

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA - UNESP
Faculdade de Engenharia e Ciências - Campus de Guaratinguetá

CAIO PASCOTTI VALEM

**Avaliação da resistência ao desgaste e à corrosão da liga biodegradável
Fe-35Mn**

Guaratinguetá

2024

CAIO PASCOTTI VALEM

**Avaliação da resistência ao desgaste e à corrosão da liga biodegradável
Fe-35Mn**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao curso de Engenharia de
Materiais da Universidade Estadual
Paulista "Júlio de Mesquita Filho" como
requisito parcial para obtenção do grau de
Bacharel em Engenharia.

Área de Concentração: biomateriais

Orientadora: Kerolene Barboza da Silva
Coorientador(a): Profa. Dra. Ana Paula
Rosifini Alves.

V151a	Valem, Caio Pascotti Avaliação da resistência ao desgaste e à corrosão da liga biodegradável Fe-35 Mn / Caio Pascotti Valem - Guaratinguetá, 2024. 36 f : il. Bibliografia: f. 33-36 Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2025. Orientadora: Dr^a. Kerolene Barboza da Silva Coorientadora: Prof^a Dr^a Ana Paula Rosifini Alves. 1. Materiais biomédicos. 2. Ligas de ferro. 3. Corrosão. 4. Materiais - Biodegradação. I. Título. CDU 620.1
-------	---

Caio Pascotti Valem

**Avaliação da resistência ao desgaste e à corrosão da liga biodegradável
Fe-35Mn**

Trabalho de conclusão de curso (TCC) apresentado à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Engenharia e Ciências, Guaratinguetá, para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de materiais.

Área de Concentração:

Biomateriais Data da defesa:

10/10/2024

Banca Examinadora:

Documento assinado digitalmente
 **KEROLENE BARBOZA DA SILVA**
Data: 14/04/2025 15:09:23-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr^a. Kerolene Barboza da Silva
UNESP - Faculdade de Engenharia e Ciências - Campus de Guaratinguetá

Documento assinado digitalmente
 **JOAO PEDRO AQUILES CAROBOLANTE**
Data: 14/04/2025 15:18:42-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. João Pedro Aquiles Carobolante
UNESP - Faculdade de Engenharia e Ciências - Campus de Guaratinguetá

Documento assinado digitalmente
 **ANA LUCIA DO AMARAL ESCADA**
Data: 14/04/2025 15:04:19-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr^a. Ana Lúcia do Amaral Escada
UNESP - Faculdade de Engenharia e Ciências - Campus de Guaratinguetá

Dedico este trabalho aos meus familiares
que me forneceram apoio constante
durante minha trajetória e que permitiram
a conclusão deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

Agradeço, em primeiro lugar, aos meus familiares e amigos pelo constante apoio ao longo da minha trajetória, por me incentivarem, orientarem e por não permitirem que eu desanimasse diante das dificuldades, sempre me motivando a seguir firme em direção aos meus objetivos.

À minha orientadora Dra. Kerolene Barboza da Silva e à minha co-orientadora Prof.^a Dra. Ana Paula Rosifini Alves pela oportunidade, orientação e dedicação ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

Aos companheiros do grupo de biomateriais pelo apoio e assistência e cooperação prestados que contribuíram significativamente para a realização desta pesquisa.

RESUMO

O mercado de biomateriais vem crescendo conforme o passar dos anos, simultaneamente com o aumento da população de idade avançada, causando uma maior demanda de implantes e em conjunto, uma demanda para o desenvolvimento de materiais e processos mais apropriados para essa aplicação. Os biomateriais vêm se tornando objetos de estudos atrativos para facilitar tratamentos de curto e médio prazo que podem substituir os materiais bioinertes utilizados, devido a atual necessidade de uma segunda cirurgia de remoção. Dentre os materiais promissores, o ferro e suas ligas têm demonstrado um bom desempenho principalmente devido às suas propriedades mecânicas elevadas, similares ao Aço 316L já utilizado comercialmente. A liga Fe-35Mn obtém um conjunto de características de propriedades mecânicas, magnéticas que a tornam a melhor proporção de elemento de liga, porém sua taxa de degradação ainda é consideravelmente baixa, necessitando de uma maior investigação sobre o processamento para avaliar como o mesmo pode acelerar a degradação do material. Devido a natureza de um implante e os atritos causados por micromovimento, também é necessário a avaliação da presença de um possível desgaste e como isso pode afetar as propriedades da liga, visto que tal caracterização se encontra escassa na literatura atual. Logo o objetivo da pesquisa é avaliar a taxa de corrosão e o impacto do desgaste por atrito da liga Fe-35Mn através da comparação com o ferro puro, a liga foi produzida em forno de arco, homogeneizada, forjada a quente e solubilizada, para dar seguimento a caracterização que consistiu de técnicas de microdureza, DRX, microscopia óptica, análise eletroquímica e desgaste por atrito. Os resultados obtidos demonstraram um aprimoramento geral da liga Fe-35Mn tanto em propriedades mecânicas quanto corrosivas em relação ao ferro puro.

PALAVRAS CHAVE: Biomateriais; Liga de ferro manganês; Desgaste; Corrosão.

ABSTRACT

The biomaterials market has been growing over the years, driven by the increasing aging population, which has led to a higher demand for implants and, consequently, the development of more suitable materials and processes for these applications. Biomaterials have become an attractive area of study to facilitate short- and medium-term treatments, potentially replacing current materials due to the need for a second removal surgery. Among promising materials, iron and its alloys have demonstrated excellent performance, particularly due to their high mechanical properties, comparable to commercially used 316L stainless steel. The Fe-35Mn alloy combines a unique set of mechanical and magnetic properties, making it the optimal alloying element proportion. However, its degradation rate remains significantly low, requiring further investigation into processing methods to enhance material degradation. Given the nature of implants and the friction caused by micromovements, it is also essential to evaluate the potential wear and how it might affect the alloy's properties, as such characterization is scarce in the current literature. Therefore, the objective of this research is to assess the corrosion rate and the impact of fretting wear on the Fe-35Mn alloy by comparing it to pure iron. The alloy was produced using an arc furnace, homogenized, hot forged, and solution-treated, followed by characterization techniques such as microhardness testing, XRD, optical microscopy, electrochemical analysis, and fretting wear testing. The results demonstrated a general improvement in both mechanical and corrosive properties of the Fe-35Mn alloy compared to pure iron.

KEYWORDS: Biomaterials; Iron-manganese alloy; Wear; Corrosion.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Movimentação mundial de dólares em bilhões sobre o mercado de biomateriais entre os anos de 2008 e 2021	15
Figura 2 – Esquematização das reações presentes na superfície de um material metálico biodegradável em um ambiente in vivo	17
Figura 3 – Esquematização do processo de desgaste por atrito e seus efeitos na superfície de contato	20
Figura 4 – Tipos de contato relacionados ao desgaste por atrito	21
Figura 5 – Fluxograma da preparação da liga Fe-35Mn	22
Figura 6 – Fluxograma geral da caracterização	23
Figura 7 – Padrão de difração de raios X da liga Fe-35Mn e do Fe puro	26
Figura 8 – Micrografias ópticas de ambos os materiais após o processamento	27
Figura 9 – Microdureza Vickers de ambos os materiais após processamento	28
Figura 10 – Evolução do potencial de circuito aberto (OCP) para a liga Fe-35Mn e para o ferro puro	29
Figura 11– Curvas de polarização potenciodinâmica da liga Fe-35Mn e Ferro puro	30
Figura 12 – Gráfico do desenvolvimento do coeficiente de fricção ao longo do tempo quando exposto a micromovimentos	31

Figura 13 – Perfil da cicatriz causada pelo desgaste no material para o ferro puro e o Fe-Mn 32

Figura 14 – Perfilometria 3d da ambas as amostras após o desgaste por atrito 33

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Potenciais padrão de redução em solução aquosa a 25 °C	19
Tabela 2 – Dados eletroquímicos da liga Fe-35Mn e Ferro puro na solução de PBS	30

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 OBJETIVO	14
2.1 OBJETIVO GERAL	14
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	14
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1 SITUAÇÃO ATUAL	15
3.2 BIOMATERIAIS	15
3.3 BIOMATERIAIS BIODEGRADÁVEIS	16
3.3.1 Materiais promissores	18
3.3.2 Ligas de Fe-Mn	18
3.4 DESGASTE POR ATRITO	19
3.4.1 Fatores de tipos de desgaste por atrito	20
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	22
4.1 PREPARAÇÃO DE LIGA	22
4.2 CARACTERIZAÇÃO	23
4.3 MEDIÇÕES ELETROQUÍMICAS	24
4.4 TESTE DE DESGASTE POR ATRITO	24
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	26
5.1 DUREZA E MICRO(ESTRUTUTRA)	26
5.2 COMPORTAMENTO CORROSIVO	28
5.3 DESGASTE POR ATRITO	31
6 CONCLUSÃO	34
6.1 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS	34
REFERÊNCIAS	

1 INTRODUÇÃO

Os implantes ortopédicos são inevitáveis no mundo médico. Especialmente para pacientes idosos, a deterioração dos ossos ocorre concomitantemente com o envelhecimento. De acordo com as estatísticas recentemente publicadas (ASHAMAKHI, et al., 2019), pessoas com mais de 65 anos representam 8,5% da população global, e essa porcentagem provavelmente chegará a aproximadamente 17% até 2050. Além disso, uma pesquisa recente sobre biomateriais revela uma taxa de crescimento anual composta (promissora de 13,69% no período de previsão de 2022-2027 (MORDORINTELLIGENCE, 2022). Assim, o desenvolvimento de biomateriais com propriedades mecânicas ideais, biocompatibilidade e custo de fabricação acessível é fundamental tanto sob uma perspectiva humanitária quanto de negócios. A biocompatibilidade é um requisito indispensável para implantes biomédicos. No entanto, independentemente da biocompatibilidade ou bioinércia, especialmente em pacientes mais jovens (MANIVASAGAM, G et al., 2014). Ademais, a presença prolongada do implante no corpo pode induzir uma resposta tóxica a íons específicos liberados dos implantes (HE, et al., 2016). Esse cenário é o impulso para o desenvolvimento de implantes biodegradáveis. A definição de metal biodegradável, conforme Zheng et al. (2014), é: “Metais Biodegradáveis são metais projetados para corroer gradualmente in vivo, com uma resposta apropriada do hospedeiro desencadeada pelos produtos de corrosão liberados, e depois se dissolver completamente ao cumprir a função de auxiliar na cicatrização de tecidos sem deixar resíduos de implante. Portanto, o principal componente dos Metais Biodegradáveis deve ser elementos metálicos essenciais que possam ser metabolizados pelo corpo humano e que demonstram taxas e modos de degradação adequados no corpo humano.

Entre vários materiais biodegradáveis, como ligas de Mg, Zn, Fe e W, o magnésio é um candidato promissor para aplicações biomédicas que suportam cargas, devido à sua biocompatibilidade, osteocondutividade e degradabilidade no ambiente corporal (STAIGER, et al., 2006). Parafusos de Mg são usados para fixar o enxerto tendíneo ao osso e demonstraram uma capacidade de cicatrização superior em comparação ao titânio puro (WANG, et al., 2017). No entanto, as propriedades mecânicas das ligas de Mg, como resistência, ductilidade e rigidez, ainda são insuficientes (HERMAWAN., et al., 2007) . Assim, materiais à base de ferro (Fe) têm

se desenvolvido como materiais competentes, principalmente para implantes ortopédicos, ortodônticos e cardiovasculares, devido às suas propriedades mecânicas comparáveis ao aço inoxidável (HE, et al., 2016; HERMAWAN, et al., 2010). O ferro começa a se degradar no ambiente corporal após um ano (He, et al., 2016), o que torna o material biodegradável à base de ferro uma excelente opção para implantes de fixação ortopédica, já que o tempo de cicatrização de lesões ósseas é de 12 a 24 semanas (HE, et al., 2016). Portanto, a degradação e a cicatrização ocorrem de forma sincronizada e concomitante, sem interferirem mutuamente.

Entre os materiais biodegradáveis à base de Fe, a liga Fe-35Mn é uma excelente candidata para aplicações em stents degradáveis, pois ajuda a superar problemas como a reestenose no interior do stent causada pela presença prolongada deste nas artérias (Hermawan, et al., 2010). Além das propriedades de processamento, mecânicas e de biocompatibilidade das ligas Fe-Mn (HERMAWAN, et al., 2007; HERMAWAN, H., PURNAMA, 2010, SINGH, et al., 2015, LIU, et al., 2020), o manganês (Mn) desempenha um papel vital no processo metabólico humano de proteínas, aminoácidos e carboidratos. O Mn também está envolvido na operação do sistema imunológico, no crescimento dos tecidos e na regulação de energia. Assim como o Mn, o Fe é também um dos micronutrientes essenciais para os seres humanos (NIE, et al., 2010). Além disso, na liga Fe-Mn, foi observada uma melhor proliferação celular para células osteoblásticas MC3T3-E1 (LIU, et al., 2020). Dessa forma, a liga Fe-35Mn pode ser uma candidata promissora para implantes ortopédicos e dispositivos de fixação, além de aplicações em stents coronários. De fato, dispositivos biodegradáveis de fixação foram desenvolvidos inicialmente para a cirurgia maxilofacial em 1971 (Suuronen et al., 1993). Em tais implantes e dispositivos de fixação, o desgaste por atrito e a corrosão são comuns. No entanto, até onde se tem conhecimento, o estudo do comportamento de desgaste por atrito da liga Fe-35Mn fundida é pouco abordado na literatura.

Portanto, neste estudo, é relatado o estudo de desgaste por atrito e corrosão da liga Fe-35Mn e os resultados são comparados com o Ferro Puro.

2 OBJETIVO

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar as propriedades micro(estruturais), tribológicas, corrosivas da liga biodegradável Fe-35Mn visando contribuir para a otimização do seu desempenho em aplicações biomédicas.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar a micro(estrutura) da liga biodegradável Fe-35Mn;
- Analisar a resistência à corrosão e estimar a taxa de degradação da liga;
- Avaliar as propriedades tribológicas da liga Fe-35Mn por meio da caracterização do comportamento quando submetida ao desgaste por atrito.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 SITUAÇÃO ATUAL

O mercado de biomateriais tem apresentado um crescimento expressivo nos últimos anos, tanto em âmbito nacional quanto global. No Brasil, o setor registrou um crescimento anual médio de 18,3% entre 2017 e 2022 (FALEIROS-SANTOS et al., 2019). Globalmente, o mercado movimentou aproximadamente 25,6 bilhões de dólares em 2008, aumentando significativamente para 149,17 bilhões de dólares em 2021 como visualizado na figura 1 (SILVA, KEROLENE BARBOZA, 2022).

Figura 1. Movimentação mundial de dólares em bilhões sobre o mercado de biomateriais entre os anos de 2008 e 2021.



Fonte: Adaptado de Silva. Kerolene. Barboza (2022).

Com o maior envelhecimento da população, a necessidade para implantes biomédicos e processos similares para auxiliar e tratar problemas de saúde, principalmente nas pessoas de maior idade vem aumentando drasticamente, gerando uma demanda para pesquisas focadas no desenvolvimento de novos biomateriais e processamentos para esse tipo de aplicação (DARGUSCH, et all, 2019).

3.2 BIOMATERIAIS

Biomateriais são definidos como dispositivos que entram em contato com sistemas biológicos, com aplicações diagnósticas, vacinais, cirúrgicas ou terapêuticas, podendo ser constituídos de compostos de origem sintética ou natural, tanto na forma de sólidos, quando de géis, pastas ou líquidos (PIRES, A. L. R., 2015).

Os materiais metálicos utilizados comercialmente em aplicações

biomédicas incluem ligas de cobalto-cromo, aços inoxidáveis e ligas de titânio. Esses materiais são classificados como bioinertes devido à sua baixa reatividade com o meio biológico. Sua principal característica é a formação de uma camada de tecido fibroso ao redor do implante, que atua como uma barreira, impedindo a interação direta entre o material inserido e o tecido adjacente (AVERSA et al., 2016). Sendo assim, implantes compostos por materiais bioinertes são projetados para permanecerem no ambiente corporal de maneira definitiva, não sendo adequados para todos os tipos de tratamento (DARGUSCH et al., 2019).

Segundo Aversa et al., 2016, outra classificação dos biomateriais são os bioativos, que possuem capacidade de interagir com o organismo, gerando reações que favorecem o tratamento e a adesão entre o tecido e o material, sendo compostos geralmente a base de fosfato, hidroxiapatita, vidro ou vitro-cerâmicas

Portando, o desenvolvimento dos biomateriais podem ser divididos em duas gerações, segundo Zaokari, Persaud e Ibrahim (2020) a primeira geração consiste nos materiais bioinertes, enquanto a segunda geração é composta dos bioativos e dos materiais biodegradáveis que serão explorados na seção 3.4.

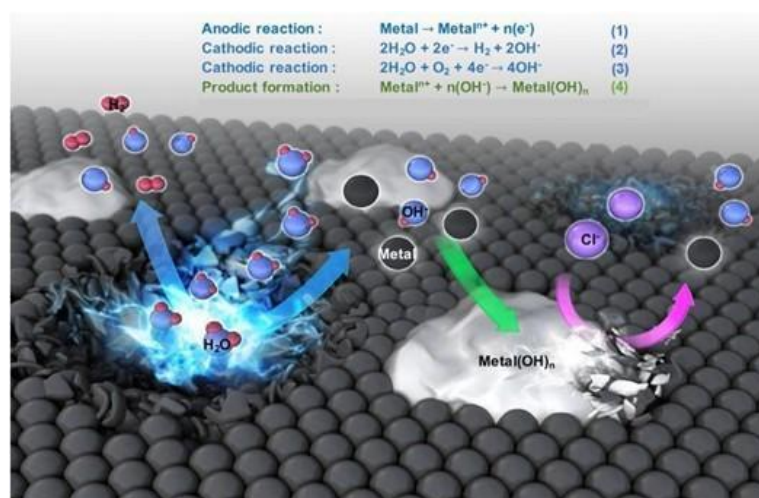
3.3 BIOMATERIAIS BIODEGRADÁVEIS

Para tratamentos de médio a curto prazo, que exigem a retirada do material após a realização da sua função, como o bloqueio de vasos sanguíneos ou uma fratura óssea, materiais bioinertes são inadequados, pois geram problemas como *stress-shielding* e inflamações. Portanto os materiais biodegradáveis se demonstram viáveis, pois utilizam do ambiente agressivo do corpo para se degradar após realizarem sua função (DARGUSCH et al., 2019), retirando assim a necessidade de uma segunda cirurgia, que pode envolver custos significativos e custos financeiros adicionais (LI; ZHENG; QIN, 2014) (HAN et al, 2019).

A figura 2 demonstra como o meio corporal afeta a degradação de materiais metálicos biodegradáveis. Após o material entrar em contato com o ambiente, o metal sofre oxidação, gerando cátions correspondentes (1) e, em seguida, ocorrem as reações catódicas que dependendo do metal aplicado, podem ser a equação da redução da água (2) ou a redução do oxigênio dissolvido (3). As

reações se formam devido a diferença de potencial entre os contornos de grão e a matriz e , concomitantemente, moléculas orgânicas são absorvidas pelo material, o que influencia na dissolução, tais processos causam normalmente a corrosão por pite, devido a elevada concentração de íons cloreto no meio fisiológico, demonstrando a natureza agressiva do meio (SILVA, KEROLENE BARBOZA, 2022).

Figura 2: Esquematisação das reações presentes na superfície de um material metálico biodegradável em um ambiente in vivo.



Fonte: adaptado de Silva. Kerolene. Barboza (2022).

Para melhor definição desse tipo de material e maior domínio sobre as propriedades dos mesmos, incluindo a taxa de degradação, os materiais biodegradáveis são classificados em três categorias principais, cada uma com características específicas segundo Zheng, Gu e Witte (2014).

A primeira categoria engloba os metais biodegradáveis puros, que são compostos por apenas um elemento metálico, geralmente com purezas ligeiramente inferiores aos limites de tolerância comercial. Nessa categoria, a capacidade de corrosão dos materiais é determinada principalmente pelos traços de impurezas presentes, os quais podem influenciar diretamente a taxa de degradação e o comportamento do metal em aplicações biomédicas.

A segunda categoria refere-se às ligas biodegradáveis, que incluem materiais metálicos com diferentes microestruturas, formados por um ou mais elementos de liga. As proporções desses elementos devem ser cuidadosamente

controladas para garantir que não causem efeitos adversos ao corpo humano. Essa classe de materiais oferece maior flexibilidade na manipulação das propriedades mecânicas e de corrosão, permitindo sua adequação a diferentes aplicações.

Por fim, os materiais compósitos com matriz metálica biodegradável são aqueles em que todos os componentes do compósito são biodegradáveis, sendo que o maior componente deve ser um metal biodegradável. Essa categoria permite combinar diferentes materiais para melhorar propriedades específicas, como resistência mecânica, ao mesmo tempo em que mantém a biodegradabilidade total do compósito.

3.3.1 Materiais promissores

Entre os materiais biodegradáveis viáveis destacam-se o Mg, Zn, Fe e W, que apresentam propriedades mecânicas próximas das ideais, comportamento atóxico e capacidade de serem metabolizados pelo corpo humano por vias já conhecidas (DARGUSCH et al., 2019).

O magnésio (Mg) tem ganhado maior destaque nesses estudos, sendo utilizado, por exemplo, em parafusos para fixação de enxertos tendíneos ao osso. Esses dispositivos demonstram uma capacidade de cicatrização superior em comparação ao titânio puro. Contudo, o Mg ainda apresenta limitações devido às suas propriedades mecânicas insuficientes, a possibilidade de desprendimento de gás hidrogênio em seu processo corrosivo que pode ser nocivo ao corpo, e uma taxa de degradação acelerada (WANG et al., 2017; HERMAWAN et al., 2007; SILVA, K., B., 2022).

Sendo assim, o ferro e suas ligas, apresentam um potencial atraente, pois contrário ao Mg sua taxa de degradação é considerada muito baixa para implantes biodegradáveis, mas o mesmo não gera o desprendimento de gás hidrogênio (SILVA, K., B. 2022).

3.3.2 Ligas de Fe-Mn

Segundo Zheng, Gu e Witte (2014) O principal componente de um metal biodegradável deve ser um elemento metálico essencial, que possa ser metabolizado pelo corpo humano e com taxa de degradação adequada. Portanto o

elemento de liga adicionado também deve ser inicialmente considerado em relação a sua função biológica no corpo humano (LIU et al., 2019).

Na literatura, as ligas a base de ferro contendo manganês como elemento de liga têm sido promissoras. O manganês apresenta uma redução no potencial de eletrodo padrão do ferro tornando-o mais propenso à corrosão, além de tornar a liga não-magnética na proporção de 35% de peso, e atuar como oligoelemento essencial para muitas reações enzimáticas (SCHINHAMMER et al, 2010; ZHENG; GU; WITTE, 2014).

Tabela 1. Potenciais padrão de redução em solução aquosa a 25 °C.

Semirreação	Potencial padrão (V)
$\text{Li}^+_{(\text{aq})} + \text{e}^- \rightarrow \text{Li}_{(\text{s})}$	- 3,04
$\text{K}^+_{(\text{aq})} + \text{e}^- \rightarrow \text{K}_{(\text{s})}$	- 2,93
$\text{Ba}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ba}_{(\text{s})}$	- 2,90
$\text{Sr}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Sr}_{(\text{s})}$	- 2,89
$\text{Ca}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ca}_{(\text{s})}$	- 2,87
$\text{Na}^+_{(\text{aq})} + \text{e}^- \rightarrow \text{Na}_{(\text{s})}$	- 2,71
$\text{Mg}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Mg}_{(\text{s})}$	- 2,37
$\text{Mn}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Mn}_{(\text{s})}$	- 1,18
$\text{Zn}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Zn}_{(\text{s})}$	- 0,76
$\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}_{(\text{s})}$	- 0,44
$\text{Sn}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Sn}_{(\text{s})}$	- 0,14

Fonte: adaptado de Zheng, Gu e Witte (2014)

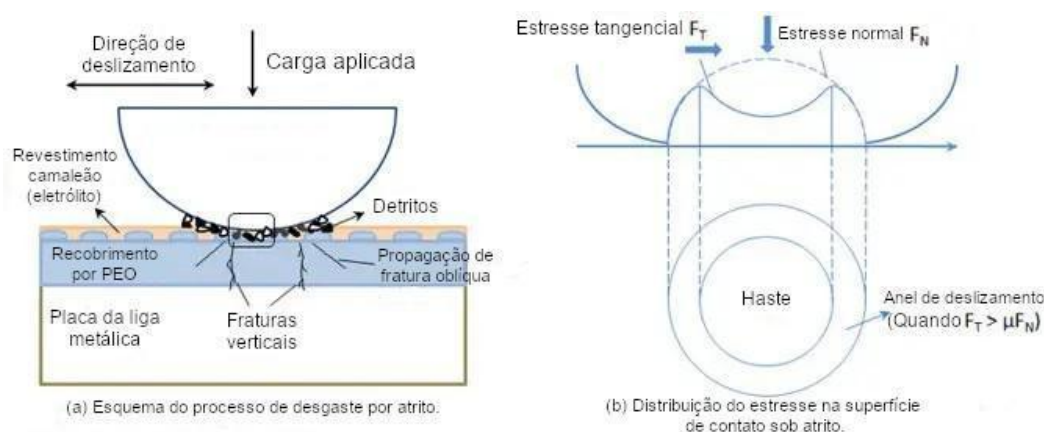
Adicionalmente, Hermawan e colaboradores (2014), reportaram que as propriedades mecânicas da liga Fe-Mn obtidas por metalurgia do pó, demonstram uma taxa de degradação superior ao ferro puro e propriedades mecânicas similares ao aço inoxidável 316L, já utilizado comercialmente.

3.4 DESGASTE POR ATRITO

Em um ambiente *in vivo*, biomateriais estão sujeitos a diversas tensões mecânicas como o atrito, que podem ser gerados por movimentos repetitivos de baixa amplitude denominados micromovimentos. Em implantes, como parafusos de fixação, esse tipo de movimentação é natural, podendo causar alterações na superfície do material devido a mudanças nas cargas tangenciais e normais, tais mudanças têm como consequência um tipo de desgaste, denominado desgaste por atrito (STACHOWIAK, G.W. e BATCHELOR, A.W., 2013), abaixo na figura 3, é

possível visualizar como esse desgaste ocorre.

Figura 3: Esquematisação do processo de desgaste por atrito e seus efeitos na superfície de contato.



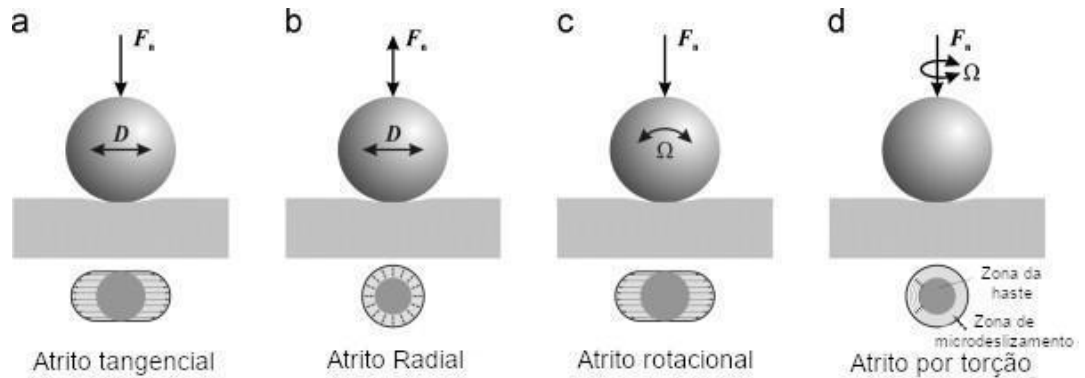
Fonte: adaptado de Lin, M. et.al (2021)

O mecanismo de desgaste por atrito pode ser compreendido em três estágios principais. O estágio inicial, chamado de assentamento, depende do nível da rugosidade do material, no qual a oxidação e adesão na superfície do material ocorre principalmente nas rugosidades presentes na superfície. O estágio intermediário, consiste na geração de detritos devido ao desgaste pela oxidação, porém o espaço entre a interface é pequeno, e não permite a escapada desses resíduos. Por fim, o último estágio, demonstra um desgaste por atrito severo, com a iniciação de fraturas nas extremidades da região carregada, que são consequências das cargas repetitivas que produzem fadiga no material (LIN, M. et.al, 2021).

3.4.1 Fatores de tipos de desgaste por atrito

É importante levar em consideração diversos fatores quando analisando um desgaste por atrito, pois os mesmos influenciam a desintegração do material e o quão severo é a fadiga em sua superfície, o tipo de contato demonstrados na figura 4, a carga aplicada, a amplitude do deslizamento e a frequência na interface, se destacam como os fatores mais vitais relacionados a taxa de desgaste (HALLIDAY, J. 1956; ZHU, M.H. e ZHOU, Z.R. 2011).

Figura 4: Tipos de contato relacionados ao desgaste por atrito.



Fonte: adaptado de Zhu, M.H. e Zhou, Z.R. (2011)

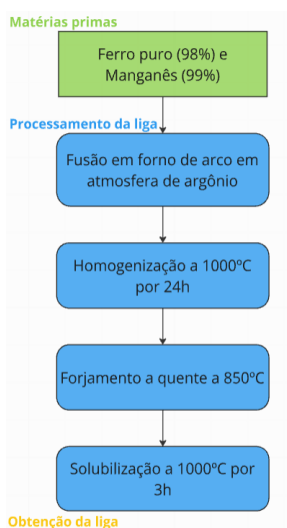
Existem 2 tipos de de desgaste por atrito, que são diferenciados pelos efeitos gerados na superfície do material após sua danificação. O mais comum, denominado desgaste por corrosão, faz com que o material residual gerado pelo atrito oxide na superfície devido a condições propícias, tal desgaste depende fortemente do tipo de material em contato, visto que os resíduos se encontram presos na interface, como explicado na seção anterior. O segundo tipo, é denominado desgaste por fadiga, no qual consiste no rompimento da superfície devido aos estresses gerados pela fricção cíclica, iniciando fraturas que apontam para o interior do material e causando falhas no mesmo (N. MARUYAMA, 2010).

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1 PREPARAÇÃO DE LIGA

A liga Fe-Mn com composição nominal de Fe-35Mn em peso foi obtida a partir de Fe puro (pureza de 98%) e Mn puro (pureza de 99%). Um forno de fusão a arco em atmosfera de argônio foi utilizado para preparar a liga estudada. Para garantir a homogeneidade da composição, os lingotes fundidos de Fe-35Mn, com cerca de 90 g cada, foram fundidos pelo menos cinco vezes em ambos os lados e, posteriormente, três lingotes foram unidos para formar um único lingote maior, utilizando o mesmo forno de fusão a arco operado com baixa corrente. Subsequentemente, os lingotes foram submetidos a uma homogeneização a 1000 °C por 24 horas. Em seguida, os lingotes homogeneizados foram trabalhados por estampagem a quente a 850 °C, sendo transformados em lingotes de 10 mm de diâmetro e aproximadamente 100 mm de comprimento. Subsequentemente, os lingotes foram submetidos a uma homogeneização a 1000 °C por 24 horas. Em seguida, foram forjados a quente a uma temperatura de 850 °C, para a obtenção de lingotes com 10 mm de diâmetro e 100 mm de comprimento. Após o forjamento, os lingotes passaram por um tratamento de solubilização a 1000 °C por 3 horas, seguido de resfriamento rápido em água. Para fins de comparação, as amostras de Fe puro foram preparadas seguindo o mesmo procedimento. Um fluxograma representando o procedimento sequencial de preparação do material é apresentado na figura 5.

Figura 5. Fluxograma da preparação da liga Fe-35Mn.

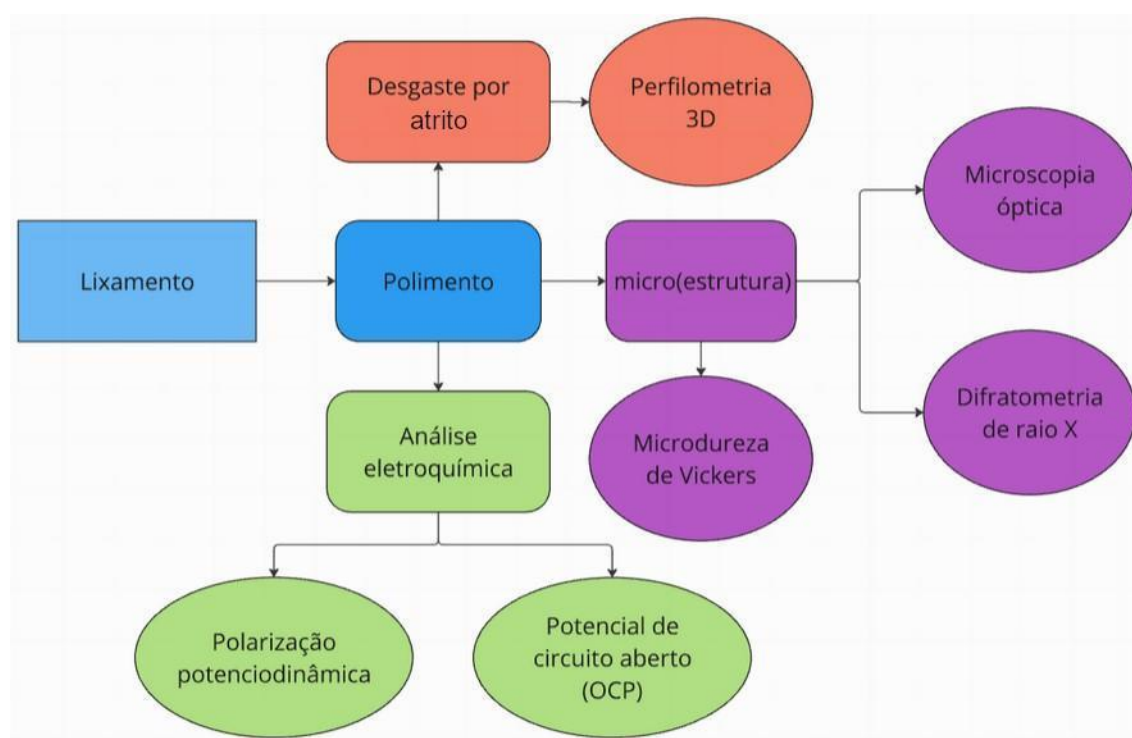


Fonte: Autor

4.2 CARACTERIZAÇÃO

Após a preparação da liga, a caracterização foi realizada de acordo com o fluxograma abaixo (figura 6), visando as análises eletroquímicas; desgaste por atrito; dureza e microestrutura:

Figura 6. Fluxograma geral da caracterização.



Fonte: Autor

As amostras foram cortadas em discos com uma espessura de 3 mm, e procedimentos metalográficos padrão foram seguidos para a preparação da superfície. As superfícies das amostras foram polidas sequencialmente com lixas abrasivas de SiC de 100 a 1500 mesh e pasta de diamante de 0,25 μm , limpas ultrassonicamente com etanol e secas. Em temperatura ambiente, as amostras foram atacadas com uma solução de 5% de Nital (5% em volume de ácido nítrico em etanol). A avaliação da microestrutura das amostras atacadas foi realizada usando um microscópio óptico Nikon Epiphot 200. As fases e a estrutura correspondente foram examinadas usando um difratômetro de raios X Bruker D8 Advance com radiação $\text{CuK}\alpha$ a 40 kV e 25 mA. A identificação das fases constituintes foi realizada pelo software Crystallographica Search-Match. De acordo com a norma ASTM E384,

em um testador de microdureza Wilson Wolpert 401 MVD, foram realizadas medições de microdureza Vickers sob uma carga de 1 kgf e um tempo de aplicação de 10 s. O valor da dureza relatado neste artigo é a média de dez medições realizadas em cada amostra.

4.3 MEDIÇÕES ELETROQUÍMICAS

O comportamento de corrosão foi avaliado usando potencial de circuito aberto (OCP) e polarização potenciodinâmica em solução tampão de fosfato salina (PBS) à temperatura corporal (37 ± 2 °C) e pH de 7,4. Os testes foram realizados usando um potenciostato/galvanostato EG&G, PAR 283, equipado com o software PowerSuite, em uma célula eletroquímica de três eletrodos padrão, com um eletrodo de platina como contraeletrodo, eletrodo de calomelano saturado (SCE) como eletrodo de referência, e as amostras com área exposta de 1 cm² como eletrodo de trabalho. Antes dos experimentos, a superfície das amostras foi lixada com lixas abrasivas de SiC de 100 a 1500 mesh, limpa ultrassonicamente com etanol e seca. As amostras foram imersas na solução de PBS, e o potencial de circuito aberto (OCP) foi registrado por 7200 s até a estabilização. Em seguida, foram realizados testes de polarização potenciodinâmica a uma taxa de varredura de 1 mV/s na faixa de -300 mV (em relação ao OCP) a +600 mV. Os testes foram repetidos pelo menos três vezes. Os dados foram analisados pelo software OriginPro 2016 (OriginLab Corporation), onde o potencial de corrosão (E_{corr}) e a densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) foram determinados pelo método de extrapolação de Tafel. Por fim foi calculada a taxa de corrosão a partir dos dados da curva potenciodinâmica e polarização, utilizando a equação de Faraday segundo a norma ASTM G59-97. Para os cálculos, as densidades do ferro e do manganês foram consideradas como 7,87 g/cm³ e 7,43 g/cm³, respectivamente (DARGUSCH, et al., 2019). A densidade e a massa molar da liga Fe-35Mn foram determinadas utilizando a média harmônica ponderada com base na composição percentual de cada elemento.

4.4 TESTE DE DESGASTE POR ATRITO

Uma máquina de teste de desgaste por atrito (DUCOM, Índia) combinada com o software Winducom 2010 foi utilizada para avaliar o comportamento de desgaste por atrito das amostras de Fe e Fe-Mn. Nosso trabalho anterior (GOLPAL,

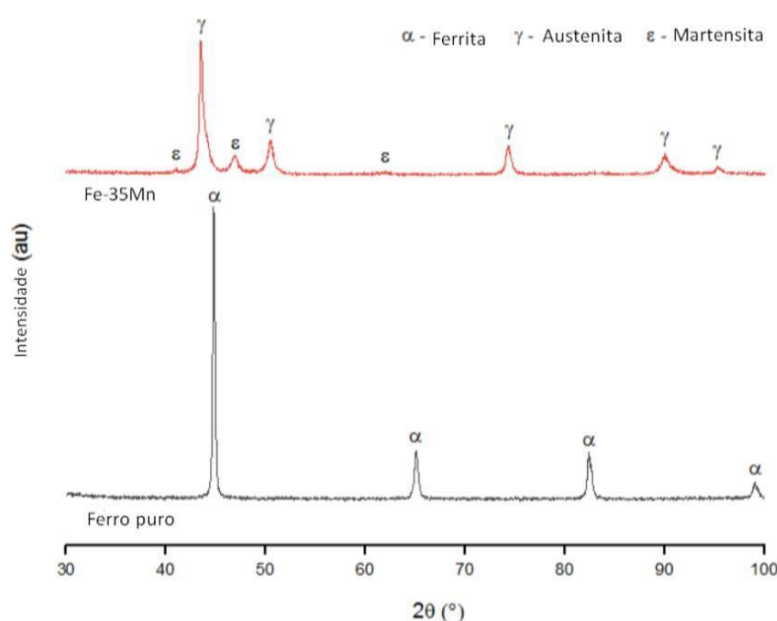
et al., 2020; PRAVEENKUMAR, et al., 2022) detalha o método de funcionamento. Antes do teste, todas as amostras foram cuidadosamente limpas com acetona para remover óleo, graxa, sujeira ou poeira. Em seguida, foi utilizada a configuração de esfera sobre placa, onde as amostras deslizaram contra uma esfera de alumina (Al_2O_3) de 6 mm de diâmetro. Como eletrólito, foi empregada uma solução tampão de fosfato (PBS), de acordo com a norma ASTM F129, para simular fluidos corporais. A carga aplicada foi de 5 N (com pressão de contato hertziana inicial máxima de xxx MPa) e profundidade máxima correspondente de tensão de cisalhamento de 0.xxx mm. Os testes foram realizados com uma amplitude de deslizamento de $\pm 100 \mu\text{m}$ a uma frequência de 5 Hz até 18.000 ciclos (FAN, 2018; CHEN; 2001; RAI, 2018; ZHANG, 2006). Todos os testes foram conduzidos a 37°C e $60 \pm 5 \%$ de umidade relativa. Após o teste de desgaste, a perda de volume de desgaste foi avaliada usando um perfilômetro óptico 3D, e as marcas de desgaste por atrito foram examinadas usando SEM-EDS. Os experimentos foram realizados três vezes para cada condição para reduzir a dispersão dos dados.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 DUREZA E MICRO(ESTRUTUTURA)

A investigação das fases presentes na liga Fe-35Mn e nas amostras de Fe puro e suas estruturas é mostrada nas Figuras 7 e 8, respectivamente. Os padrões de DRX, mostrados na Fig. 7, indicaram que a liga Fe-35Mn é predominantemente composta pela fase austenita (γ), com pequenos picos relativos à fase martensita (ϵ), enquanto o Fe puro exibe apenas picos típicos da fase ferrita (α) à temperatura ambiente. Essas fases são similares às encontradas por (WANG, et al., 2017) e (LIU, et al., 2018) em estudos sobre ligas à base de Fe. Lee et al. (HERMAWAN, 2008) relataram que as fases de austenita presentes nas ligas Fe de alto teor de Mn (<30%) melhoram a resistência da liga sem uma perda significativa de ductilidade (LEE. et al., 2017). Além disso, a presença do comportamento antiferromagnético da fase de austenita garante a compatibilidade com exames de ressonância magnética durante aplicações biomédicas (HERMAWAN, 2008). Nas ligas Fe-Mn sinterizadas, independentemente da concentração de Mn, foi observado um pico correspondente ao Fe₂O₃ (DARGUSCH, et al., 2019). No entanto, neste estudo, nenhum desses picos foi observado, o que confirma a ausência de oxidação.

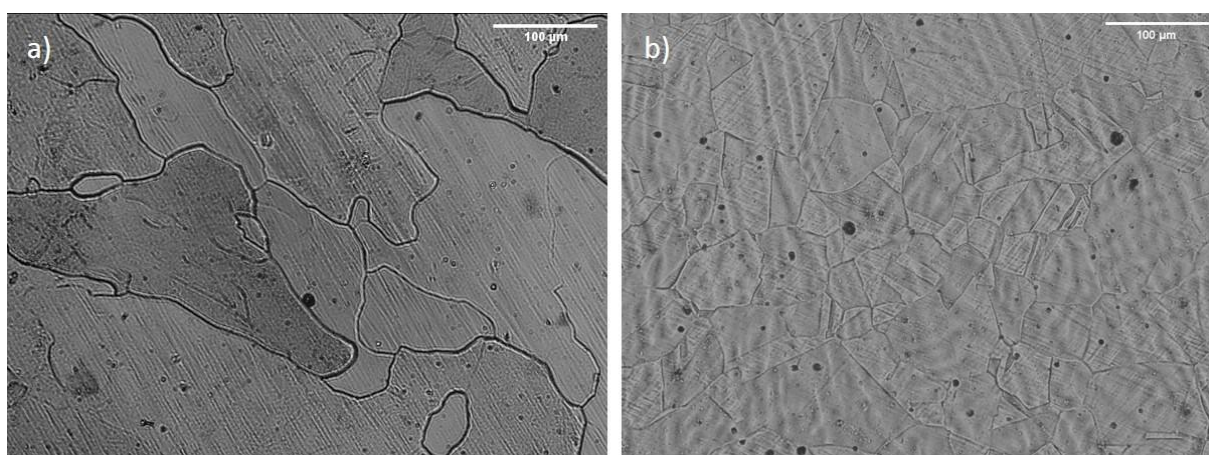
Figura 7. Padrão de difração de raios X da liga Fe-35Mn e do Fe puro. A análise foi realizada após o processamento do material.



Fonte: Autor

A Fig. 8 apresenta as micrografias da liga Fe-35Mn e do Fe puro após o processamento. Na Fig. (a), a microscopia óptica do Fe puro indica uma microestrutura ferrítica completamente equiaxial com crescimento de grãos em diferentes direções e grãos com formatos mais irregulares (WANG, 2017; ODAYI, et al., 2016). Na Fig. (b), é possível observar a redução dos grãos em comparação ao Fe puro, pequenas inclusões e a formação de maclas.

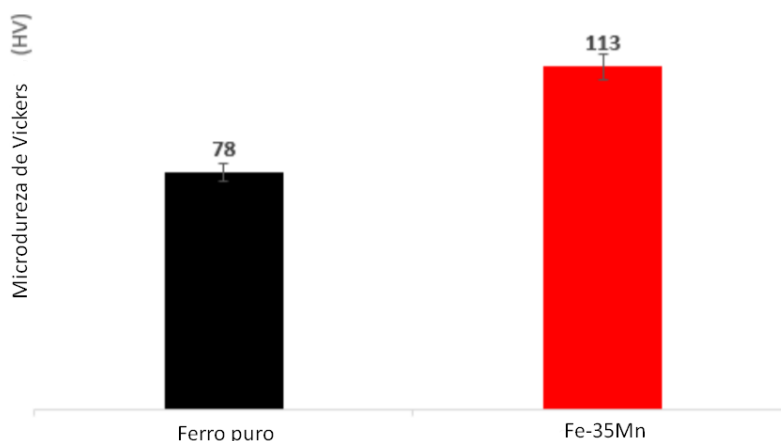
Figura 8. Micrografias ópticas da liga Fe-35Mn e do Fe puro após o processamento do material.



Fonte: Autor

A composição de fases e a microestrutura influenciam fortemente as propriedades mecânicas das ligas do sistema Fe-Mn. As medições de microdureza da liga Fe-Mn e do Fe puro são mostradas na Figura 9. O resultado mostrou que a adição de Mn ao Fe aumentou a microdureza da liga. O Fe puro apresentou 77 HV contra 113 HV da liga. A diferença nos valores de dureza pode ser atribuída à composição de fases e às mudanças na microestrutura mencionadas anteriormente.

Figura 9. Microdureza Vickers da liga Fe-35Mn e do Fe puro após processamento em temperatura ambiente. Os valores de microdureza foram obtidos após o processamento do material.

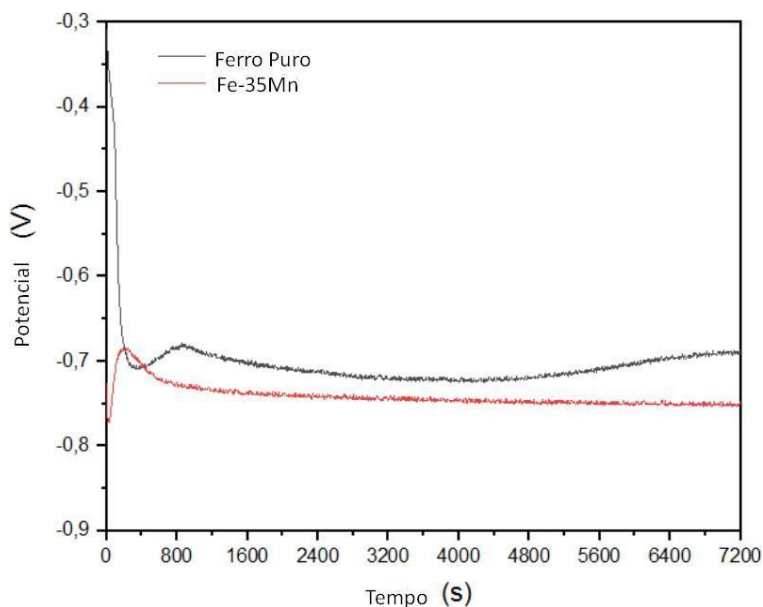


Fonte: Autor

5.2 COMPORTAMENTO CORROSIVO

A Fig. 10 mostra as medições do potencial de circuito aberto (OCP) em função do tempo de imersão para as amostras de Fe-35Mn e Fe puro em solução de PBS. Nota-se que as amostras de Fe puro exibem uma rápida diminuição no OCP durante o período inicial de exposição, seguida de estabilização com algumas flutuações. No caso da amostra de Fe-35Mn, observou-se um aumento no potencial durante o tempo inicial e, posteriormente, uma maior estabilidade. No entanto, o potencial do Fe-35Mn foi mais negativo durante todo o período em comparação com a amostra de Fe. Esse OCP mais negativo indica que a adição de Mn aumenta a atividade eletroquímica, o que pode ser atribuído ao potencial padrão de eletrodo reduzido do Mn, tornando o filme passivo espontâneo mais termodinamicamente instável (LIU, et al., 2018; CHENG, 2013).

Figura 10. Evolução do potencial de circuito aberto (OCP) para Fe puro e liga Fe-35Mn durante 7200 segundos de imersão em solução de PBS a 37°C.

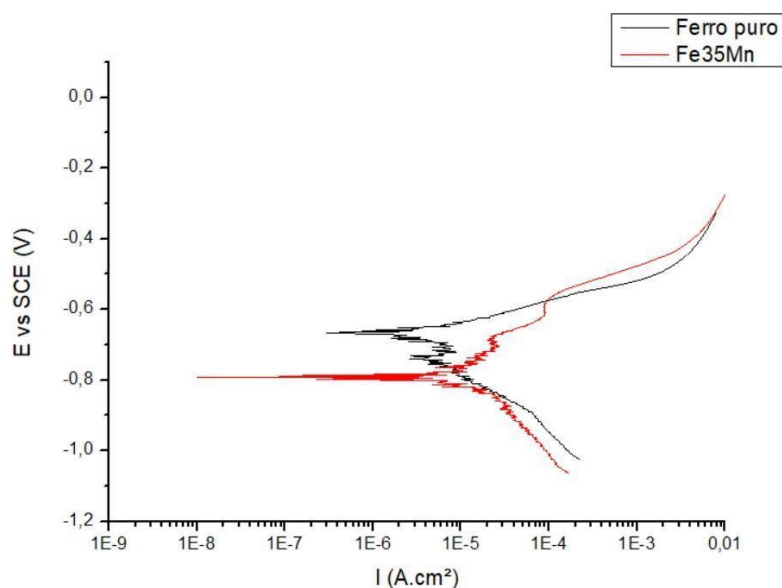


Fonte: Autor

As curvas de polarização potenciodinâmica típicas em solução de PBS para a liga Fe-35Mn e Fe puro são apresentadas na Fig. 11. Os parâmetros médios de corrosão, incluindo o potencial de corrosão (E_{corr}) e a densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) determinados pelo método de Tafel, estão registrados na Tabela 2. As curvas revelam que as amostras consideradas apresentam comportamento de corrosão semelhante, com ausência de passivação na região anódica. Os filmes de óxido tornam-se instáveis e descontínuos no meio com o aumento do potencial, deixando o material mais suscetível à corrosão (OBAYI, 2016). Os resultados da Tabela 2 mostram que a adição de Mn causou menor estabilidade da liga em solução de PBS. O Fe puro apresentou um potencial de -0,665 V e uma densidade de corrente de $8,22 \cdot 10^{-6} \text{ A.cm}^{-2}$, enquanto a liga Fe-Mn apresentou um potencial mais negativo de -0,791 V e uma densidade de corrente elevada de $1,81 \cdot 10^{-5} \text{ A.cm}^{-2}$. A maior densidade de corrente implica que a liga Fe-Mn foi mais suscetível à corrosão em comparação com a amostra de Fe puro. A principal razão para a baixa resistência à corrosão da liga Fe-Mn pode ser atribuída ao acoplamento galvânico entre as fases α -ferrita, γ -austenita e ϵ -martensita. Já se observou na análise de DRX que a liga Fe-Mn possui fases γ -austenita e ϵ -martensita, além da fase α -ferrita.

Além disso, foi relatado que as fases α -ferrita são mais resistentes à corrosão em comparação com as fases γ e ϵ , o que enfatiza que existe um acoplamento galvânico entre essas fases, levando a uma maior corrosão das fases γ e ϵ na proximidade da α -ferrita. Estudos anteriores (HUANG, et al., 2017) já demonstraram que um potencial de corrosão mais negativo indica uma menor resistência à corrosão da superfície, enquanto uma densidade de corrente mais elevada está associada a uma maior taxa de corrosão. Esses fatores são consistentes com as taxas de corrosão obtidas neste estudo, que foram de 0,0953 mm/ano para o ferro puro e 0,213 mm/ano para a liga Fe-35Mn, o que confirma a maior taxa de degradação observada para a liga.

Figura 11. Curvas de polarização potenciodinâmica da liga Fe-35Mn e Ferro puro na solução de PBS a 37 °C.



Fonte: Autor

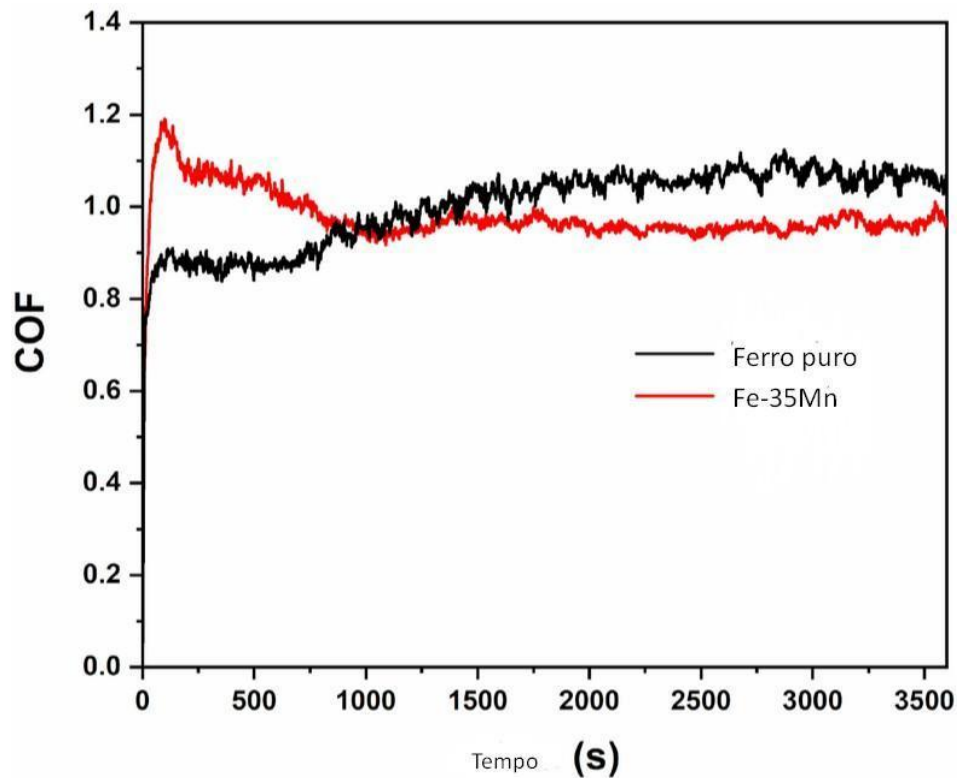
Tabela 2. Dados eletroquímicos da liga Fe-35Mn e Ferro puro na solução de PBS.

Amostra	E_{corr} (V)	I_{corr} (A.cm ⁻²)	Taxa de corrosão (mm/ano)
Fe puro	-0,665	$8,22 \cdot 10^{-6}$	$9,53 \cdot 10^{-2}$
Fe-35Mn	-0,791	$1,81 \cdot 10^{-5}$	$2,13 \cdot 10^{-1}$

Fonte: Autor

5.3 DESGASTE POR ATRITO

Figura 12. Gráfico do desenvolvimento do coeficiente de fricção ao longo do tempo quando exposto a micromovimentos.

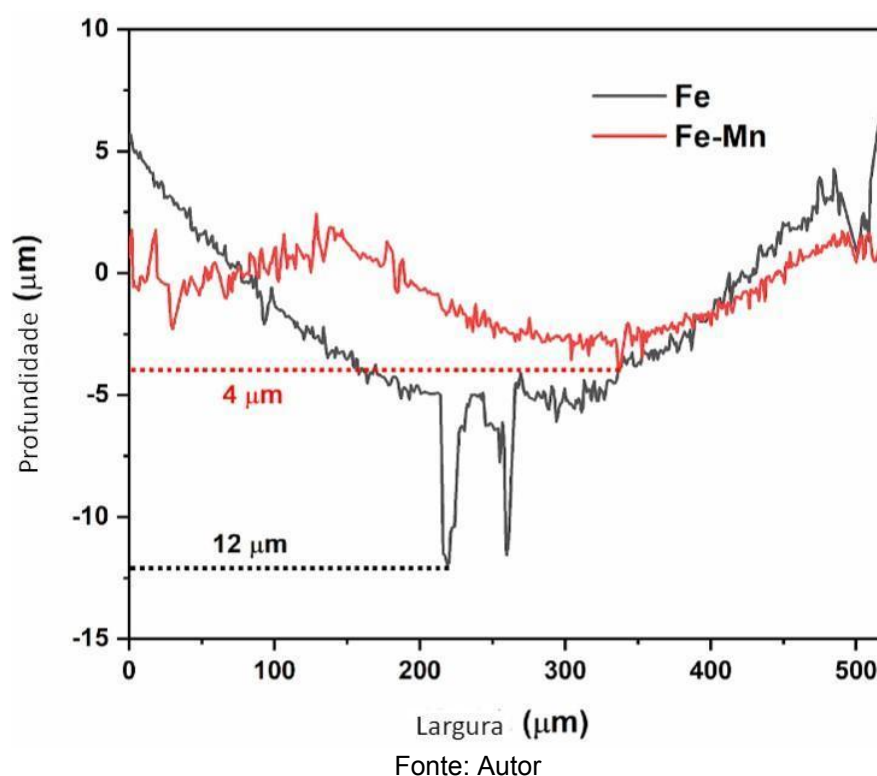


Fonte: Autor

Implantes metálicos biodegradáveis são normalmente utilizados como placas e parafusos para fixação óssea. Tais implantes estão suscetíveis a micromovimentos quando em condição in vivo e podendo levar a uma taxa de degradação maior do que a esperada. Para analisar a taxa de degradação devido aos micromovimentos, um teste de desgaste por atrito foi realizado para a liga Fe-Mn e para o ferro puro. A figura 12 ilustra o COF (coeficiente de atrito) das amostras de Fe e Fe-Mn em relação ao tempo de atrito para uma carga normal de 5 N. Ambas as amostras exibem um aumento nos valores de COF durante o período inicial do teste de desgaste, o que representa a fase de assentamento, e o COF se aproxima de um valor relativamente estável à medida que o teste progride. Nas condições iniciais de atrito, a superfície se entrelaça quando duas superfícies de contato se tocam. O aumento da força de atrito estático resulta em um aumento súbito dos valores de COF na fase inicial (SAMUEL, et al., 2020). O COF da amostra de Fe puro apresentou um aumento progressivo durante toda a duração do

desgaste, o que sugere que o período de assentamento foi predominante. Por outro lado, o COF da liga Fe-Mn foi inicialmente mais alto; no entanto, após 600 segundos, o COF foi reduzido e também atingiu a fase de estado estacionário. Essa tendência de COF foi bem corroborada com o perfil da cicatriz de desgaste. Após o teste de desgaste, a superfície desgastada das amostras foi analisada.

Figura 13. Perfil da cicatriz causada pelo desgaste no material para o ferro puro e o Fe-Mn.

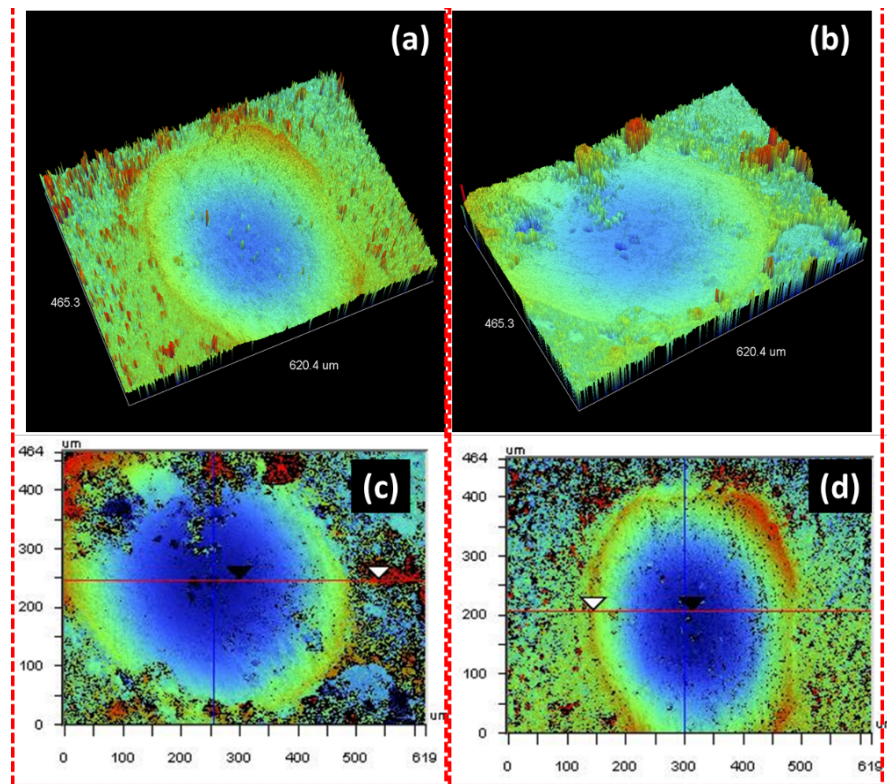


As Figuras (13) e (14) mostram o perfilômetro óptico 3D da superfície desgastada e o perfil da cicatriz de desgaste 2D do Fe puro e da liga Fe-Mn, respectivamente. O perfil da cicatriz de desgaste demonstra que a profundidade de desgaste do Fe puro foi maior do que a da liga Fe-Mn, que apresenta uma profundidade de desgaste mais rasa. Além disso, a perda de volume de desgaste correspondente do Fe puro foi significativamente maior ($1,13 \times 10^6 \mu\text{m}^3$) do que a da liga Fe-Mn ($0,23 \times 10^6 \mu\text{m}^3$). Tanto o COF quanto o perfil da cicatriz de desgaste sugerem que a adição de Mn ao Fe aumentou a resistência ao desgaste por atrito. A razão para a resistência ao desgaste aprimorada da liga Fe-Mn pode ser atribuída à presença de fases de ϵ -martensita, que geralmente possuem maior dureza em

comparação com as fases de α -ferrita. É amplamente conhecido que materiais de maior dureza tendem a apresentar melhor resistência ao desgaste.

Uma observação interessante feita neste estudo é que as fases adicionais revelaram uma natureza dual. No teste de corrosão, essas fases adicionais criaram um acoplamento galvânico, levando a uma taxa de corrosão mais alta; entretanto, nas condições de atrito essas fases adicionais, particularmente as fases de ε -martensita, melhoraram a resistência ao desgaste devido à sua maior dureza.

Figura 14. Perfilometria 3D da ambas as amostras após o desgaste por atrito, sendo (a,c) Fe e (b, d) Fe-Mn.



Fonte: Autor

6 CONCLUSÃO

Em conclusão desse estudo, o processamento da liga Fe-35Mn se demonstrou adequado, sendo que a mesma apresentou propriedades aprimoradas em relação ao ferro puro para aplicações biomédicas. A menor resistência à corrosão e, por consequência, maior taxa de degradação, contribuem para a possível aplicação da liga Fe-35Mn como um material biodegradável e, a maior dureza e maior resistência ao desgaste demonstrada pela liga, em relação ao ferro puro, resultante das fases presentes em sua microestrutura, tornam promissor a viabilização desse material para implantes biomédicos, entretanto ainda são necessários maiores investigações sobre esse material.

6.1 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

Para pesquisas futuras, sugere-se análise da tribocorrosão da liga Fe-35Mn com diferentes mecanismos de atritos e tensões. O conhecimento do comportamento desta liga em diferentes situações mecânicas e corrosivas pode permitir a abrangência dos tipos de implantes a serem produzidos por esse material. Ademais, atualmente, a literatura sobre a interação do desgaste por atrito ainda é limitada, destacando a relevância de estudos nessa área.

REFERÊNCIAS

- ASHAMMAKHI, N. *et al.* Minimally invasive and regenerative therapeutics. **Advanced Materials**, [s.l], v. 31, p. 1–32, 2019. Disponível em: 10.1002/adma.201804041. Acesso em: 06 set. 2024.
- AVERSA, R. *et al.* Hybrid ceramo-polymeric nanocomposite for biomimetic scaffolds design and preparation. **American Journal of Engineering and Applied Sciences**, Dubai, v. 9, n. 4, p. 1096-1115, 2016. Disponível em: 10.3844/ajeassp.2016.1096.1105 Acesso em 08 set. 2024.
- CHENG, J. *et al.* Comparative in vitro study on pure metals (Fe, Mn, Mg, Zn and W) as biodegradable metals. **Journal of Materials Science & Technology**, Haidian, v. 29, p. 619–627, 2013. Disponível em: 10.1016/j.jmst.2013.03.019. Acesso em: 07 set. 2024.
- CHEN, G. X. *et al.* Study on transition between fretting and reciprocating sliding wear. **Wear**, Vancouver, v. 250–251, p. 665–672, 2001. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(01\)00675-5](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(01)00675-5) Acesso em: 12 set. 2024.
- DARGUSCH, M. S. *et al.* Exploring the role of manganese on the microstructure, mechanical properties, biodegradability, and biocompatibility of porous iron-based scaffolds. **ACS Biomaterials Science and Engineering**, Washington, v. 5, p. 1686–1702, 2019. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsbiomaterials.8b01497> Acesso em: 07 set. 2024.
- FAN, N. *et al.* Effect of displacement amplitude on fretting wear of 304 stainless steel in air and sea water. **Lubrication Science**, Londres, v. 30, p. 116–125, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/lis.1409>. Acesso em: 12 set. 2024.
- GOPAL, V.; MANIVASAGAM, G. Wear e corrosion synergistic effect on Ti - 6Al - 4V alloy in H₂O₂ and albumin environment. **Journal of Alloys Compounds**, Lausanne, v. 830, p. 154539, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154539>. Acesso em: 14 set. 2024.
- HALLIDAY, J. Lubrication and wear. *In*: CONFERENCE ON LUBRICATION AND WEAR, 1958, Londres. **Proceedings [...]**. Londres: Wiley Advanced, 1958. p. 640. Disponível em: <https://advanced.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adfm.201805402> Acesso em: 14 set. 2024.
- HAN, H. *et al.* Current status and outlook on the clinical translation of biodegradable metals. **Materials Today**, Oxford, v. 23, p. 57-71, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2018.05.018> Acesso em: 09 set. 2024.
- HE, J. *et al.* Advances in Fe-based biodegradable metallic materials. **Royal Society of Chemistry**, Wurzberg, n.114, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1039/C6RA20594A>. Acesso em: 08 set. 2024.
- HERMAWAN, H. *et al.* Degradable metallic biomaterials: design and development of Fe-Mn alloys for stents. **Journal of Biomedical Materials Research**: part a, Hoboken, v. 93, p. 1–11, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/jbm.a.32224>. Acesso em: 08 set. 2024.

HERMAWAN, H. *et al.* Development of degradable Fe-35Mn alloy for biomedical application. **Advanced Materials Research**, Pfaffikon, v. 17, p. 107–112, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.15-17.107>. Acesso em: 09 set. 2024.

HERMAWAN, H. *et al.* Degradable metallic biomaterials: design and development of Fe-Mn alloys for stents. **Journal of Biomedical Materials Research: part a**, Hoboken, v. 93, p. 1–11, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/jbm.a.32224>. Acesso em: 08 set. 2024.

HERMAWAN, H. *et al.* Fe-Mn alloys for metallic biodegradable stents: degradation and cell viability studies. **Acta Biomaterialia**, Oxford, v. 6, p. 1852–1860, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2009.11.025>. Acesso em: 08 set. 2024.

HERMAWAN, H. *et al.* Iron-manganese: New class of metallic degradable biomaterials prepared by powder metallurgy. **Powder Metallurgy**, Londres, v. 51, p. 38–45, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/174329008X284868>. Acesso em: 12 set. 2024.

HUANG, S. *et al.* Impact toughness and microstructural response of Ti-17 titanium alloy subjected to laser shock peening. **Surface and Coatings Technology**, Amsterdam, v. 327, p. 32–41, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.07.045>. Acesso em: 12 set. 2024.

LEE, S.J. *et al.* Design for Fe-high Mn alloy with an improved combination of strength and ductility. **Scientific Reports**, Londres, v. 7, p. 1–9, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/s41598-017-03862-y>. Acesso em: 09 set. 2024.

LIN, M. *et al.* Surface characteristics underpinning fretting wear performance of heavily loaded duplex chameleon/PEO coatings on Al. **Tribology International**, Londres, v. 154, p. 106723, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2020.106723>. Acesso em: 13 set. 2024.

LIU, P. *et al.* Microstructure, mechanical properties, degradation behavior, and biocompatibility of porous Fe-Mn alloys fabricated by sponge impregnation and sintering techniques. **Acta Biomaterialia**, Oxford, v. 114, p. 485–496, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2020.07.048>. Acesso em: 09 set. 2024.

LIU, R.Y. *et al.* Design of Fe–Mn–Ag alloys as potential candidates for biodegradable metals. **Acta Metallurgica**, Pittsburgh, v. 31, p. 584–590, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s40195-018-0702-z>. Acesso em: 06 set. 2024.

LIU, Y. *et al.* Friction and wear behaviors of nanocrystalline surface layer of pure copper. **Wear**, Vancouver, v. 260, p. 942–948, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.wear.2005.06.010>. Acesso em: 12 set. 2024.

LIU, Y. *et al.* Fundamental theory of biodegradable metals: definition, criteria, and design. **Advanced Functional Materials**, Weinheim, v. 29, n. 18, p. 1805402, 2019. Disponível em: <https://advanced.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adfm.201805402>. Acesso em: 06 set. 2024.

MARUYAMA, N. Mechanical testing of metallic biomaterial. **Metals for Biomedical Devices**, Cambridge, p. 157–177, 2010. Disponível em:

<https://doi.org/10.1533/9781845699246.2.157>. Acesso em: 10 set. 2024.

MANIVASAGAM, G. *et al.* Biodegradable Mg and Mg based alloys for biomedical implants. **Materials Science and Technology**, Pittsburg, v. 30, n. 5, p. 515–520, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/1743284713Y.0000000500>. Acesso em: 07 set. 2024.

MORDORINTELLIGENCE. **Biomaterials Market Size and Share Source: Growth, Trends, Covid-19 35 Impact, and Forecasts (2022-2027)**. Mordor Intelligence, Hyderabad, 2025. Disponível em: <https://www.mordorintelligence.com/industry-reports/biomaterials-market>. Acesso em: 06 set. 2024.

NIE, F.L. *et al.* In vitro corrosion, cytotoxicity and hemocompatibility of bulk nanocrystalline pure iron. **Biomedical Materials**, Londres, v.6, n.1, p. 065015, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/1748-6041/5/6/065015>. Acesso em: 07 set. 2024.

OBAYI, C.S. *et al.* Effect of grain sizes on mechanical properties and biodegradation behavior of pure iron for cardiovascular stent application. **Biomatter**, Philadelphia, v. 6, n. 1, p. e959874, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.4161/21592527.2014.959874>. Acesso em: 08 set. 2024.

PIRES, A.L.R. *et al.* Biomateriais: tipos, aplicações e mercado. **Química Nova**, São Paulo, v. 38, n. 7, p. 957–971, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.5935/0100-4042.20150094>. Acesso em: 06 set. 2024.

PRAVEENKUMAR, K. *et al.* Effect of multiple laser peening on microstructural, fatigue and fretting-wear behaviour of austenitic stainless steel. **Surface Coatings Technology**, Lausanne, v. 443, p. 128611, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128611>. Acesso em: 11 set. 2024.

RAI, P.K. *et al.* Effects of grain size gradients on the fretting wear of a specially-processed low carbon steel against AISI E52100 bearing steel. **Wear**, Londres, v. 412–413, p. 1–13, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.07.014>. Acesso em: 11 set. 2024.

SAMUEL, S.C. *et al.* High temperature dry sliding wear behaviour of laser powder bed fused Inconel 718. **Additive Manufacturing**, New York, v. 34, p. 101279, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101279>. Acesso em: 11 set. 2024.

SCHINHAMMER, M. *et al.* On the cytocompatibility of biodegradable Fe-based alloys. **Materials Science and Engineering: C**, Amsterdam, v. 33, n. 2, p. 782-789, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2012.11.002> Acesso em: 07 set. 2024.

SEMENOVA, I.P. *et al.* Fracture toughness at cryogenic temperatures of ultrafine grained Ti-6Al-4V alloy processed by ECAP. **Materials Science and Engineering: A**, Lausanne, v. 716, p. 260-267, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.106> Acesso em: 10 set. 2024.

SILVA, K. B. **Desenvolvimento de novas técnicas de processamento da liga biodegradável Fe-35Mn para aplicações biomédicas**: estudos in vitro. 2022. Tese

(Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Engenharia e Ciências, Guaratinguetá, 2022.

SINGH, N.B. *et al.* Degradation behavior of biodegradable Fe35Mn alloy stents. **Journal of Biomedical Materials Research: part b applied biomaterials**, Hoboken, v. 103, p. 572–577, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/jbm.b.33242>. Acesso em 09 set. 2024.

STACHOWIAK, G.W. *et al.* **Engineering tribology**. Oxford: Butterworth Heinemann, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2011.02.010> Acesso em 11 set. 2024.

STAIGER, M.P. *et al.* Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: A review. **Biomaterials**, Londres, v. 27, n. 9, p. 1728–1734, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.10.003>. Acesso em: 08 set. 2024.

SUURONEN, R. Biodegradable fracture-fixation device in maxillofacial surgery. **International Journal of Oral Maxillofacial Surgery**, Oxford, v. 83, p. 32–36, 1993.

WANG, H. *et al.* In vitro corrosion properties and cytocompatibility of Fe-Ga alloys as potential biodegradable metallic materials. **Materials Science and Engineering: C**, Amsterdam, v. 71, p. 60–66, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.09.086>. Acesso em: 07 set. 2024.

WANG, J. *et al.* Biodegradable magnesium screws accelerate fibrous tissue mineralization at the tendon-bone insertion in anterior cruciate ligament reconstruction model of rabbit. **Scientific Reports**, Londres, v. 7, p. 1–12, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/srep40369> Acesso em: 08 set. 2024.

ZHANG, Y.S. *et al.* Friction and wear behaviors of nanocrystalline surface layer of pure copper. **Wear**, Oxford, v. 260, p. 942–948, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.wear.2005.06.010>. Acesso em: 12 set. 2024.

ZHENG, Y.F. *et al.* Biodegradable metals. **Materials Science and Engineering R: Reports**, Lausanne, v. 77, p. 1–34, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mser.2014.01.001>. Acesso em: 08 set. 2024.

ZHU, M.H. *et al.* On the mechanisms of various fretting wear modes. **Tribology International**, Londres, v. 44, n.11, p.1378-1388, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2011.02.010> Acesso em: 11 set. 2024.