) ou 1,0 mT. Este valor de campo magnético está aquém dos valores encontrado-se na literatura revisada.

Entretanto, a vulnerabilidade das camadas de recobrimento dos magnetos ao ataque ácido propiciou, além de uma degradação intensa do material comprometendo as suas propriedades físicas, a liberação de íons metálicos na solução ácida, oriundos tanto das camadas intermediárias e internas do recobrimento, quanto do substrato. Dentre estes elementos liberados na solução pelo recobrimento encontra-se o Ni e outros óxidos formados.

Metais em solução (como na cavidade bucal) liberam íons metálicos que são constantemente ingeridos, e o acúmulo desses produtos da corrosão no organismo podem causar problemas sistêmicos, cuja extensão não é totalmente conhecida. Alterações hematológicas e celulares em epitélios da gengiva decorrentes de produtos corrosivos foram verificadas pelos autores revisados, que atribuíram a degradação dos magnetos ortodônticos ao processo de fabricação dos mesmos, ou seja, a metalurgia do pó. No entanto, não se deve descartar a fragilidade do processo de recobrimento dos magnetos (deposição eletrolítica), talvez neste aspecto residam as limitações verificadas pelos materiais estudados.

Diante disto, para que este material seja utilizado no meio bucal com eficácia mecânica e biocompatibilidade efetiva, recomenda-se que o mesmo esteja hermeticamente selado.

CAPÍTULO VII

CONCLUSÕES

Em função dos resultados obtidos e discutidos do trabalho conclui-se que:

1- Através das microanálises por MEV e EDS verificou-se que os magnetos apresentam como fase principal, $Nd_2Fe_{14}B$ apresentando ainda as fases Fe e Ni e são recobertos por 3 camadas. Camada interna rica em Ni, camada intermediária rica em Cu e camada superficial rica em Au e em Ag. As análises por MEV mostraram a presença de micro-trincas e defeitos pontuais por toda a superfície dos magnetos.

2-Os níveis de forças gerados pelos magnetos estudados em configurações atrativas e repulsivas são suficientes para induzir alterações bioquímicas que são requeridas para produzir movimentos ortodônticos tridimensionalmente. Convém salientar, no entanto, que estas forças são mais eficazes a curtas distâncias.

3-Verificou-se também um decaimento dos valores dos campos magnéticos nos eixos y e na dependência angular. Os maiores valores foram observados quando do paralelismo dos magnetos no eixo y e com os magnetos pouco angulados entre eles. Em ortodontia, as forças magnéticas atrativas são mais eficazes em movimentos de propulsão da mandíbula e desimpactações dentárias, pois ocorrerá um aumento gradual das forças sem a necessidade de ativações periódicas, manipulações pelo profissional e sendo que estas forças são isenta de atritos entre os materiais. As forças repulsivas são eficientes nas distalizações e intrusões dentárias.

4-Foi verificado uma heterogeneidade dos magnetos do ponto de vista de fabricação (via metalurgia do pó) e /ou do processo de recobrimento via deposição eletrolítica. Apesar de mostrarem-se eficazes na geração de forças ortodônticas, os magnetos recobertos em ouro e em prata, imersos em solução ácida simulando meio bucal, apresentaram uma corrosão progressiva das camadas de recobrimento e da liga magnética desde as fases iniciais do experimento. Este dado é de relevância clínica, pois a diminuição do campo gerador das forças magnéticas torna estas forças rapidamente inócuas para emprego em ortodontia.

CAPÍTULO VIII

PERSPECTIVAS

A despeito do êxito mostrado pelos magnetos para a movimentação dentária, é primordial que se busquem alternativas de recobrimentos eficazes que apresentem tanto resistência a ataques químicos, quanto resistência mecânica no meio bucal. Propomos para trabalhos futuros:

- 1- Que se avance nas pesquisas de novos materiais com propriedades magnéticas como compósitos biocompatíveis, formados por matrizes poliméricas, para emprego ortodôntico.
- 2- Novos mecanismos de recobrimentos tais como, superfícies anticorrosivas, hidrofóbica, biocompatível dentre outros. Estas superfícies, por exemplo, podem ser de dióxido de titânio, ou hidróxiapatita, obtidas pelo processo sol gel
- 3- Interações dos campos magnéticos com a osteogênese.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANAT G. et al. Cephalometric and polysomnographic analyses of functional magnetic system therapy in patients with obstructive sleep apnea. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St Louis, v.120, no. 2, p. 169 -177, Aug. 2001.

ARAÚJO,R.C. Tese de Doutorado- IFGW/UNICAMP – 2000

BASSET CAL, PAUWLUK RJ, PILLA AA Acceleration of fracture repair by electromagnetic fields-A surgically noninvasive approach. Ann NY Acad Science 238:242-262:1974.

BERNHOLD M. et al. A magnetic Appliance for treatment of snoring patients with and without obstructive sleep apnea. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v. 113, n. 2 p. 144-155, May 1998.

BISH, D.L.; REYNOLDS JR., R.C. SAMPLE PREPARATION FOR X-RAY DIFFRACTION. IN: BISH, D. L.; POST, J. E. (EDITORS) Modern powder diffraction (reviews in mineralogy, v.20) washington. d.c.: mineralogical society of America, 1989. cap. 4, p.73-99.

BLECHMAN A.M. Magnetics Force Systems in Orthodontics. Clinical results of a pilot study. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop v. 87, n. 3, p. 201-210, Mar.1985.

BLECHMAN A.M.; SMILEY H. Magnetic force in Orthodontics. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v. 74, n. 4, p. 435-443. Oct. 1978.

BLECHMAN A.M.; STEGER E.R. A possible mechanism of action of repelling, molar distalizing magnets. Part.1. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v. 108, n. 4, p. 428 431, Oct. 1995.

BONDEMARK L.; KUROL J. Distalization of maxillary first and second molars simultaneously with repelling magnets. Europ. J Orthodont., London, v. 14, p. 264-272. 1992.

BONDEMARK, L. et al. Attractive magnets for Orthodontics extrusion of crown-root fractured teeth. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St.Louis, v.112, n. 2, p. 187 – 192, Nov 1997.

BONDEMARK, L. et al. Human dental pulp and gingival tissue after static magnetic field exposure. Europ. J. Orthodont. v.17, p. 85-91. 1995.

CALLISTER, W.D.J. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. Quinta edição, Editora LTC, 589 pp, 2002.

CERNY, R. et al Magnets-Orthodontics: The application of magnetic forces to Orthodontics. Aust Orthod J, v. 5, n. 3, p. 105 -113, Mar. 1978.

CREFCOEUR, J.M. Ferro-magnetisme als Kaakorthopaedisch Hulpmedel. Ned Tijdschr Tandh. v. 60, p. 1- 2, 1953.

CULLITY, B. D Introduction To Magnetic Materials Addison-Wesley, 1972

DARENDELILER, M.A. et al. Effects of static and pulsed electromagnetic fields on tooth movement. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St.Louis, v.107, n. 106, p. 578-588, Jun 1995.

DARENDELILER, M.A. *et al.* O. Openbite correction with Magnetic Activator Device IV **J** Clin. Orthod, Boulder, v. 29, n. 9, p. 569-576, Sept 1995.

DARENDELILER, M.A.; FRIEDLI, J.M. Treatment of an impacted canine with magnets. J Clin. Orthod, Boulder, v. 28, n. 11, p. 639 – 643, Nov 1994.

DARENDELILER, M.A.; JOHO, J.P. Magnetic Activator Device (MAD II) for correction of Class II, Division I Malocclusions. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St.Louis, v. 103, n. 3, p. 223 - 239, Mar 1993.

DASKALOGIANNAKIS, J.; McLACHLAN, R. Canine Retraction With rare earth Magnets: An investigation into the validity of the constant force hypothesis. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v.10, n. 5, p. 489 – 495, May 1996.

DELLINGER, E.L. A clinical assessment of the active vertical corrector; a nonsurgical alternative for skeletal open-bite treatment. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v. 89, n. 5, p. 428-436, May 1986.

DUTERLOO, H.S. Historic publication on the first use of magnets in orthodontics Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v. 10, n. 5, 15A -16A, Nov. 1995.

FARIA, R.N; LIMA, L.FC.P. Introdução ao Magnetismo dos Materiais. Ed.Livraria da Física, 192 p.2005.

FREEDMAN, H. Magnets to stabilize dentures. J Am Dent Assoc, v. 47 , p. 288 -297.1953.

GERLING, J.A;SINCLAIR,P.M; ROA,R.L. The effect of pulsating electromagnetic fields on condylar growth in guinea pigs. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, v.87,no3, 211-222, March 1985.

GIANELLY, A.A.; VAITAS, A.S. Distalization of molars with repelling magnets. J Clin Orthod, Boulder, v. 22, n. 1, p. 40 – 44, Jan. 1988.

GILLING, B. Magnetic retention for complete and partial overdenture. J Prostet Dent, v. 45, p. 484 – 491, 1981.

GRABER, T.M. Current status of magnetic forces in orthodontics. In: NANDA, R. Biomechanics in clinical Orthodontics. Philadelphia: W.B Saunders Company, 1997, p. 65-85.

GRABER,M.T; RAKOSI,T.; PETROVIC, A.G.Ortopedia Dentofacial com aparelhos Funcionais. Editora Guanabara Koogan. Rio de Janeiro.2a edição.1999,482p.

GRABER, T.M. Magnetos and impacted canines. Northcroft Memorial Lecture, British Society for the study of Orthodontics. Manchester, U.K.,September, 1989.

HYEON, S.H.; Ki, H.L – Intrusion of overeruped molars by corticomy and magnets. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v. 120, n. 2, p. 209-216, Aug 2001.

ITABAIANA SOBRINHO, S.;MOHALEM,N.D.S; CORTÉZ,E.M.Emprego de forças magnéticas em Ortodontia. Uma nova perspectiva. Pesquisa Odontológica Brasileira, v.6, suplemento (Anais da 19ª reunião da SBpO)2002.

ITABAIANA SOBRINHO,S.;MOHALEM,N.D.S.;MEIRABELLO,L.C.;ARDISSON.J.D LANA, L.B.S. Emprego de forças magnéticas para a desimpactação dentária. Um relato clínico. Revista Dental Press de Ortodontia e Ortopedia Facial, Maringá, v.11, n.1, p.63-72, janeiro/fevereiro 2006

ITOH, T. et al. Molar Distalization with Repeling Magnets. J Clin Orthod, Boulder, v. 25, n. 10, p. 611 – 617, Oct 1991.

JAVID N. The use of magnets in maxillofacial prothesis. J Prosthet Dent, Kat, v.25, n. 3, p. 334 – 341, Mar 1971.

JILES, J. Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, Chapman and Haal, 1991.

KAWATA, T. et al. A new Orthodontics force system of magnetic brackets. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop. St. Louis, v. 92, n. 3, p. 241-248, Sept 1987.

KITSUGI, A.; OKUNO, O.; NAKANO, T. The corrosion Behavior of Nd₂Fe₁₄B and SmCo₅ Magnets. Dental Materials Journal.v.11, p.119-129, 1992.

LINDER-ARONSON, A.; LINDSKOG, S. Effects of static magnetic fields on human periodontal fibroblasts in vitro. Sweden Dental Journal, v. 19, n. 4, p.131-137, Ap.1995.

MANCINI, G.P.; NOAR, J.H.; EVANS, R.D. The physical characteristics of neodymio iron boron magnets for tooth extrusion. The European Journal of Orthod.v.21, p.541-550, 1999.

MARTINS, D.R. et al. A utilização de forças magnéticas em Ortodontia. **Ortodontia**, São Paulo, v. 24, n. 1, p. 4 -8, Jan/Fev/Mar 1991.

Mc CORD, J.F.; HARVIE, H. Magnet used to extrude root of incisor with subgingival fracture. **Br J Orthod**, London, v.157, n.10 , p 320 – 322, Nov. 1984.

MEYER, K.,LORENZ, P., BOHL-KUHN, B.,KLOBES, P. Porous Solids and Their Characterization; Cryst. Res. Technol, 29-7 (1994) 903-930.

MORO A. et al. Distalização unilateral do Molar Superior Com a Utilização de Forças Magnéticas. **Ortodontia**, São Paulo, v. 28, n. 2, p. 34 – 47, Maio/Junho/julho 1995.

MULLER, M. The use of Magnets in Orthodontics: an alternative to produce tooth movement. **Europ. J Orthod**, London, v.6 ,n.2 , p. 247-253, April, 1984.

NOAR, J.H. Magnets in the treatment of impacted teeth. In:Congress of the American Association of Orthodontists, 98th, Annual Seccion, Dallas, Texas, 1999.(in press).

NOAR, J.H. et al An in vitro study into the corrosion of intra-oral magnets in the presence of dental amalgam. *Europ. J. Orthod.* V.25, 6, 615-619 p; 2003.

PHILLIPS, R.W. Materiais dentários, 10⁰ edição, editora Guanabara Koogan, 1998.

PROFFIT,W. Ortodontia Contemporânea. Pancast editora com. e repres. Ltda. São Paulo, 1991.567p.

RESENDE,S.M. Materiais e Dispositivos Magnéticos.In:A física de Materiais e dispositivos Eletrônicos.Recife:Editora da Universidade Federal de Pernambuco,1996,p.367-416.

RICKETTS, R.M. A Terapia Bioprogressiva. Editora Santos, 3a edição, 1996, 179 pp.

SANDLER, P.J. An attractive solution to unerupted teeth. *Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop*, St.Louis, v. 100, n. 6, p. 489-493, Dec 1991.

SMITH, R.L. e NAGEL, D.A. Effects of pulsing electromagnetic fields on bone growth and articular cartilage. *Clin. Orthop.* 181: 277, 1983.

SPRINGATE, S.D.; SANDLER, P.J. Micro-Magnetic retainers: An Atractive solution to fixed retention. Brit. J. Orthod, London, v. 18, n. 2, p. 139 -141, May 1991.

STAFOLLIANI, N.-Inflenza dei magneti ortodontici silla flora microbica orale. Minerva stomatologica 40:486, 1991.

TSUTSUI, H. et al. Studies on the SmCo magnet as a dental material, J Den. Res. 58:1597-1606,1979.

VARDIMON, D.A. *et al.* Rare Magnets and impactation. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop. St. Louis, v.100, n. 6, p. 494-512, Dec 1991.

VARDIMON, D. A.,MUELLER H.J: In- vivo and in vitro corrosion of permanent magnets in Orthodontics therapy, J Dental Res. 64:185,1985.

VARDIMON, D..A. *et al.* Magnetic versus mechanical expansion with different force threshold and points of force application. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v. 92, n. 6, p. 455 - 466. Dec, 1987.

VARDIMON, D.A. et al. Functional Orthopedic magnetic appliance (FOMA II): Modus Operandi. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v. 95, n. 5, p. 371 – 378, May 1989.

VARDIMON, D.A. et al. Funtional Orthopedic magnetic appliance (FOMA III) – Modus Operandi. Amer J Orthodont. Dentofac. Orthop, St. Louis, v. 97, n.2 , p.135 – 148, Feb.1991.

VARDIMON, D.A et al 3-D force and moment análisis of repulsive magnetic appliance to correct dentofacial vertical excess, J. Dent. Res. 73: 67-74, 1994.

WILSON M. KPENDEMA H; NOAR, J.H.; HUNT, N.P; MORDAN, N.J. Corrosion of intra-oral magnets in the presence and absence of biofilms of streptococcus mutans. Biomaterials 16;712-725. 1996

WOODS, M.G.; NANDA, R.S. Intrusion of posterior teeth with magnets: an experiment in growing baboons. *Angle Orthod*, Appleton, v. 58, n. 2, p. 136-150, April 1988.

YAMAGUCHI, H. et al. Effects of seven months exposure to a static 0,2 T magnetic field on growth and glycolity activity of human gingival fibroblasts. *Biochimica et Biophysica Acta*, 1156, p. 302-306. 1992.

YUKSEL, S. et al. Magnetisch Herbeigeführter Durchbruch impaktierter Pramolaren bei erblich veranlagten Patienten. **IOK**. v. 27, n. 2, p. 149-156, Jahrg, 1995.

ZAR, J.H. 1999. *Biostatistical Analysis*. 4 edição. Prentice Hall, London, UK.

Anexos

As tabelas 1 e 2 apresentam a relação de unidades de medidas magnéticas nos sistemas CGS e SI, bem como os fatores de conversão das unidades.

Unidade	Símbolo	CGS	SI
Fluxo	Ø	Maxwell	Weber
Remanência	B	Gauss	Tesla
Coercividade	H	Oersted	Ampere.turn/m
Comprimento	L	Cm	M
Permeabilidade	μ	1	$0,4\pi \times 10$

Tabela 1 - Unidades de medidas magnéticas nos sistema CGS e SI (Adaptado do Callister - 2000)

CGS	SI	FATOR
Gauss (G)	Militesla	1 Gauss = 0,1 mT
Oersted (Oe)	Kilo.ampere/metro	1Oe = 0.07958 K/Am
Mega Gauss Oersted (MGOe)	Kilo Joules/metro	1 MGOe = 7,96 KJ/m

Tabela 2 - Fatores de conversão do sistema magnético CGS para o SI (Adaptado de Callister-2000)