



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**Prevención de la corrosión en acero
inoxidable 316L por medio de la
aplicación de capas delgadas de
SiN mediante MS-RF**

TESIS

Que para obtener el título de
Ingeniera Mecánica

P R E S E N T A

Ana Aleida Lara Vázquez

DIRECTOR DE TESIS

Dr. Jesús Rafael González Parra



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2026



**PROTESTA UNIVERSITARIA DE INTEGRIDAD Y
HONESTIDAD ACADÉMICA Y PROFESIONAL
(Titulación con trabajo escrito)**



De conformidad con lo dispuesto en los artículos 87, fracción V, del Estatuto General, 68, primer párrafo, del Reglamento General de Estudios Universitarios y 26, fracción I, y 35 del Reglamento General de Exámenes, me comprometo en todo tiempo a honrar a la institución y a cumplir con los principios establecidos en el Código de Ética de la Universidad Nacional Autónoma de México, especialmente con los de integridad y honestidad académica.

De acuerdo con lo anterior, manifiesto que el trabajo escrito titulado PREVENCION DE LA CORROSION EN ACERO INOXIDABLE 316L POR MEDIO DE LA APLICACION DE CAPAS DELGADAS DE SIN MEDIANTE MS-RF que presenté para obtener el título de INGENIERA MECÁNICO es original, de mi autoría y lo realicé con el rigor metodológico exigido por mi Entidad Académica, citando las fuentes de ideas, textos, imágenes, gráficos u otro tipo de obras empleadas para su desarrollo.

En consecuencia, acepto que la falta de cumplimiento de las disposiciones reglamentarias y normativas de la Universidad, en particular las ya referidas en el Código de Ética, llevará a la nulidad de los actos de carácter académico administrativo del proceso de titulación.

ANA ALEIDA LARA VAZQUEZ
Número de cuenta: 318056715

Dedicatoria

A mis padres, por haberme brindado todas las herramientas y apoyo a lo largo de mi vida y carrera universitaria. Gracias por haberme enseñado que todo es posible, sin su dedicación, yo no sería la misma que soy hoy en día.

A mi familia y hermano por siempre preocuparse por mí y mis estudios.

Y a mis amigos por hacer de esta etapa algo inolvidable.

Contenido

Dedicatoria.....	1
Resumen	5
Hipótesis	5
1. Introducción	6
Objetivo General.....	6
Objetivos particulares	6
Planteamiento del problema	6
2. Marco teórico	7
2.1 Aceros inoxidables	7
2.1.1 Fundamentos generales.....	8
2.1.2 Acero inoxidable 316L	10
2.2 Aceros de uso ortopédico y biomédico.....	12
2.3 Corrosión.....	13
2.3.1 Corrosión Localizada	14
2.4 Corrosión en el cuerpo humano.....	15
2.5 Alternativas de protección contra la corrosión en el cuerpo humano	18
2.5.1 Recubrimientos orgánicos.....	18
2.5.2 Proyección térmica de Hidroxiapatita	18
2.5.3 Depósito electrolítico	19
2.5.4 Modificación superficial	20
2.6 ¿Por qué Nitruros de Silicio?.....	20
3. Metodología experimental	22
3.1 Curvas de Polarización (CP).....	23
3.2 Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS)	25
3.3 Espectroscopía Raman	27
3.4 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	27
3.5 Microscopia de Fuerza Atómica (AFM)	28
4. Resultados y discusión.....	28
4.1 Curvas de polarización	28

4.2 Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)	33
4.3 RAMAN	37
4.4 Microscopía de fuerza atómica (AFM)	37
4.5 Microscopía electrónica de barrido (SEM)	39
5. Conclusiones	42
6. Agradecimientos	43
7. Referencias.....	44
Anexo 1.....	50
Anexo 2.....	55
A2.1 Curvas de Polarización	55
A2.2 Espectroscopía de Impedancia electroquímica (EIS)	56
A2.3 Espectroscopía Raman	57
A2.4 Microscopía electrónica de barrido (SEM)	58
A2.5 Microscopía de fuerza atómica (AFM)	60

Tabla de figuras

Figura 1. Diagrama de fases hierro-carbono simplificado. [2].....	9
Figura 2. Variaciones en las secciones transversales de los pits. [25].....	14
Figura 3. Probetas de SS316L, autoría propia	22
Figura 4. Pulidora metalográfica modelo Mp-1B, autoría propia	22
Figura 5. Baño ultrasónico con capacidad de 0.8L. Autoría propia	23
Figura 6. Celda utilizada para evaluación electroquímica. Autoría propia.	24
Figura 7. AUTOLAB modelo PGSTAT302N. Autoría propia.....	25
Figura 8. Electrodo de referencia Ag/AgCl. Autoría propia	25
Figura 9. Curvas de polarización potencio dinámicas.	30
Figura 10. Apariencia superficial de la probeta de 0W después de haber realizado el procedimiento.	31
Figura 11. Apariencia superficial de la probeta de 10W después de haber realizado el procedimiento.	32
Figura 12. Apariencia superficial de la probeta de 20W después de haber realizado el procedimiento.	32
Figura 13. Apariencia superficial de la probeta de 40W después de haber realizado el procedimiento.	32

Figura 14. Apariencia superficial de la probeta de 60W después de haber realizado el procedimiento.	33
Figura 15. Espectroscopía de impedancia electroquímica, 0 horas de inmersión.	34
Figura 16. Espectroscopía de impedancia electroquímica, 48 horas de inmersión. ..	35
Figura 17. Espectroscopía de impedancia electroquímica, 192 horas de inmersión..	36
Figura 18. Espectroscopía Raman 40W 300°C	37
Figura 19. Imágenes obtenidas del estudio de AFM.	38
Figura 20. Micrografía (SEM) de las capas de SiN a) 12,000 aumentos b) 100,000 aumentos	39
Figura 21. Micrografía (SEM) de las capas de SiN en probetas a 20W a 50,000 aumentos	40
Figura 22. Micrografía (SEM) de las capas de SiN en probetas de 40W, a) 50,000 aumentos y b) 100,000 aumentos.	41
Figura 23. Micrografía SEM de probetas recubiertas a 60W y 300°C, a) X50,000 y b) X100,000.	42
Figura 24. Constancia 4° Congreso Estatal de Estudiantes de ciencia e Ingeniería de materiales CDMX-Sur 2025	50
Figura 25. Póster 4° Congreso Estatal de Estudiantes de ciencia e Ingeniería de materiales CDMX-Sur 2025	51
Figura 26. Constancia de asistencia al XI Simposio Nacional y IV reunión latinoamericana de Ingeniería de superficies y tribología 2025	52
Figura 27. Póster presentado en la XI Simposio Nacional y IV reunión latinoamericana de Ingeniería de superficies y tribología 2025	53
Figura 28. Encabezado de la revista “Coatings”	54
Figura 29. Aceptación del artículo para la revista “Coatings”	54
Figura 30. Esquema de conexión simplificado para realizar curvas de polarización ..	56
Figura 31. Funcionamiento simplificado de la Espectroscopía Raman	58
Figura 32. Esquema simplificado del SEM.	59
Figura 33. Deflectores utilizados en AFM. Autoría propia.	61

Contenido de tablas

Tabla 1. Valores de referencia del SS 316L. [4] [5]	8
Tabla 2. Composición del acero inoxidable 316L. [11]	10
Tabla 3. Composición típica SS 316L. Obtenida de [6]	11
Tabla 4. Disolución SBF [56]	26
Tabla 5. Parámetros utilizados para la experimentación de EIS. [46]	26
Tabla 6. Valores de Curvas de polarización potencio-dinámicas.	30

Resumen

El estudio a la corrosión es de suma importancia debido a su amplia área de aplicación además de su versatilidad y costo. Este material puede encontrarse en tuberías industriales hasta la fabricación de herramientas de uso quirúrgico, médico u ortopédico. Dentro de las principales ventajas del uso de los aceros inoxidable, en especial el SS 316L, es su biocompatibilidad. Por ello, empleando técnicas electroquímicas, se evaluó la velocidad de corrosión y se generaron datos a partir de las diferentes potencias de recubrimientos para analizar cómo se mejorará la resistencia a la corrosión en la superficie del material. De igual forma se incorporaron estudios de microscopía para conocer la morfología del recubrimiento empleado para este trabajo.

En la metodología experimental se propuso llevar a cabo un análisis electroquímico que ayudara a conocer cómo se comportó la corrosión bajo una atmósfera controlada y un estudio que ayudara para evaluar su durabilidad a lo largo del tiempo para entender por medio de estos resultados la utilidad que tiene el recubrimiento sobre el acero inoxidable. Posteriormente, con ayuda de los resultados obtenidos en análisis de micrografías, se evaluó la superficie del material para generar resultados que confirmaran que los depósitos de Nitruro de Silicio (SiN) depositados por medio de un magnetron “*sputtering*” asistido por radiofrecuencia fueron realizados con éxito.

Finalmente, se habló de manera generalizada acerca de todo el compendio de resultados obtenidos y generar así una conclusión que nos permita entender y evaluar la viabilidad de este recubrimiento para encaminarlo hacia un futuro prometedor en el ámbito de los biomateriales. Además de integrar en la parte de los anexos la productividad a lo largo del desarrollo de esta tesis como lo fueron los trabajos de divulgación en congresos asistidos y finalmente algunos conceptos que fueron de ayuda para realizar las técnicas de caracterización.

Hipótesis

Es posible que los recubrimientos de Nitruro de Silicio depositados con parámetros adecuados por medio de un magnetron “*sputtering*” asistido por radiofrecuencia (RF) en forma de capas delgadas mejoren significativamente el comportamiento a la corrosión del acero inoxidable 316L en ambientes corrosivos biológicos.

1. Introducción

El estudio de aceros inoxidables ha sido de suma importancia a lo largo de los años debido a su común uso en diversos entornos industriales. Actualmente, se buscan generar alternativas con nuevos materiales en forma de recubrimientos para que permitan complementar los ya existentes para lograr generar un uso más común y accesible para los pacientes que requieran alguna prótesis ortopédica.

En este trabajo se aborda al SiN como un recubrimiento colocado en forma de capas delgadas sobre Acero inoxidable 316L utilizado comúnmente para el ámbito biomédico, en herramientas de cirugía, prótesis y órtesis. Este estudio permitirá entender el comportamiento de la corrosión por picaduras en el material.

Objetivo General

Determinar el comportamiento a la corrosión de un acero inoxidable 316L expuesto en medio biológico simulado protegido por medio de capas delgadas de SiN depositadas superficialmente a diferentes potencias por medio de magnetron “*sputtering*” asistido por radio frecuencia.

Objetivos particulares

- Preparar superficialmente probetas metálicas de SS316L.
- Depositar un recubrimiento de Nitruro de Silicio por medio de magnetron “*sputtering*” asistido por radiofrecuencia.
- Evaluar el comportamiento a la corrosión en medio biológico simulado.
- Caracterizar por medio de espectroscopía de impedancia electroquímica.
- Caracterizar por medio de curvas de polarización potencio dinámicas.
- Caracterizar la morfología del recubrimiento por medio de técnicas de caracterización superficial.
- Caracterizar la composición del recubrimiento por medio de espectroscopía Raman.

Planteamiento del problema

Actualmente el acero inoxidable 316L (SS 316L) es utilizado con regularidad en cualquier ámbito, por ejemplo, puede ser encontrado en aplicaciones que requieren elevado control y cautela como lo son las tuberías para la industria petroquímica,

industria automotriz y aeroespacial, en herramientas del ámbito médico como tijeras, pinzas y bisturís. En el sector alimenticio en utensilios de cocina, electrodomésticos, en la industria de la construcción desde fachadas hasta barandillas de seguridad, puertas y pasamanos, entre muchas otras aplicaciones más.

Al ser una de las elecciones más populares, su desarrollo para implantes en cirugías ortopédicas ha tomado gran relevancia esto debido a su alta resistencia a la corrosión. Sin embargo, al ser un material tan popular y accesible, se busca crear una solución que permita a los usuarios continuar con su vida de una forma normal, es decir sin generar complicaciones desfavorables que pongan en riesgo su salud y a la vez, ayudando a brindarles una mejora significativa para su calidad de vida. El estudio y entendimiento de la corrosión del SS 316L permitirá generar nuevas herramientas que propicien el desarrollo hacia un campo de oportunidad enfocado al recubrimiento de este material en específico.

Cuando el SS 316L se encuentra en contacto directo con fluidos humanos durante un largo periodo de tiempo, comienza a deteriorarse, causando picaduras en el material y derivando así en una falla mecánica. No solo el material pierde resistencia, también hace que todos los iones metálicos provenientes de la pérdida de material a causa de la picadura se comiencen a esparcir dentro del cuerpo humano. Por ello, es conveniente realizar estudios y evaluaciones experimentales que nos permitan observar y evaluar la viabilidad de generar recubrimientos basados en la aplicación de capas delgadas de SiN mediante la técnica de deposición usando un magnetrón “*sputtering*” asistido por radiofrecuencia para prevenir la corrosión de prótesis ortopédicas.

2. Marco teórico

2.1 Aceros inoxidables

Actualmente, los aceros inoxidables son utilizados de forma común diariamente y podemos encontrarlos en nuestro entorno en casi todo lo que utilizamos incluso, sin tener un contacto directo con ellos, por ello es importante saber cómo se comportan, hablar de sus propiedades mecánicas y para qué nos pueden ser de utilidad. Como muestra de ello, un gran referente para saber que este acero es usado de una forma omnipresente cotidianamente, es observar los datos de consumo y producción que tienen las naciones que se encuentran posicionadas como potencias mundiales. La producción de acero inoxidable alrededor del año 1990 tuvo un alza específicamente para la creación de aceros inoxidables resistentes a altas temperaturas. [1] Entender

su microestructura y composición permitirá diferenciar de mejor manera para qué uso son ideales. El acero inoxidable no es más que una aleación de hierro, carbono, níquel, cromo y molibdeno que permite maleabilidad por su composición y su estructura cristalina ampliando su área de aplicación. [2]

El acero es tan versátil que puede ser utilizado directamente al finalizar su proceso de fundición, puede ser formado a través de la pulvimetalurgia (P/M), los lingotes obtenidos de igual forma por la fundición posteriormente pueden ser conformados por laminación o forja, dependiendo del uso para el que sean destinados, por último, algunos productos de acero inoxidable que pueden ser utilizados como productos planos, son obtenidos por medio de la colada continua. [3] Como se puede observar, no solo el campo de aplicación es muy amplio, también el área de manufactura de estos aceros es muy versátil.

En la *Tabla 1*. se muestran las propiedades físicas y mecánicas típicas del SS 316L, pero dependen en gran medida de su composición química.

Tabla 1. Valores de referencia del SS 316L. [4] [5]

Densidad	Aprox. 8.02 $\left[\frac{g}{cm^3} \right]$
Punto de fusión del hierro/acero	1536 °C
Resistencia a la tracción mínima	485 [MPa]
Dureza Brinell máxima	217 [HB]

Existen 3 grupos principales de aceros inoxidables, los ferríticos, martensíticos y austeníticos. Cabe mencionar que estos aceros cuentan con una característica importante, los aceros inoxidables austeníticos no son ferromagnéticos, mientras que los aceros inoxidables martensíticos y ferríticos si son ferromagnéticos. [1] Gracias a sus propiedades, los metales y sus aleaciones son utilizadas comúnmente en el ámbito médico, esto debido a sus buenas propiedades como tenacidad, rigidez, su resistencia a la fractura y su conductividad eléctrica. [6]

2.1.1 Fundamentos generales

El acero inoxidable es un material accesible y práctico, así como versátil para las aplicaciones industriales, médicas y comerciales. Antes de tomar una decisión con respecto al tipo de acero a utilizar, es necesario saber el fin para el cuál se va a destinar, por ello es necesario conocer los diferentes grados de acero inoxidable y sus

aleaciones para dar pie a una buena elección que posteriormente nos brinde resultados favorables.

Los aceros están formados por estructuras cristalinas y para saber qué tipo de estructuras cristalinas tiene el material al momento de trabajarlo, es necesario conocer su diagrama de fase. El diagrama hierro carbono puede brindar más información del material. La Figura 1 muestra un diagrama simplificado del diagrama de fases hierro-carbono. El diagrama de fases muestra el contenido de carbono, la temperatura y describe la composición de sus fases. El diagrama, indica de izquierda a derecha el contenido de carbono que se encuentra adicionado en el hierro. Cuando el contenido de carbono es de 0-2.06% se asocia con la presencia de un acero, si el porcentaje de carbono aumenta a un intervalo de 2.06- 6.67%, el acero se transforma en hierro fundido transformándolo en un material más duro y frágil.

Si se eleva la temperatura hasta 911° C, se trata de un hierro α , es decir, de una red cúbica centrada en el cuerpo (BCC). Si se sube más la temperatura, en un intervalo de alrededor de 911 °C a 1398 °C ahora encontraremos una transformación en la red cristalina, pasando de una red cúbica centrada en el cuerpo (BCC), a una red cúbica centrada en las caras (FCC) que puede disolver hasta un 2.1% de carbono. [2]

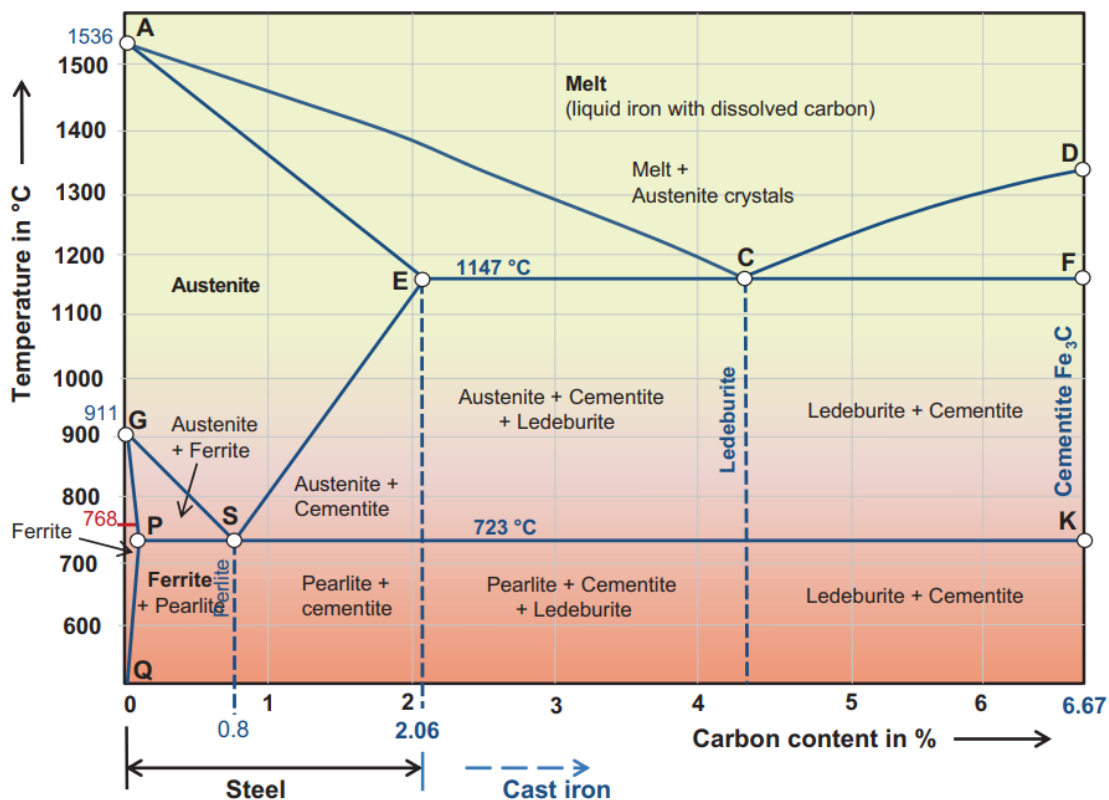


Figura 1. Diagrama de fases hierro-carbono simplificado. [2]

2.1.2 Acero inoxidable 316L

Los metales y las aleaciones están formados por pequeños granos que tienen una estructura cristalina orientada de manera aleatoria. Dentro de estos granos, la estructura cristalina puede ser ferrítica, austenítica, martensítica, o a través de una combinación de la estructura que conlleva a la obtención de un acero de endurecimiento por precipitación. En específico el acero inoxidable contiene alrededor de un 16% a un 18% en peso de Cromo y algunos metales como el Níquel, Molibdeno, Cobre, Titanio, Niobio y Nitrógeno, entre otros, son adicionados a este material para promover una resistencia a la corrosión mucho mayor. [6] [7]

Diversos estudios han demostrado que, dentro de los aceros inoxidables, el 316L es de los que menos liberan níquel dentro del cuerpo humano. [8] Es importante mencionar lo anterior debido a que el Níquel genera reacciones alérgicas a nivel tópico. Un claro ejemplo de ello es la joyería de fantasía. [8] Esto puede hacer que las aleaciones de acero tengan una velocidad crítica para el temple más baja, lo que facilita la formación de martensita. Por otro lado, si se agrega Vanadio, puede formar dispersión de carburos ayudándole a aumentar la resistencia sin comprometer la tenacidad y ductilidad. [9]

Tabla 2. Composición del acero inoxidable 316L. [9]

Elemento	Símbolo químico	Porcentaje
Hierro	Fe	65.243%
Cromo	Cr	17%
Níquel	Ni	12%
Molibdeno	Mo	2.25%
Manganeso	Mn	2%
Silicio	Si	0.75%
Cobre	Cu	0.50%
Nitrógeno	N	0.10%
Carbono	C	0.03%
Fósforo	P	0.025%
Azufre	S	0.010%

Para corroborar la composición antes mencionada, de acuerdo con Noor et al. [10], la composición química correspondiente de peso en porcentaje del SS316L es de 0.3% máximo de carbono, un rango de 16.0% a 18.0% de Cromo, 2.0% a 3.0% de Molibdeno y de 10.0% a 14.0% de Níquel [11] definiéndolo con una estructura austenítica. En la tabla 3 podemos observar los valores comunes para la composición de acero inoxidable y aleaciones de Cobalto Cromo.

Tabla 3. Composición típica SS 316L. Obtenida de [6]

Elemento	Porcentaje típico
Carbono (C)	<0.03
Silicio (Si)	<0.045
Fósforo (P)	<0.03
Azufre (S)	<1.0
Manganeso (Mn)	<2.0
Cromo (Cr)	16.0-18.0
Níquel (Ni)	12.0-15.0
Molibdeno (Mo)	2.0-3.0
Hierro (Fe)	Restante

Por otra parte, en las propiedades mecánicas tenemos el límite elástico (*Yield strength*) de 172 MPa (25 ksi) y el esfuerzo último a la tracción (*Tensile strength*) de 483 MPa (70 ksi) con una elongación de 40%. El módulo de Young para aceros inoxidables es de 193 GPa, mucho mayor comparada con los huesos humanos. [12]

Los aceros inoxidables cumplen con los requerimientos necesarios para satisfacer las propiedades mecánicas requeridas para los implantes, sin embargo, falta satisfacer los requerimientos biomédicos especialmente para evitar la corrosión localizada en el implante. Ningún biomaterial metálico cumple con todas las funciones mecánicas y biológicas del cuerpo. [11]

Los materiales utilizados con más frecuencia para medicina, odontología, química medicinal y farmacéutica son las aleaciones de cobalto-cromo y titanio, además de los aceros inoxidables de grado médico como el 304, 316 y 316L, esto debido a su composición y adición de molibdeno y cromo que permiten su exposición a ambientes corrosivos dentro del cuerpo, con un entorno lleno de proteínas y aminoácidos. [12] [13] El acero inoxidable 304 es conocido como una aleación austenítica de cromo-níquel, el acero inoxidable 316 como un acero de grado marino mientras que el 316L es conocido como acero inoxidable de grado marino con bajo contenido de carbón.

Los 3 aceros inoxidables son conocidos por contar con una excelente resistencia en distintos entornos, sin embargo, el acero 304 es diferente al 316 y 316L debido a que no es tan resistente en entornos donde se encuentran cloruros, así mismo, el SS 304 es más susceptible a tener corrosión por picaduras. Por otro lado, el acero 316 es más susceptible a corrosión intergranular en las soldaduras, así como en aleaciones expuestas, de igual forma, el SS 316L presenta las mismas propiedades mecánicas y la misma resistencia a la corrosión, aunque este acero de bajo carbono presenta mayor resistencia a la corrosión intergranular. [14] [15] [16]

2.2 Aceros de uso ortopédico y biomédico

El uso de aceros inoxidable para la parte biomédica ha ido cambiando a lo largo del tiempo, desde aceros al carbono hasta la adopción y estudio de titanios para prótesis biomédica y sus aleaciones, han hecho que los investigadores abran la puerta al estudio de los aceros para la misma aplicación. En este caso, para poder utilizar los aceros inoxidables es importante tomar en cuenta sus propiedades mecánicas y biocompatibles.

Además de estudiar sus propiedades mecánicas y biocompatibles, el acero inoxidable es de los más utilizados debido a su bajo costo, la forma en que se puede procesar, su maleabilidad y su composición química. En el caso del SS 316L su uso tan diverso se debe a su excepcional resistencia a la corrosión bajo condiciones que cuentan con altos niveles de cloruros. [17] Por ejemplo, en una disolución Hanks, se ha podido observar que la capa superficial del SS 316L, el óxido se transforma en óxido de hierro y cromo cuando hay una pequeña cantidad de molibdeno presente. [6]

El SS 316L es utilizado mayormente en aplicaciones como placas de fractura ortopédica, implantes dentales y prótesis de reemplazo de articulaciones por mencionar los más comunes. [18]

Con el fin de comenzar a utilizar materiales como el acero inoxidable, es necesario tomar en cuenta que, a comparación con otros materiales, el acero no buscará imitar las propiedades mecánicas de los tejidos a reemplazar, sino restaurar la movilidad y reducir el dolor, garantizando su durabilidad debido a la biocompatibilidad con el cuerpo humano. [19]

Los metales son comúnmente utilizados en aplicaciones biomédicas debido a sus propiedades mecánicas y a la capacidad que tiene para soportar grandes esfuerzos. Las aleaciones contribuyen a la dureza del material, visto de otra forma, los elementos agregados evitan que los planos del material se deslicen generando fallas mecánicas. Es interesante entender cómo funcionan los metales en implantes biomédicos, debido a que su liberación de iones metálicos se ve estrechamente relacionada con los fracasos clínicos en implantes, la osteólisis y las reacciones alérgicas cutáneas. [20]

En el caso de los materiales para las extremidades de la parte inferior del cuerpo, son sometidos a esfuerzos severos de una forma intermitente y con pesos mucho más elevados al corporal. A pesar de contar con avances en el campo de los materiales ortopédicos, aún persisten problemas como la toxicidad de los iones metálicos y el desgaste a largo plazo.

2.3 Corrosión

De acuerdo con la norma NACE/ASTM G193 – 09ª la corrosión se define como el deterioro de un material, usualmente metal, que resulta de una reacción química o electroquímica con el ambiente. [21] La pérdida de material debido a estas reacciones químicas o electroquímicas puede deberse de igual manera a las condiciones ambientales en las que se encuentra el material, así como también los tipos de esfuerzos mecánicos a los que se encuentre sometido.

En el caso de los aceros inoxidable, estos se encuentran formados por componentes en cantidades suficientes que permiten al material crear una capa pasiva en su superficie a fin de prevenir la corrosión y mejorar sus propiedades mecánicas. Podemos encontrar a los aceros inoxidable en diversas industrias, pero son comúnmente utilizados para la industria química y biomédica. [21]

La corrosión puede verse clasificada en dos grandes grupos, la corrosión uniforme o generalizada y la corrosión localizada. Desde el punto de vista técnico, la corrosión generalizada puede ser hasta cierto punto benigna, esto porque permite entender y de cierta forma predecir el comportamiento del material, así como su vida útil. Como su nombre lo menciona, la corrosión se distribuye por todo el material de manera uniforme sobre toda su superficie siendo la penetración media igual en todos los puntos. [22]

La corrosión uniforme suele distinguirse por un aspecto superficial de productos de la corrosión o escamas similares a las producidas durante la oxidación a altas temperaturas. Es importante retirar esa capa de óxido característica de los aceros (y de igual forma para los hierros) para poder observar realmente el ataque que se ha producido en la superficie del material en forma de manchas o picaduras relativamente profundas características de la corrosión localizada (pitting corrosion) y poder realizar un análisis posterior por medio de estudios de metalografía.

En el caso de la corrosión uniforme, su medición característica suele ser por pérdida de peso y espesor realizadas a través de diferentes intervalos de tiempo expuestos en algún medio corrosivo para su estudio.

La mayoría de los procesos de corrosión, ocurren debido al menos a dos reacciones electroquímicas, compuestas por reacción anódica y catódica. La aplicación de la teoría del potencial mixto a la corrosión fue presentada originalmente por Wagner y Traud y discutida más tarde por la revista de la sociedad Electroquímica por Petrocelli

en 1957. [23] A continuación, se describen los mecanismos de corrosión que pueden presentarse en los aceros inoxidable.

2.3.1 Corrosión Localizada

Existen 5 tipos de corrosión localizada que requieren el uso de grados específicos de aceros inoxidables para prevenirlas o mitigarlas: corrosión por picado, corrosión por rendija, corrosión intergranular, corrosión bajo tensión y corrosión galvánica. [24] La corrosión localizada es una de las formas más peligrosas de ataque debido a que se ve confinado en solo una pequeña parte de este generando numerosas cavidades que se propagan al interior del material.

Es una forma peligrosa de falla que puede dar pie a fracturas por fatiga o perforación y usualmente es común encontrarlos presentes en medios que contienen halógenos. De acuerdo con la Universidad de Alicante, los Halógenos son compuestos formados por la unión de flúor, cloro, yodo y bromo con metales. La corrosión por picaduras suele ser más difícil de identificar debido al tamaño tan pequeño de los diámetros de las picaduras cubiertos muchas veces por los óxidos generados en la superficie.

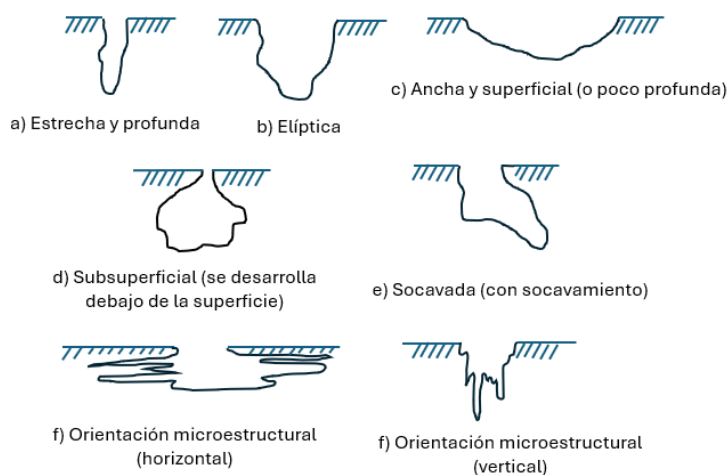


Figura 2. Variaciones en las secciones transversales de los pits. [25]

En la figura 2 podemos observar esquemáticamente la forma en la que la corrosión localizada se asienta en la parte interna de nuestro material. Primero podemos observar dentro de la figura, una corrosión profunda y estrecha (a), una corrosión elíptica (b), corrosión extensa y superficial (c), corrosión subyacente (d), corrosión por socavación (e) y los dos tipos correspondientes a la orientación microestructural (f) de forma horizontal y vertical.

La corrosión localizada es la ruptura de la capa pasiva del material ocurrida a partir del ataque de iones agresivos. [24] La capa pasiva generada en el material depende de la concentración de iones cloruro y sulfuro. “Cuando la concentración de aniones agresivos es elevada, provoca una oscilación en la región de evolución del oxígeno.” [27] Además del medio en el que se encuentre inmerso el material, los parámetros ambientales tienen una gran influencia en el potencial de ruptura de la pasividad.

Se han desarrollado pruebas no destructivas para conocer y detectar a tiempo cavidades y grietas existentes en la superficie del material. Este tipo de pruebas son usualmente llevadas dentro de un campo de aplicación. De forma contraria a lo que ocurre en la corrosión generalizada, para la corrosión localizada no podemos tomar en cuenta la pérdida de masa para identificar qué tan grande fue la profundidad de la picadura en el material.

La corrosión localizada es la forma de corrosión que causa más destrucción al material e inclusive, más agresiva bajo ambientes donde los niveles de cloruros son mayores. Los cloruros actúan de una forma más agresiva hacia este tipo de aceros inoxidables. La aleación de 316L nos permite tener una pasivación de la capa superficial del material debido a la cantidad de molibdeno contenida en ella de forma que el material ralentice la picadura localizada. [27]

2.4 Corrosión en el cuerpo humano

Estudiar la corrosión en el cuerpo humano es importante debido al contacto continuo que tienen las piezas ortopédicas directamente con los fluidos corporales. Hablar de toxicidad, irritación, alergia, corrosión, implantes y biomateriales [24] [28], es fundamental para tener una idea del por qué los materiales a utilizar deben ser biocompatibles. La corrosión dentro del cuerpo humano provoca irritación e hipersensibilidad generando respuestas inflamatorias en los pacientes. [28]

Conocer lo que pasa tras el proceso de liberación de iones metálicos ayudará a prevenir los posibles daños causados por el material con el que se trabajará. En este sentido es fundamental entender que el material debe cumplir con dos escenarios importantes, ser biocompatible para que su aceptación dentro del cuerpo humano sea lo más favorable posible y a su vez esta biocompatibilidad logre minimizar las reacciones adversas en el organismo.

El comportamiento del implante dentro del cuerpo humano varía dependiendo de dónde se encuentre colocado, el tipo de tolerancia que se genera entre el implante y los tejidos, así como los esfuerzos a los que se ve sometido. Estudios demostraron que

el espacio que existe entre el implante y los tejidos dan pie al comienzo de procesos de destrucción mecánica que posteriormente se desencadenan en liberación de iones metálicos hacia el tejido sano. [29]

Además, cumplir con las propiedades mecánicas de acuerdo con la función a la que va a ser destinado el implante podrá mejorar la calidad de vida del paciente. Los desarrollos propuestos actualmente sugieren una modificación superficial para mejorar la vida útil de las prótesis. [28]

En este sentido, para que el biomaterial sea adecuado, es indispensable que este no cambie las proteínas plasmáticas (incluyendo enzimas), cause la formación de trombos, destruya o sensibilice a los elementos celulares de la sangre, produzca respuestas tóxicas o alérgicas y tampoco verse afectado por la esterilización de la pieza. [30]

Anteriormente los materiales más utilizados eran el hierro fundido y el bronce, sin embargo, el comportamiento de estos materiales dio pie a que el ser humano necesitara buscar otros materiales, entre ellos los metales preciosos que no dañaran al cuerpo humano. Así fue como el bronce y el hierro fundido fueron desplazados hacia el área de las herramientas de trabajo y la manufactura principalmente. Desafortunadamente estos materiales mostraban una alta susceptibilidad a la corrosión e interactuaban con los iones biológicos. [28]

La liberación de iones metálicos provenientes de los implantes ortopédicos se produce debido a los procesos electroquímicos y galvánicos que tienen lugar en tejido viable. [24] [28] [29] Estas partículas pueden ir desde 1 a 100 nm formando coloides que posteriormente se dispersan de forma intracelular siendo altamente cancerígenos. [18] Los iones acumulados intracelularmente desregulan el metabolismo y sus funciones haciéndose presentes de una forma macroscópica en forma de metalosis alrededor del implante. [28] [29] Para el SS 316L se ha demostrado que más del 90% de las fallas en los implantes son debido a la corrosión y la forma en la que esta ataca al material, [18] adicionalmente, la aleación del SS 316L contiene en su composición una baja cantidad de carbono, alrededor del 0.03%, que ayuda a disminuir el riesgo de un ataque intergranular.

El inicio de la corrosión se debe al resultado de factores como las condiciones que existen alrededor del implante y formando células electroquímicas que después resultan en una corrosión por picadura. [18] En particular la corrosión en el cuerpo humano es provocada por los fluidos biológicos y los propios tejidos en sí, además de factores como el maquinado y ensamble de la pieza, así como un desgaste cíclico una

vez colocado dentro del cuerpo humano, la pieza llega a generar un efecto conocido como “fretting”. El “fretting” no es más que el conjunto de efectos adversos como el PH, el entorno y los potenciales negativos que afectan para crear las capas de óxido. [31]

Este tipo de fluidos biológicos tienen en su composición un alto poder oxidativo provenientes de los altos niveles de oxígeno. En lo particular, las sustancias químicas que contienen en su composición un alto nivel de cloruro se comportan como agentes altamente corrosivos en al menos la mayoría de todos los metales, cabe mencionar que la adición de molibdeno al acero inoxidable ayuda notablemente al material a resistir la corrosión por picadura. [28]

Durante la implantación, el cuerpo humano identifica rápidamente un agente externo a este y ocurre una caída drástica de pH impactando a los aniones de los fluidos corporales. Además, este tipo de cambios dentro del cuerpo humano presenta a futuro problemas como la presencia de comorbilidades, desordenes autoinmunes e intensifican el riesgo de toxicidad sistémica debido al implante metálico. [28]

Los iones metálicos pueden tener fuertes efectos biológicos, causando irritación local en el tejido sano, intoxicación o incluso reacciones alérgicas. Hablar de alergia en el contexto de los metales implica un subconjunto de estas, esto debido a que, en el entorno cotidiano, los metales se encuentran de forma rutinaria en distintas vías de exposición. Es importante mencionar que se debe hacer una distinción entre reacciones de hipersensibilidad y otro tipo de respuestas inmunológicas debido a la exposición con los metales. [32]

Los pacientes que sufren de enfermedades autoinmunes suelen tener más complicaciones debido al rechazo que pueda tener la prótesis al momento de quedar implantado en su cuerpo. Las reacciones alérgicas que puedan presentar complican aún más el éxito asegurado para el mismo. Como resultado del rechazo de la prótesis, en las reacciones adversas que podemos encontrar se encuentran complicaciones como la pérdida del implante, pérdida de hueso o incluso una intoxicación sistémica. [28] Varias respuestas autoinmunes están relacionadas con la sensibilidad tóxica a los metales. [32]

Con el tiempo y la interacción que genera el implante con el tejido, huesos y fluidos corporales, los esfuerzos mecánicos debido al movimiento y cargas aplicadas causan un daño en la capa superficial propia del material, dejándolo más expuesto a la corrosión y que de esa forma sea mucho más sencilla para la picadura entrar con facilidad a la pieza y hacer que esta falle de forma mucho sencilla.

2.5 Alternativas de protección contra la corrosión en el cuerpo humano

2.5.1 Recubrimientos orgánicos

Los recubrimientos orgánicos proponen cuidar de la superficie del material sin comprometer su funcionalidad. Los recubrimientos orgánicos han sido a lo largo del tiempo utilizados para proteger superficies metálicas, es por ello por lo que este tipo de recubrimientos además de ser muy funcionales, necesitan también renovarse, por ello el campo de investigación en recubrimientos orgánicos se ha visto abierto a nuevas posibilidades, principalmente para generar desarrollo hacia la aplicación de forma responsable, así como también la creación de recubrimientos orgánicos inteligentes. [33]

Estos recubrimientos son provenientes de capas poliméricas delgadas que evitan que el material se vea expuesto a los ambientes corrosivos, son resistentes a la degradación y actúan como una barrera física entre el ambiente corrosivo y la superficie del metal. A estos recubrimientos orgánicos se les puede agregar posteriormente inhibidores que ayuden a que se genere una protección catódica, evitando así las reacciones electroquímicas que son las que dan pie al comienzo de las picaduras. [34]

Dentro de los recubrimientos orgánicos que podemos reconocer fácilmente encontramos las resinas epóxicas, los poliuretanos, la poliurea, acrílicos y vinilos. No hay que perder de vista que, para aplicar este tipo de recubrimientos orgánicos, es necesaria la adición de un solvente, en cuanto el solvente se evapora, la capa orgánica protectora comenzará a funcionar manteniendo unidas las partículas del pigmento, ahí es cuando se inicia la etapa de protección química contra la corrosión. [33]

2.5.2 Proyección térmica de Hidroxiapatita

La hidroxiapatita es un compuesto bio-cerámico que ha sido utilizada a lo largo de los años para promover el crecimiento de hueso durante la rehabilitación de personas que necesiten el uso de alguna prótesis. Ha sido utilizada comúnmente en ámbitos de implantes de oído, implantes dentales e incluso en implantes para ojos de humanos. Algunos de los métodos más utilizados para realizar la deposición de este material incluyen la deposición por láser pulsado, la pulverización catódica con magnetron y la pulverización térmica. [34]

Además de los métodos de deposición antes mencionados, es importante notar que los métodos como deposición electroquímica y la pulverización térmica por plasma, suelen ser los más adecuados para realizar el depósito de hidroxiapatita sobre el

material ya que ayudan a tener un mejor control en la deposición de este compuesto, manteniendo una atmósfera controlada tanto en presión como en temperatura. [36]

La forma de deposición de este recubrimiento promueve que al tener contacto con la superficie a recubrir el recubrimiento depositado cambie de temperatura súbitamente y así logre tener una mejor adhesión en la superficie promoviendo una cobertura muy eficiente. Este tipo de recubrimiento ya es utilizado a niveles industriales donde se busca que los materiales ferrosos tengan mejor endurecimiento superficial en donde la proyección por plasma ha llevado a grandes resultados. [37]

De forma análoga, al realizar el depósito de este recubrimiento se cuenta con cierta porosidad debido a la pulverización térmica. La porosidad ayuda en cierta medida a la adhesión con el material, sin embargo, también se ha demostrado que cuando no se controla la porosidad en este tipo de recubrimientos especialmente para prótesis ortopédicas, la regeneración de tejido suele verse más comprometida y no da resultados tan favorables. [38]

2.5.3 Depósito electrolítico

Los depósitos electrolíticos son un crecimiento sólido de estructuras químicas que dependen fuertemente del electrolito en el que se encuentran inmersos, la corriente y las condiciones del electrodo. Podemos encontrar distintos tipos de crecimiento superficial, por ejemplo, dendritas de distintas formas, cristales de forma regular e irregular, gránulos, coliflores, panales, estructuras esponjosas, filamentos y agujas entre otros. [39]

La electrodeposición como también es conocida, es una de las técnicas más empleadas para mejorar las propiedades superficiales de materiales metálicos, también para modificar su apariencia superficial brindándole una capa protectora ante los ambientes corrosivos, en cambio una gran desventaja que se puede notar para este tipo de deposición es que la deposición solo puede ser llevada a cabo en materiales conductores además de generar residuos que pueden ser nocivos para la salud y el medio ambiente si no se desechan de una manera adecuada.

Desde hace más de 120 años ya se hablaba de la primera formación de capas en aleaciones de forma práctica. Este primer intento es el registro más antiguo que se tiene hablando de electrodeposición para aleaciones. [40] En esencia la electrodeposición es el proceso por el cual se deposita una película metálica protectora sobre la superficie de otro metal para obtener capas que se adhieran a esta y permitan inhibir la corrosión. La electrodeposición es muy utilizada a menudo en el

ámbito de la nanotecnología, esto es debido a que sus diversas formas tridimensionales y su excelente adherencia, lo hacen ideal para la deposición de material magnético y no magnético, así como para aplicaciones biomédicas. [41]

2.5.4 Modificación superficial

La modificación superficial propone que, al cambiar la composición y estructura de una superficie, se podrán controlar de mejor manera las reacciones químicas que dan pie a la corrosión, también mejorarán su resistencia a la fatiga y al desgaste. Las modificaciones superficiales pueden clasificarse en 3 tipos, las topográficas, las que modifican las propiedades bio-químicas de la superficie y las que se realizan modificando las propiedades micromecánicas o viscoelásticas de la superficie. [42]

El desarrollo de este tipo de recubrimientos en los que se ve involucrado un material metálico y un polímero o cerámico es indispensable para poder encaminar el desarrollo hacia la imitación de materiales naturales que sean multifuncionales. En el caso de la deposición química de vapor, esta se encuentra estrechamente ligada a la modificación superficial y es utilizada comúnmente en el ámbito de los semiconductores, esto debido a su precisión para depositarlas en la superficie y tener un mejor control del crecimiento del material a niveles atómicos. [43]

2.6 ¿Por qué Nitruros de Silicio?

Los nitruros de Silicio (SiN) poseen buenas propiedades mecánicas y tribológicas, una buena e importante estructura cerámica, alta dureza, son resistentes a fracturas y a la corrosión. [44] [45] [46] [47] [48] Las propiedades químicas, mecánicas, físicas, eléctricas y optoelectrónicas hacen de este compuesto atractivo para aplicaciones como la industria aeroespacial, la industria de circuitos integrados y la industria hospitalaria solo por mencionar algunos. [45] [47] El SiN es considerado un biomaterial cerámico que cuenta con buenas propiedades antibacterianas y osteogénicas, es decir que permite la formación y crecimiento del hueso [49] [50] la combinación de sus propiedades y la relación del beneficio a obtener, lo hace valioso para los implantes ortopédicos. Los SiN en forma de recubrimientos cuentan con una estructura compacta que promueven la resistencia a la corrosión para materiales metálicos. [50]

Pueden ser incorporados a la industria biomédica para mejorar la resistencia a la corrosión en los metales y adicional a ello, mejorar su resistencia al desgaste, impidiendo que la corrosión localizada pueda emerger debido al ambiente del que se encuentra rodeado. Es importante estudiar alternativas en recubrimientos que ayuden a evitar la corrosión de los metales, especialmente en implantes ortopédicos ya que

además de todo deben propiciar una buena respuesta fisiológica. [46] [51] En estudios realizados por Pezzotti et al. se ha demostrado que tanto el Silicio (Si) como el Nitrógeno (N), contribuyen a la formación osteogénica y adicionalmente no comprometen la unión estructural a temperaturas cercanas a los 1000 °C. El Si por su parte puede estabilizar las moléculas de la matriz ósea previniendo la degradación enzimática. [51]

Las técnicas de depósito de los SiN permiten que las propiedades de rugosidad no cambien y adicionalmente propician una estructura porosa (vista en la escala nanométrica) que permite al recubrimiento adherirse uniformemente a la superficie metálica promoviendo la formación de un ambiente osteogénico. [49] [50] [52] [53]

Sus excelentes propiedades osteogénicas y antibacteriales propician un buen escenario para la ingeniería de tejido como la regeneración y cicatrización de tejidos blandos y óseos, prótesis de cadera y rodilla, además de prevenir infecciones futuras a causa de la implantación y/o de igual forma, la metalosis. [54] [8]

El permitir que el hueso crezca sin ningún problema sobre este recubrimiento, da pie a entender que la funcionalidad del implante se extenderá de una forma adecuada permitiendo que el paciente logre continuar con una calidad de vida óptima sin comprometer su salud, lo anterior sustentándose en estudios realizados con células provenientes de osteosarcoma humano para poder entender el comportamiento del SiN. [51] [54]

Hablando específicamente de sus propiedades antibacterianas, los SiN cuentan con una alta efectividad, mientras que, para los implantes de aceros inoxidables, titanios y sus aleaciones, se ha demostrado que el SiN tiene una alta efectividad mostrando excelentes propiedades antimicrobianas. Si algún tipo de bacteria llega a la superficie que se encuentra recubierta por este compuesto, las capas delgadas de SiN resistirán de una manera adecuada y no propiciarán infecciones, fallas en la curación de la fractura o incluso la pérdida del implante. De las bacterias más comunes que se pueden encontrar relacionadas a los implantes biomédicos se tienen registros de la *Pseudomona aeruginosa*, *Escherichia coli* y *Enterococcus*. [51] Los Nitruros de silicio puede ser implantados directamente como espaciadores intervertebrales, para cirugías de fusión espinal, recubriendo prótesis de cadera e implantes dentales. [55]

Actualmente la utilización de los SiN resulta relevante debido a que su auge actualmente en el mercado global ha ido en aumento, esto debido a la versatilidad en la que pueden ser empleados los SiN. Se han realizado diversas investigaciones en

donde se busca involucrar este compuesto aún más en actividades encaminadas a la realización de dispositivos protésicos [48].

Actualmente, se ha explorado el uso de este biomaterial a través de su depósito de capas delgadas. Cabe mencionar que la utilización de este compuesto puede ser costoso, pero al combinarlo con un material accesible como el acero inoxidable podría llegar a utilizarse de una forma más convencional y quizá en un futuro cualquier persona que así lo requiera, logre obtener una prótesis que le ayude a mejorar su calidad de vida y mitigar en mayor medida los riesgos adversos a la utilización de una prótesis como lo puede ser la pérdida de tejido.

3. Metodología experimental

En este apartado se explica a detalle el proceso experimental para recabar información acerca del comportamiento a la corrosión del SS 316L y específicamente en cómo se comportaban los recubrimientos de Nitruro de Silicio depositados por medio del Magnetron “*Sputtering*” asistido por radiofrecuencia. Para comenzar, se tenía disposición una barra de acero inoxidable grado 316L de 1 metro de longitud de la cual se seccionó, con ayuda de una cortadora de hilo de marca IMAQ modelo DK7732 serie 25D3202 para obtener las probetas de 3 milímetros de espesor por 12.7 milímetros de diámetro (Figura 3).



Figura 3. Probetas de SS316L, autoría propia



Figura 4. Pulidora metalográfica modelo Mp-1B, autoría propia

Para realizar la preparación de las probetas y poder depositar las piezas, las muestras fueron lijadas manualmente con ayuda de una pulidora de modelo MP-1B (Figura 4) y con lijas con granulometría 220, 320, 400, 500, 600, 800 y 1000. Posterior a ello se realizó el acabado espejo en donde se utilizó un paño de pulido con alúmina de 0.5 micras y agua destilada. Para ser limpiadas y eliminar la existencia de grasa o suciedad en la superficie, por último, se les realizó una limpieza con ayuda del baño ultrasónico y etanol (Figura 5).

Una vez listas las muestras, estas fueron enviadas al equipo de Magnetron “Sputtering” asistido por radiofrecuencia (MS-RF) fabricado por el grupo de fotónica del Silicio del Instituto de Física UNAM. Se solicitó el apoyo del técnico para que realizara la aplicación del recubrimiento de Nitruro de Silicio a una potencia de 10 W, 20W, 40W y 60 W a cada una de las probetas previamente preparadas a una temperatura de 300 °C.



Figura 5. Baño ultrasónico con capacidad de 0.8L. Autoría propia

La temperatura y presión de gas Argón fueron seleccionadas de acuerdo con los parámetros establecidos por González Parra et al. [46].

3.1 Curvas de Polarización (CP)

Para la obtención de resultados por medio de las curvas de polarización, fue necesario diseñar, cortar y ensamblar placas y tubos de acrílico para la creación de cinco celdas electroquímicas. Las celdas constan de un tubo de acrílico de 25.4 mm de diámetro por 50 mm de altura, una placa de acrílico de 100 mm por 50 mm en la cual se le realizó un orificio de 6 mm de diámetro que a su vez se le colocó un pequeño empaque para permitir que la disolución de fluido corporal simulado (SBF) estuviera en contacto directo con la muestra y evitar fugas.

Como se puede observar en la figura 6, fue necesario realizar un diseño de estilo rompecabezas para que pudieran ser realizadas las mediciones con ayuda de un baño térmico que pondría a circular una corriente a 37° C, simulando la temperatura corporal. En la parte inferior de la celda, fueron colocadas 4 placas que permitían poner un tornillo y una tuerca, para que sujetaran la probeta de SS 316L y finalmente en la parte interna de la celda, se colocaron más placas deacrílico que permitieran circular al fluido en un sentido y que de esa forma, todo el SBF contenido dentro del tubo deacrílico, pudiera estar a la misma temperatura.

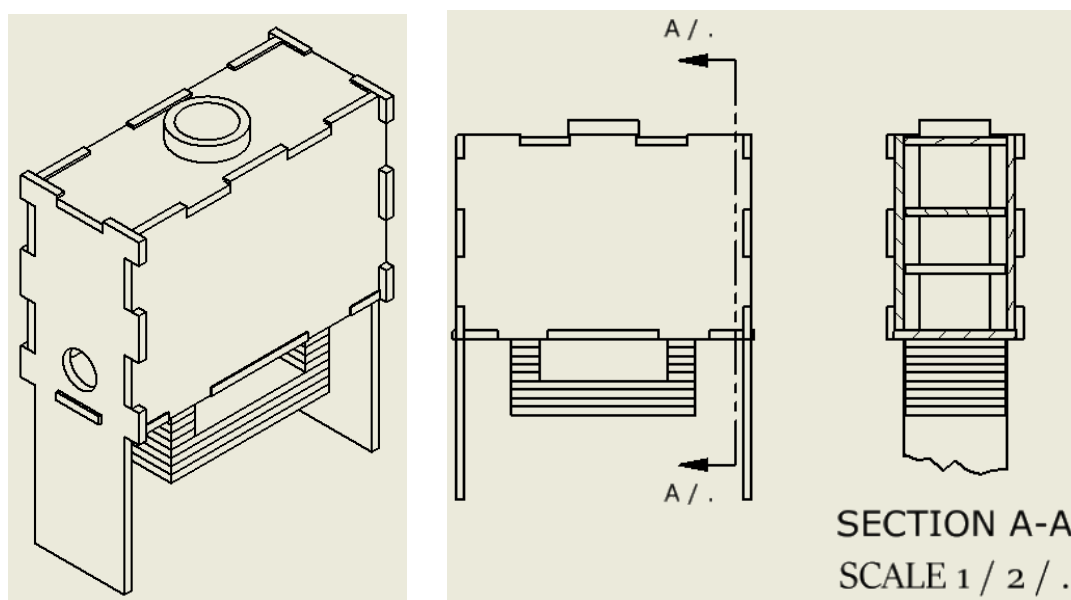


Figura 6. Celda utilizada para evaluación electroquímica. Autoría propia.

El fluido utilizado para garantizar una evaluación dentro de un ambiente altamente agresivo fue el SBF. Para la caracterización por medio de curvas de polarización potencio dinámicas se contó con un Potenciostato AUTOLAB de modelo PGSTAT302N (Figura 7), el potencial aplicado partió desde -600 mV del OCP hasta 800 mV OCP vs el electrodo de referencia Ag^+/AgCl (Figura 8) positivo a una velocidad de barrido de 1 mVs^{-1} .

Una vez obtenidos estos resultados, se continuó con un estudio de EIS en el cual se necesitó un set de probetas de medidas de 3 [mm] de espesor por 12.7 mm de diámetro recubiertas con SiN por medio del MS-RF a las mismas potencias de 10W, 20W, 40W Y 60W a 300°C respectivamente. Una vez recubiertas las piezas, se comenzó el estudio de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) detallada de mejor manera en el siguiente apartado.



Figura 7. AUTOLAB modelo PGSTAT302N. Autoría propia



Figura 8. Electrodo de referencia Ag/AgCl. Autoría propia

3.2 Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS)

El procedimiento que se realizó fue una espectroscopia de impedancia electroquímica, EIS por sus siglas en inglés. Este estudio permitió evaluar la efectividad del recubrimiento aplicado a diferentes potencias. Para ello, se montaron 5 celdas electroquímicas que permitieron colocar las muestras de 0W, 10W, 20W, 40W y 60W respectivamente una por celda.

La celda electroquímica fue la misma ocupada para la experimentación de las curvas de polarización (un tubo de acrílico de 25.4 mm de diámetro por 50 mm de altura, una placa de acrílico de 100 mm por 50 mm del cuál en el centro de esta, cuenta con un orificio de 6 mm de diámetro para permitir que la disolución estuviera en contacto con la probeta).

Y para realizar la evaluación de este estudio, se utilizó una disolución de SBF preparada para un litro de agua destilada dentro del laboratorio, la cual se encuentra compuesta por:

Tabla 4. Disolución SBF [56]

NaCl	8.036 g	Cloruro de sodio
NaHCO₃	0.352 g	Bicarbonato de sodio
KCl	0.225 g	Cloruro de potasio
K₂HPO₄ 3H₂O	0.230 g	Fosfato dipotásico trihidratado
MgCl₂ 6H₂O	0.311 g	Cloruro de magnesio hexahidratado
1.0 M - HCl	40 ml	Ácido clorhídrico
CaCl₂	0.293 g	Cloruro de calcio
Na₂SO₄	0.072 g	Sulfato de sodio
TRIS	6.063 g	Utilizado para mantener el valor del PH estable
+TRIS	0.2 g (para ajustar el PH)	

Cabe mencionar que el PH obtenido para esta disolución a una temperatura de 37.5 °C fue de 7.42. Una vez obtenida la disolución de SBF, se procuró que el nivel de disolución dentro de la celda electroquímica fuera constante a lo largo del tiempo, por ello, se tomó como referencia una altura de 35 mm del tubo de acrílico. Las celdas fueron etiquetadas con la fecha inicial de inmersión y la potencia de recubrimiento. A partir de ahí, se fueron tomando medidas de cada una de las probetas a lo largo de 192 horas.

La primera toma de muestras fue realizada una vez se montaron las celdas (0 horas), después una medición a las 48 horas, 72 horas y 192 horas para completar el ciclo de mediciones. Como se mencionó anteriormente, para la toma de muestras es importante contar con un volumen constante de disolución, por ello, se revisaba diariamente que la altura marcada para la disolución no disminuyera, de disminuir solamente era necesario adicionar más disolución de SBF.

En el caso de los parámetros utilizados en la EIS, se utilizaron:

Tabla 5. Parámetros utilizados para la experimentación de EIS. [46]

Primera frecuencia aplicada	10⁵ Hz
Última frecuencia aplicada	10 ⁻² Hz
Número de frecuencias por década	10
Amplitud	0.01 V _{RMS}

3.3 Espectroscopía Raman

La importancia de incorporar en este trabajo la espectroscopía RAMAN, es poder verificar que el depósito de Nitruros de Silicio se haya realizado correctamente. Lo que nos brinda este tipo de espectroscopía es un análisis claro y no destructivo. No se requiere que nuestras muestras sean preparadas previamente. Los resultados que nos arrojarán serán de suma importancia para saber que nuestras muestras quedaron completamente recubiertas y de igual forma, saber que el recubrimiento se encuentra correctamente formado en la superficie.

3.4 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido es considerada una de las técnicas elementales dentro del análisis de superficies debido a su potencial para obtener imágenes de alta resolución. Una de las principales ventajas que nos puede brindar este tipo de estudio de microscopía es que, a diferencia del microscopio electrónico, los aumentos suelen ser mucho mayores permitiéndonos generar estudios avanzados en laboratorio. Esta técnica es muy utilizada a nivel mundial debido a su versatilidad para muestras orgánicas e inorgánicas.

Dentro de las características que definen a la microscopía de barrido de una microscopía óptica tradicional, es que no se cuenta con un haz de luz visible, si no un haz de electrones. La microscopía electrónica de barrido permite caracterizar la muestra de una forma topográfica a escalas nano y micrométricas. Su principio de funcionamiento se basa en la incidencia e interacción del haz de electrones con la superficie de la muestra. Cabe mencionar que las imágenes obtenidas por medio de SEM serán en una escala de grises permitiéndonos observar con mejor detalle la superficie de la muestra.

Para este trabajo, la realización de imágenes con ayuda de esta técnica fue realizada con un microscopio de marca JEOL modelo JSM-7800F Schottky que se encuentra dentro del instituto de Física de la UNAM. Este aparato nos permite realizar técnicas de caracterización tales como las imágenes de electrones secundarios, imágenes de electrones retro dispersados, imágenes barrido por transmisión de campo claro y oscuro, análisis y mapeo de elementos químicos por rayos X característicos (EDS) y un análisis en línea de elementos químicos por rayos X característicos. [57]

3.5 Microscopia de Fuerza Atómica (AFM)

Para los estudios realizados para la microscopía de fuerza atómica, se solicitó el apoyo del Maestro en Ciencias José Guadalupe Bañuelos Muñetón, Técnico Académico del Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología. Los resultados obtenidos en este estudio fueron realizados por un microscopio de fuerza atómica modelo WiTec Alpha 300 RA con una constante de fuerza de 0,2 N/m y una frecuencia de resonancia de 14 kHz. Este tipo de técnica de microscopía nos permitirán observar la superficie del material ya con el recubrimiento depositado en la probeta. Al obtener estas imágenes podremos observar cómo se ven las muestras de forma superficial. También nos permitirá observar los relieves que forman estas capas delgadas o cómo es que se ve el SiN una vez que cae a la superficie del SS 316L.

4. Resultados y discusión.

4.1 Curvas de polarización

Las curvas de polarización nos permitieron evaluar la velocidad de corrosión del SS 316L. Por medio de estas curvas, los resultados que se obtienen dan información acerca de cómo se comporta el material y el recubrimiento aplicado ante un ambiente agresivo. En este caso, la evaluación electroquímica para el SS 316L brindó 5 curvas diferentes, 1 gráfica por cada probeta recubierta a distinto potencial sometida a este estudio. Las gráficas, a pesar de ser un poco distintas, en esencia brindan información particular para el comportamiento de cada recubrimiento.

Al realizar el estudio electroquímico de curvas de polarización potencio-dinámicas, se obtiene en general un análisis donde se pueden obtener valores característicos de estas curvas como lo son el potencial de corrosión (E_{corr}), la corriente de corrosión (I_{corr}) y el potencial de ruptura. Al tener todos los datos de las respectivas probetas, se utilizó el programa Origin Pro Lab para graficar todas las curvas de una forma adecuada y a los datos se les realizó un ajuste de escala. Se graficó el potencial aplicado en mV vs $Ag^+/AgCl$ en función de la corriente aplicada por área.

Estos 3 datos son de suma importancia para poder entender qué recubrimiento y a qué potencia es mejor depositar las capas delgadas de SiN sobre la superficie del SS 316L de igual forma, también se puede estimar la pérdida de material debido a la corrosión por medio de la I_{corr} y la Ley de Faraday, lo cual permitiría predecir el momento en que el material fallaría mecánicamente. La medición realizada en un inicio de las curvas de polarización fue la medición a circuito abierto, a partir de este punto de estabilización, el estudio podía comenzar y posteriormente utilizar ese valor de circuito abierto para

ser comparado en función del electrodo de referencia. El resultado del Potencial de circuito abierto (OCP por sus siglas en inglés) es un resultado que ayuda a entender si el material se encuentra recubierto ya que ese potencial se ve modificado de acuerdo con la potencia a la que se encuentra depositada en la superficie de la probeta, es decir, entre más recubierto se encuentre el SS 316L, el potencial de circuito abierto será más negativo.

De este modo, la probeta evaluada en blanco permite tener un punto de referencia para generar una idea de cómo se espera que se comporte la velocidad de corrosión en cada probeta aumentando el potencial al momento de recubrirlas. La probeta de 10W nos muestra un punto claro a comparación de la curva sin recubrimiento. Su potencial de ruptura se ve disminuido sin embargo también se logra observar que el material intenta repasivar, es decir que intenta evitar que la corrosión se propague por la superficie del material.

Es importante considerar que, para realizar una correcta evaluación por medio de las curvas de polarización, se deben tomar en cuenta valores característicos que arrojan estas gráficas. Con ayuda de las pendientes de Tafel trazadas por la parte interna de las gráficas de cada una de ellas, para la pendiente anódica y la pendiente catódica, la parte en la que estas gráficas verán la intersección de ambas pendientes, brindarán los resultados del potencial de corrosión obtenido para cada una de ellas, permitiendo tener los valores característicos para observar de una forma numérica estas pendientes.

En la probeta de 20W y 40W se logra observar que el potencial de ruptura aumenta de manera progresiva, además de contar con zonas donde se logra apreciar que la picadura avanza en el material. Sin embargo, hay una pequeña dispersión en estas gráficas, lo que quiere decir que el recubrimiento funciona y le brinda una oportunidad más al material antes de llegar a un punto en el que el material se pueda corroer y eleve la corriente de forma abrupta. Algo importante a mencionar es que se está evaluando el logaritmo de la corriente contra el potencial, por ello, cuando el material ya no cuenta con una capa pasiva, a pequeños incrementos en el voltaje, el cambio en la corriente cambiará drásticamente.

Por otra parte, si hablamos del fenómeno ocurrido durante el estudio de esta técnica electroquímica, contamos con reacciones de óxido-reducción. Las curvas nos brindan información acerca de estas dos reacciones, tenemos una curva anódica y una curva catódica. Al realizar dentro de estas gráficas una extrapolación de Tafel, podemos obtener con mayor precisión los valores resultantes para la corriente de corrosión. En

la I_{corr} tendremos que a mayor sea el potencial aplicado, la I_{corr} disminuirá, lo que quiere decir que, a mayor potencial aplicado para depositar el recubrimiento, la probeta se protegerá de una mejor manera, verificando así que el recubrimiento está funcionando de una forma adecuada.

Los datos de cada probeta se encuentran en la tabla 7 de esa forma, se puede observar de forma más clara todos estos datos para cada probeta.

Tabla 6. Valores de Curvas de polarización potencio-dinámicas.

Potencial [W]	E_{corr} [V vs Ag/AgCl]	I_{corr} [A/cm ²]	E_{pit} [V vs Ag/AgCl]
0	0.03	4.78×10^{-8}	0.51
10	-0.7	1.12×10^{-8}	0.22
20	-0.7	6.60×10^{-9}	0.41
40	-0.3	9.12×10^{-10}	0.56/0.26
60	-0.2	1.90×10^{-10}	0.43

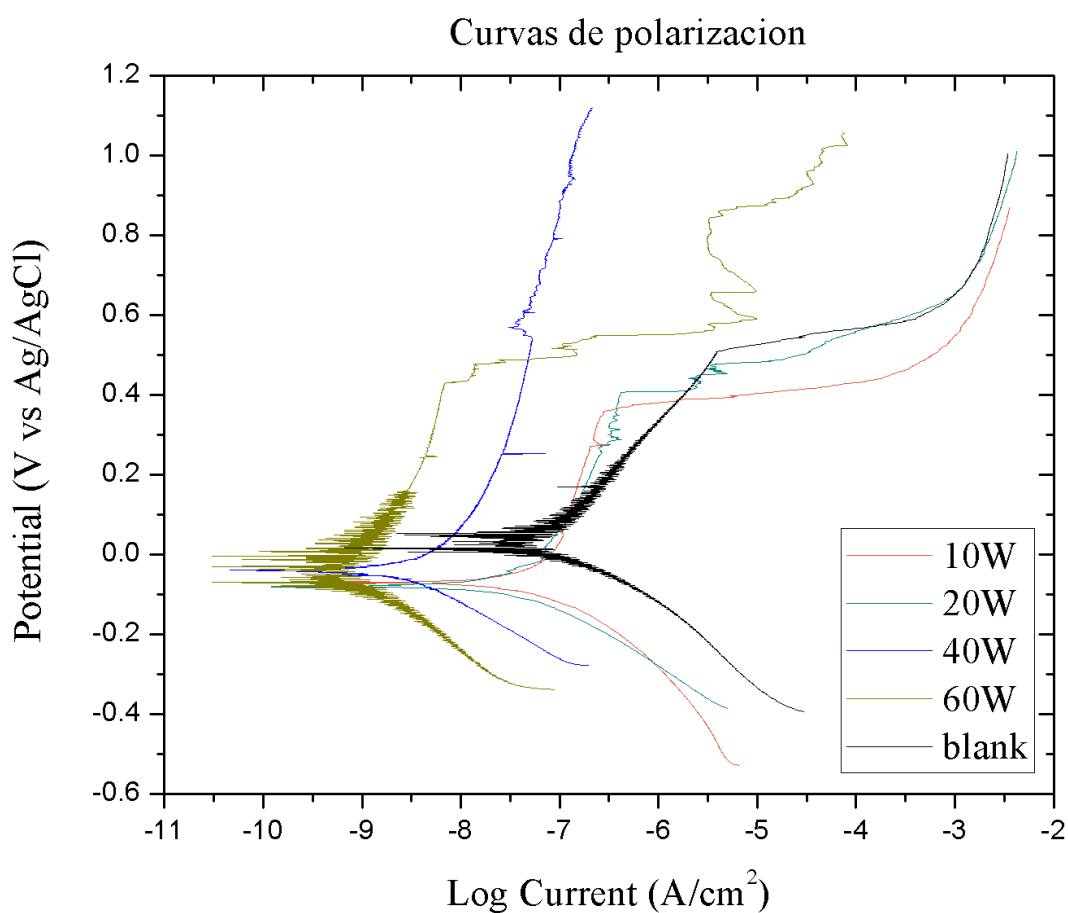


Figura 9. Curvas de polarización potencio dinámicas.

A continuación, se muestra una recopilación de imágenes de las probetas al finalizar el estudio de curvas de polarización, esto para observar cómo era posible que la corrosión afectara de una u otra forma la superficie de cada probeta. Estos resultados son obtenidos después de realizar el estudio de curvas de polarización poniendo como muestra objetivo las probetas de SS 316L en contacto con una disolución que contiene 3.5% de cloruro de sodio.

Como se puede observar en la Figura 10, el material en blanco no muestra corrosión evidente después de aplicar una diferencia a de potencial. Por otra parte, la Figura 11, nos muestra la apariencia superficial para nuestra probeta con un recubrimiento de 10W.

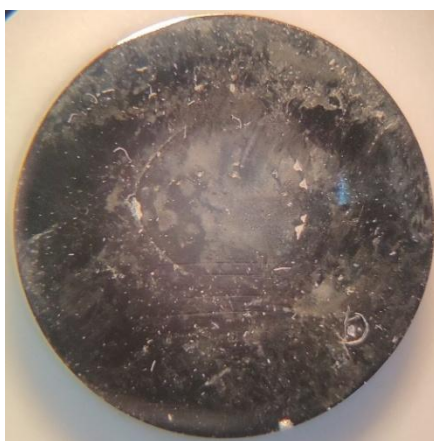


Figura 10. Apariencia superficial de la probeta de 0W después de haber realizado el procedimiento.

La probeta de 10W, no se ve afectada a simple vista. Lo que se alcanza a notar en la probeta es la marca realizada por nuestra celda de acrílico que se menciona en la metodología experimental. La celda de acrílico dejó la marca de 0.5 cm de diámetro en la probeta debido al contenido de cloruro que tiene la disolución utilizada para este experimento.

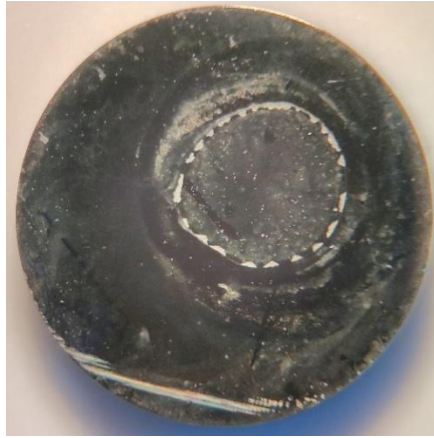


Figura 11. Apariencia superficial de la probeta de 10W después de haber realizado el procedimiento.

En la figura 11 se observa cómo esta marca ya no es tan evidente y la superficie del material no se ve tan afectada por las picaduras, sin embargo, el recubrimiento que este tenía se ve un poco removido, pero el material se encuentra bien. Finalmente, para las probetas de 40W y 60W, la marca de la celda de acrílico se marca y es más evidente el área donde se realizó el estudio de las curvas de polarización, debido a que en las marcas que se alcanza a percibir en la superficie del material y las probetas.



Figura 12. Apariencia superficial de la probeta de 20W después de haber realizado el procedimiento.

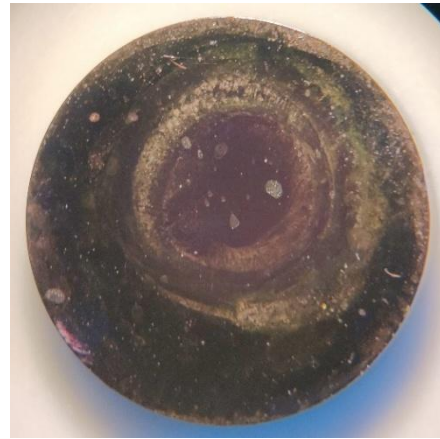


Figura 13. Apariencia superficial de la probeta de 40W después de haber realizado el procedimiento.

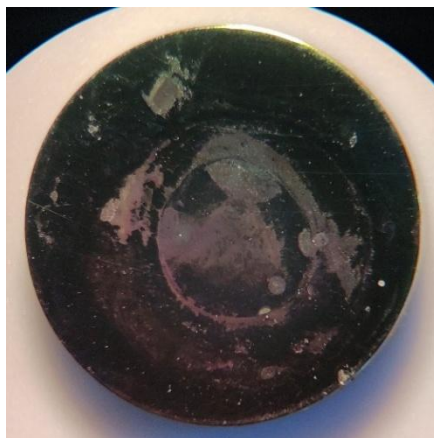


Figura 14. Apariencia superficial de la probeta de 60W después de haber realizado el procedimiento.

4.2 Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)

El EIS se puede representar a través de un diagrama de BODE en el cuál podemos observar graficados 2 datos importantes que permiten entender cómo se comporta el recubrimiento en la probeta depositada a lo largo del tiempo, en este caso, se graficaron todas las probetas con su respectivo recubrimiento evaluándolas a diferentes potencias. Para la primera gráfica tenemos cero horas de inmersión y al igual que en las curvas de polarización potencio dinámicas se puede observar la probeta en blanco, a partir de esta información, se esperaría obtener mejores resultados con las probetas recubiertas especialmente obtener mejores resultados con las probetas de 40W y 60W.

De las gráficas se interpreta que el ángulo de fase, entre más cercano sea a 90° el recubrimiento es más efectivo. Al tratarse de un problema en el cuerpo humano como lo es una prótesis ortopédica metálica dentro del mismo, es importante evaluar a lo largo del tiempo qué es lo que ocurre tanto con el recubrimiento como con la probeta de metal.

Como se muestra en esta primera evaluación, la probeta en blanco y 10W presenta casi el mismo ángulo de fase cercano a 10° para su primera medición y en el punto más alto de esta curva, se puede observar que llega a estar cercano a 80° , sin embargo su resistencia a la corrosión no es tan elevada ya que el módulo de impedancia muestra valores inferiores a los de la probeta recubierta a 20W, 40W y 60W que presentan un incremento de casi 40° en su primera medición, teniendo el ángulo de fase de la probeta de 20W cerca de 40° , la probeta de 40W cerca de 45° y finalmente la probeta de 60W cercana a 55° mostrando así una resistencia a la corrosión mayor.

Por otra parte, la información que brinda el módulo de impedancia de cada probeta va de la mano con su resistencia a la corrosión, mientras que la probeta sin recubrimiento y la de 10W se encuentran cerca de $10^6 \Omega\text{cm}^2$, las 3 probetas restantes (20W, 40W y 60W) Se encuentran cerca de $10^8 \Omega\text{cm}^2$ aumentando en casi 2 órdenes de magnitud su módulo de impedancia.

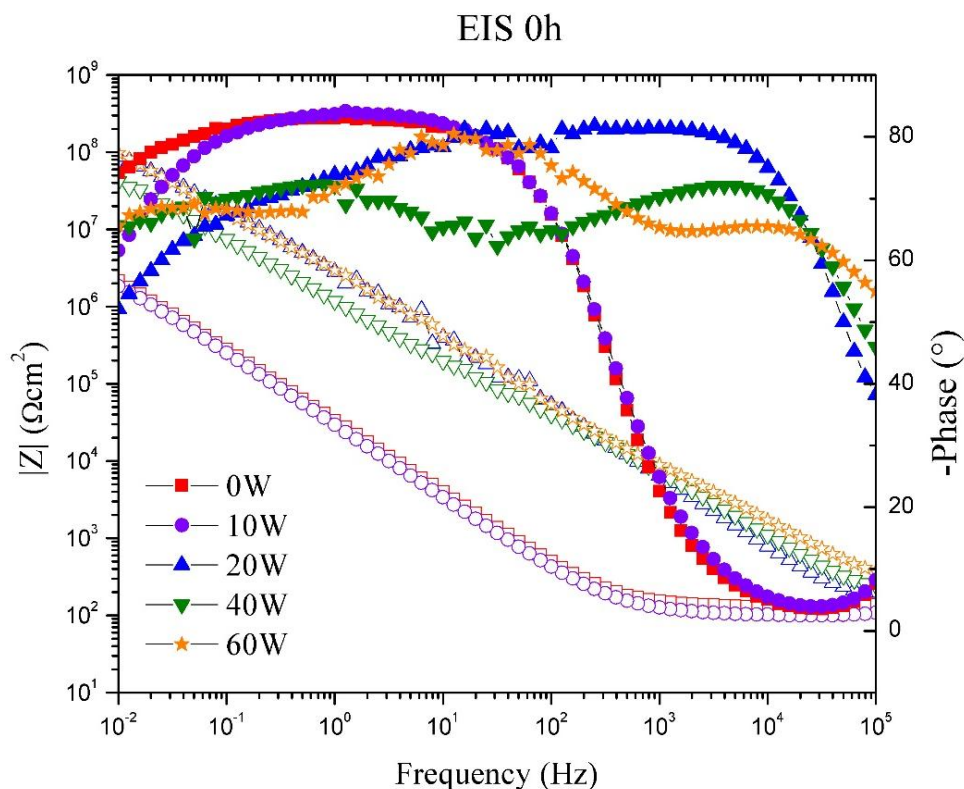


Figura 15. Espectroscopía de impedancia electroquímica, 0 horas de inmersión.

En las pruebas que se realizaron a las 48 horas (Figura 17) de inmersión se puede observar que el material se encuentra casi con el mismo ángulo de fase inicial, mientras que las probetas de 20W y 40W modificaron ligeramente su ángulo de fase inicial. Las probetas se mantienen con un ángulo de fase superior a los 40° . Por otra parte, la probeta de 60W sigue manteniendo el mismo ángulo de fase inicial y en su parte más alta de la curva puede llegar a pasar los 80° de ángulo de fase. Es importante mencionar que las curvas para todas las probetas deben formar al menos dos crestas, Esa es una forma de indicarnos que el recubrimiento está protegiendo la superficie adecuadamente evitando que la corrosión llegue al material, debido a que cada cresta se asocia con la respuesta de una diferente constante de tiempo entre los procesos llevados a cabo en la superficie del material. Para el módulo de impedancia la probeta de 60W se encuentra por encima de todas las probetas de 0W y 10W en dos órdenes de magnitud de $10^8 \Omega\text{cm}^2$.

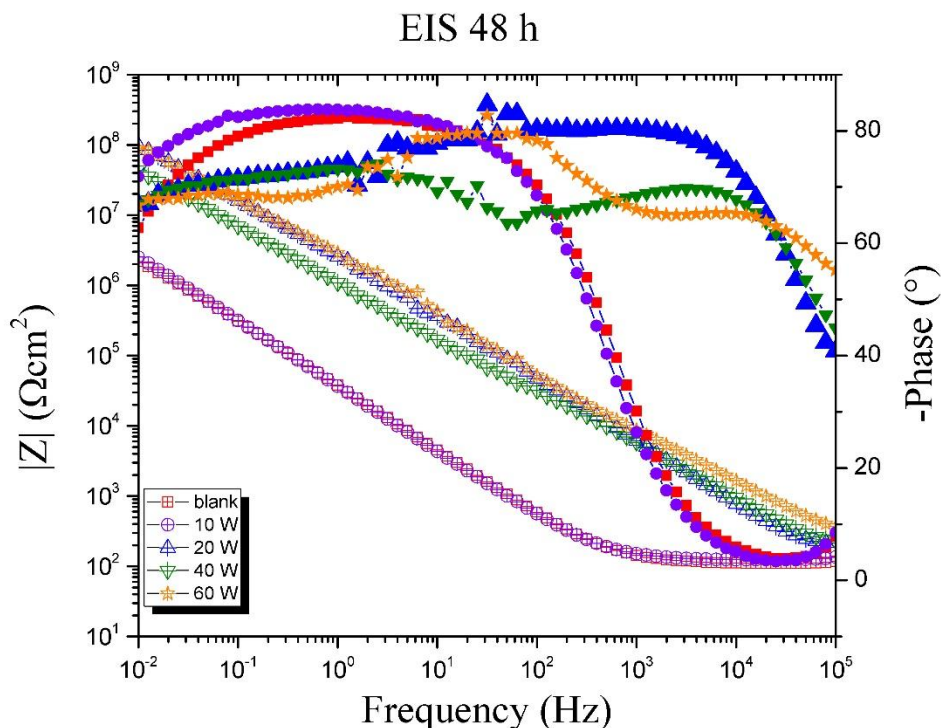


Figura 16. Espectroscopía de impedancia electroquímica, 48 horas de inmersión.

Para la toma de datos a las 192 horas de haber comenzado el experimento y recordando que las probetas se encuentran inmersas durante todo este periodo de tiempo es interesante ver el comportamiento del nitruro de silicio depositado sobre el acero inoxidable ya que debido a la naturaleza del acero en esencia sus propiedades ante la corrosión no deberían cambiar y su capa más superficial debe estarse repasivando sin necesidad de tener algún recubrimiento como se puede observar en el ángulo de fase correspondiente a la probeta en blanco.

Sin embargo, se ve una mejoría notable a pesar de tener tantas horas de inmersión cuando se aplica un recubrimiento de hasta 60W. El ángulo de fase a lo largo de 192 horas no se ha visto modificado para la primera medición, lo que quiere decir que en efecto el recubrimiento mejora las propiedades ante la corrosión de este acero inoxidable. Como se puede observar, ocurre algo muy particular con la probeta de 10W y 20W después de 192 horas de inmersión y es que, como se observa en la figura 18 ambos gráficos se encuentran casi con la misma tendencia, el mismo ángulo de fase inicial y solamente la probeta de 40W muestra una mejoría significativa tanto como la de 60W. Por otra parte, su módulo de impedancia se ve disminuido casi a la par con las probetas de 10W y 0W, Probando así que la mejor opción de recubrimiento sería la de 40W y 60W.

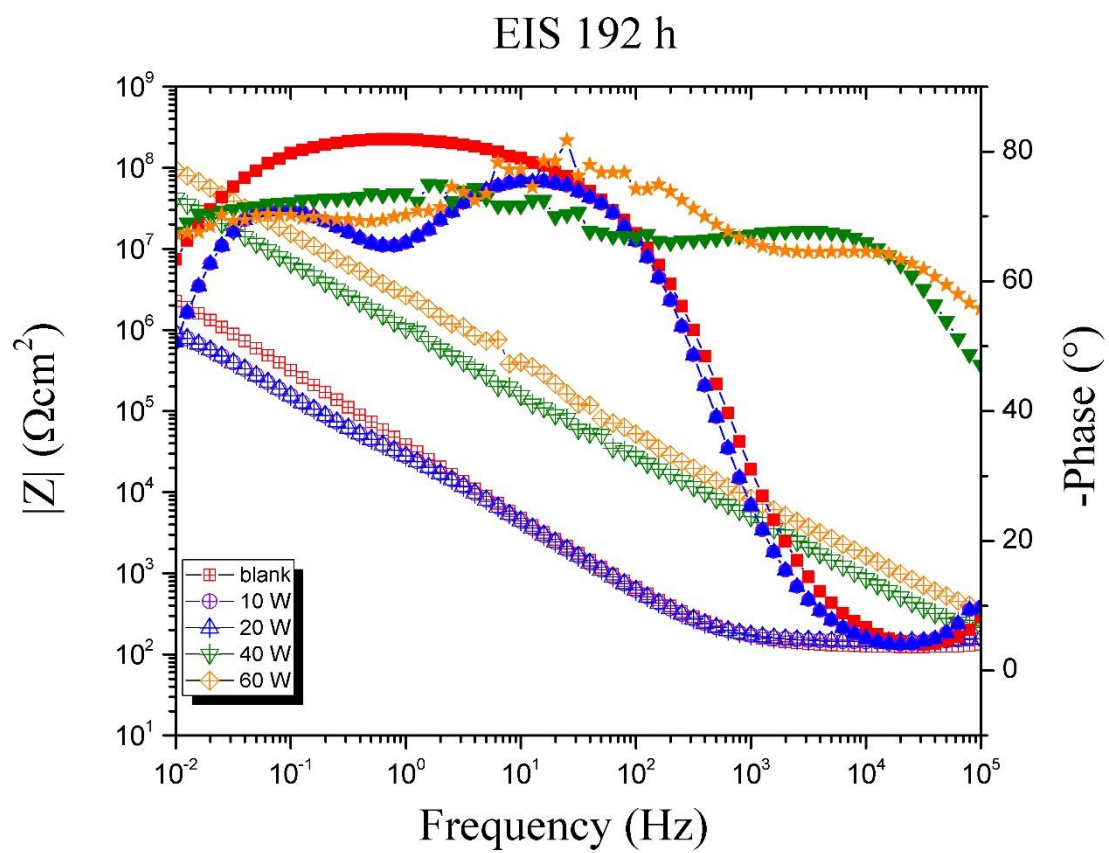


Figura 17. Espectroscopía de impedancia electroquímica, 192 horas de inmersión.

4.3 RAMAN

La técnica de espectroscopía Raman nos permitió observar cómo los enlaces de silicio se encontraban depositados correctamente sobre la superficie del SS 316L. En primer lugar, la intensidad Raman para un pico de Silicio alfa cristalino corresponde al primer pico mostrado en la figura 19, en un número de onda cercano a 520 cm^{-1} , mientras que el otro pico importante que se alcanza a notar en la espectroscopía es el que se encuentra en el número de onda alrededor de 1000 cm^{-1} . Y finalmente se tiene un enlace doble de carbono silicio en la longitud de onda 1300 cm^{-1} y 1600 cm^{-1} .

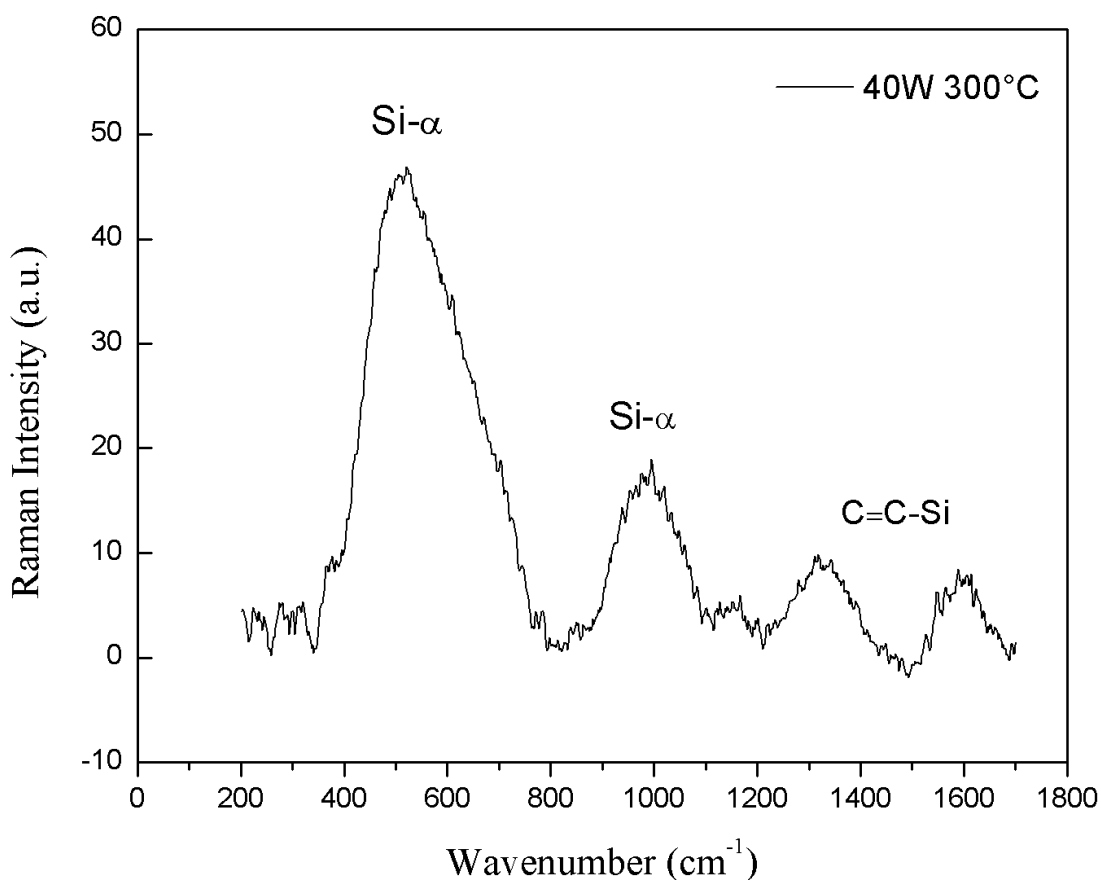


Figura 18. Espectroscopía Raman 40W 300°C

4.4 Microscopía de fuerza atómica (AFM)

En los resultados obtenidos para la parte de la microscopía de fuerza atómica, en la muestra de 40 W a 300°C, lo más relevante a notar en este tipo de estudios, es la forma en la que el depósito se encuentra asentado sobre la superficie del acero inoxidable. El tipo de crecimiento que se observa en ambas imágenes obtenidas es un crecimiento mejor conocido como “Crecimiento del tipo Volmer-Weber”, este crecimiento se ve

muy característico debido a la formación de pequeñas islas sobre la superficie del material depositado. Las pequeñas islas que se encuentran en el material permiten a su vez que la siguiente capa delgada de material se vea adherida de mejor manera, logrando que estos depósitos cubran por completo o casi, en su totalidad, toda la superficie del material. En este caso, contamos con dos tipos de imágenes, 2D y 3D.

Los resultados en 2D sirvieron para poder apreciar cómo encontraba depositado el SiN sobre la superficie, mientras que la muestra en 3D, nos brindó un mejor detalle de la rugosidad y morfología obtenida después de haber depositado el SiN, a condiciones de 300° C. Observando las probetas de forma macroscópica, la deposición de estas capas no modifica su apariencia superficial. Las zonas donde se logra alcanzar un mayor apilamiento del sustrato depositado, realmente es muy poco y su crecimiento de estilo Volmer Weber nos asegura en su totalidad que la pieza se encuentra recubierta por completo.

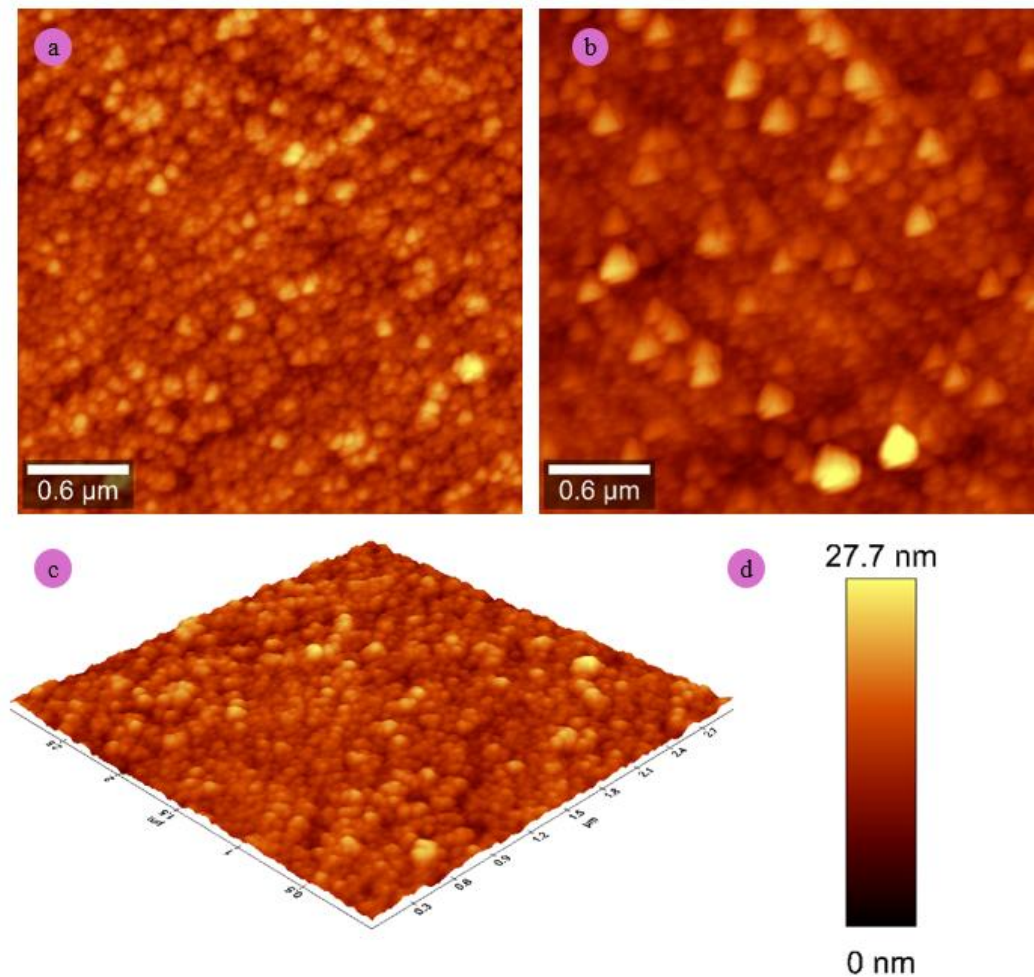


Figura 19. Imágenes obtenidas del estudio de AFM.

En el caso de las dos primeras imágenes obtenidas en este estudio, la imagen a y la imagen b, son probetas que fueron depositadas a condiciones de 300 °C y 40W. Este parámetro fue elegido de acuerdo con lo que se había reportado anteriormente en el artículo *“Surface and Corrosion Evaluation of RF Magnetron Sputtering SiN Coatings Deposited on SS 316L Exposed to Chloride Media”* de González Parra. Dentro de este artículo se logró observar una mejora significativa a medida que la temperatura de deposición iba aumentando, dejando, así como parámetro los 300 °C. En estas imágenes el depósito se observa de forma homogénea sobre la superficie del SS 316L. Continuando con la descripción de las micrografías, en la micrografía c obtenida en 3D nos da un panorama general de la rugosidad de la muestra una vez depositada, la imagen d es simplemente una barra de colores que nos indica la parte más baja y la parte más alta de la micrografía.

4.5 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Para poder observar las imágenes del estudio de microscopía electrónica de barrido, las imágenes fueron separadas de acuerdo con las probetas depositadas a diferentes potencias. Se describirán de una a dos imágenes por probeta, comparándolas también entre sí. Los resultados aquí mostrados, muestran en general el cambio de morfología sobre la superficie de las muestras depositadas a diferentes potencias. El resultado de cada una de las muestras recubiertas hace entender por qué es mejor generar recubrimientos delgados con nitruro de silicio por medio de MS-RF a una potencia mayor al momento de depositarla y de esa forma determinar cuál es el recubrimiento óptimo en el acero inoxidable 316L.

Probetas 10W

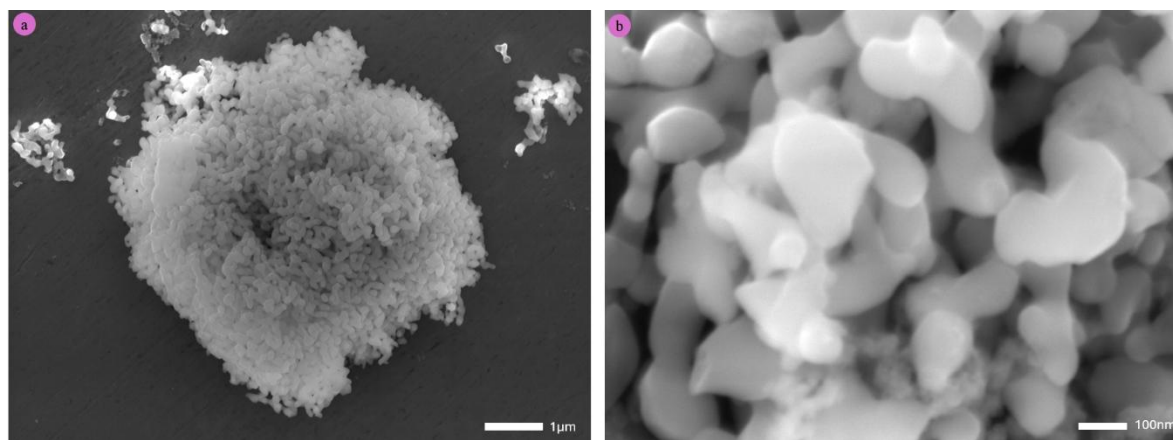


Figura 20. Micrografía (SEM) de las capas de SiN a) 12,000 aumentos b) 100,000 aumentos

Cuando el depósito de SiN, se realizó con una potencia de 10W, el recubrimiento superficial se observaba de la siguiente forma, en la imagen a, se tiene una partícula del SiN a 12,000 aumentos, permite observar cómo el crecimiento de esta deposición se va dando poco a poco y en pequeñas islas a lo largo de toda su superficie, el acero inoxidable puede ser observado en la parte más baja de la imagen a, en una tonalidad negra. Gracias a su escala de grises, este estudio de microscopía nos permite diferenciar de mejor manera las partículas depositas.

Del lado derecho de la figura, se encuentra la misma partícula observada en a) pero con un acercamiento de 100,000 aumentos, este acercamiento nos permite notar cómo se encuentran adheridas las partículas de SiN entre sí y cómo ellas mismas logran formar una red del estilo de una esponja para evitar que la corrosión llegue hasta el material a proteger.

Probeta 20W

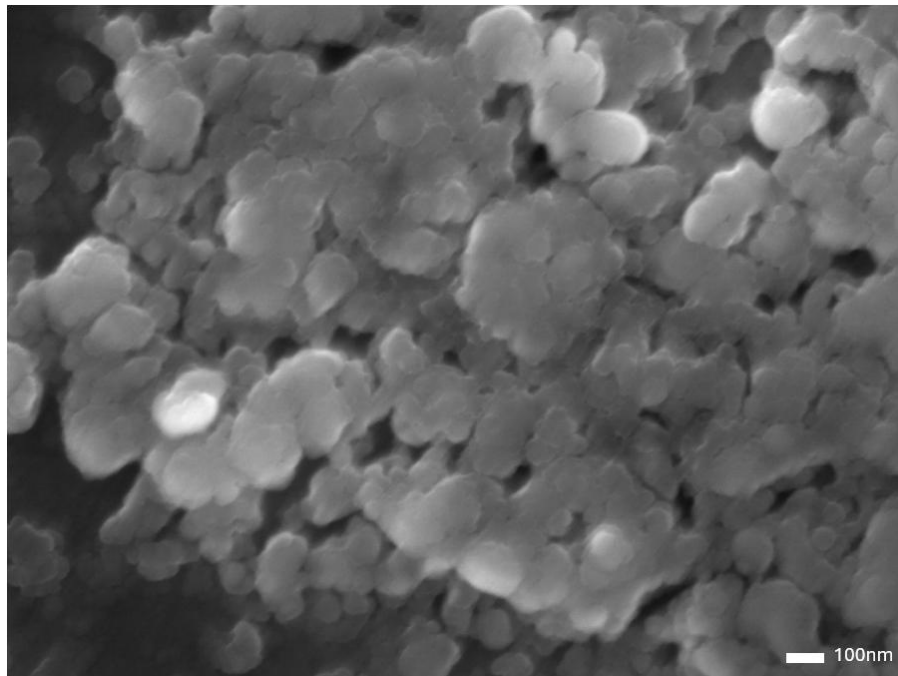


Figura 21. Micrografía (SEM) de las capas de SiN en probetas a 20W a 50,000 aumentos

El estudio posteriormente fue realizado en la probeta de 20W a 50,000 aumentos. Las partes recubiertas por nitruro de silicio fueron apilándose de mejor manera y comenzando a cerrar los espacios que se veían más abiertos que en las probetas de 10W. Ahora este recubrimiento se comenzaba a ver de una forma semejante a una cabeza de brócoli. Hay que mencionar que el objetivo del recubrimiento es que sea lo más homogéneo posible para que de esa forma, el acero quede bien recubierto y exista

menos probabilidad de que el material falle mecánicamente debido a las picaduras en el material.

Probetas 40W

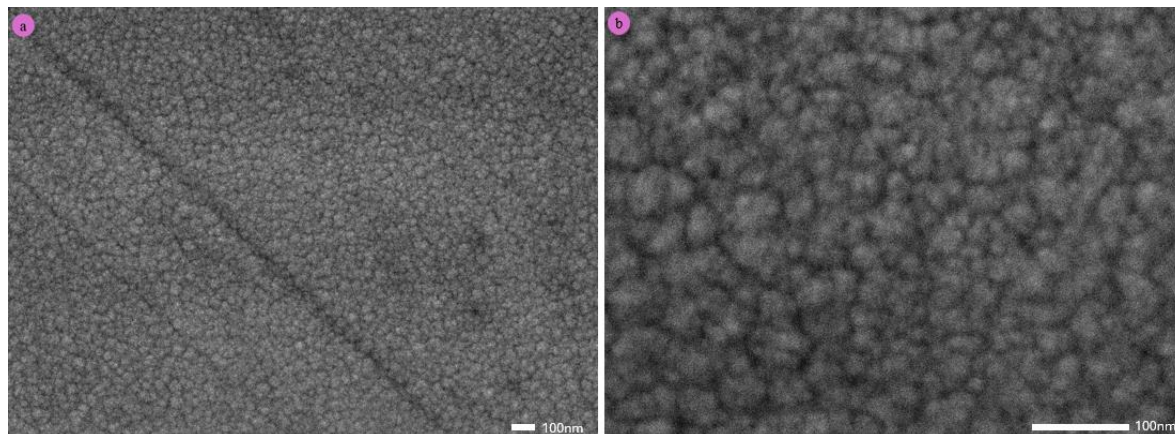


Figura 22. Micrografía (SEM) de las capas de SiN en probetas de 40W, a) 50,000 aumentos y b) 100,000 aumentos.

Las probetas de 40W también fueron sometidas al estudio dando como resultado un crecimiento mucho más cercano a una capa delgada y homogénea. El cambio de la probeta de 20W a 40W fue realmente importante ya que al solo variar el potencial de aplicación en casi el doble de Watts dio un crecimiento favorable en la probeta, permitiendo tener una aplicación muchísimo más pequeña dando pie a una formación de una capa depositada mucho más homogénea, cerrada y sin tantos defectos como los que se lograban observar en la probeta de 20W.

Del lado izquierdo la figura a, muestra una probeta rugosa sin embargo homogénea y luego, cuando se logra realizar un aumento de hasta 100,000 unidades, la probeta se logra observar con las mismas características que las anteriores, solo que en esta ocasión, la probeta depositada a 40W demostró una mejoría en la aplicación de este recubrimiento ya que, como puede ser visible, el crecimiento de estas partículas se ve más controlado, las vacancias que permitían quizá el paso de la disolución de cloruro de sodio concentrado al 3.5% directamente sobre la superficie del SS 316L ya se ve mejor protegida.

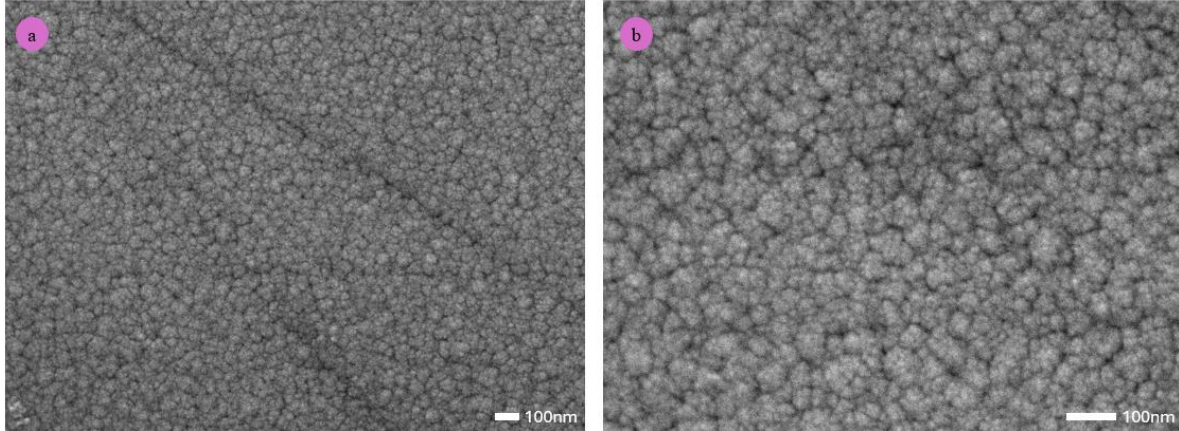


Figura 23. Micrografía SEM de probetas recubiertas a 60W y 300°C, a) X50,000 y b) X100,000.

Para las probetas recubiertas a 60W muestra un crecimiento del estilo Volmer Weber que propone un recubrimiento homogéneo y compacto. Gracias a los aumentos realizados por el SEM, este crecimiento puede verse adherido completamente a la superficie y no se alcanzan a distinguir espacios vacíos que permitan observar la muestra de SS 316L. Por lo tanto, al contar con un recubrimiento homogéneo, se obtuvieron altos valores de impedancia, lo cual corrobora la morfología observada a través de SEM.

5. Conclusiones

Este trabajo permitió caracterizar probetas de SS 316L con un recubrimiento de SiN colocado en forma de capas delgadas con ayuda de un Magnetron “Sputtering” asistido por radiofrecuencia a diferentes potencias y a una temperatura de 300° C. La experimentación realizada a lo largo de este trabajo fue realizada en las instalaciones del Centro Ingeniería superficies y acabados (CENISA) ubicado en el posgrado de la Facultad de Ingeniería de la UNAM y el depósito de las capas delgadas de SiN en el laboratorio de Fotónica del Silicio ubicado en el instituto de Física (IF) de la UNAM.

A lo largo de este trabajo se pudieron realizar las evaluaciones electroquímicas que permitieron obtener resultados para comprender el comportamiento a la corrosión por picadura en la superficie del material. Las curvas de polarización brindaron información acerca de su tasa de corrosión y el estudio de Espectroscopía de impedancia electroquímica, evaluó el recubrimiento colocado de manera superficial a lo largo del tiempo.

Lo que se puede concluir de estos estudios es que la aplicación de capas delgadas de SiN permite generar una capa de protección sobre el material que aumenta su resistencia a la corrosión de una forma significativa promoviendo un comportamiento más estable e incrementando su resistencia hasta en 2 órdenes de magnitud si realizamos una comparación de una probeta sin recubrimiento y una recubierta a 60W 300 °C. Se determinó por medio de estudios de microscopía como SEM y AFM, el crecimiento superficial del SiN sobre el SS316 L en función de la potencia empleada. Con el estudio de Espectroscopía Raman, se confirmó que en la superficie de las probetas depositadas se encontraba la presencia de Silicio alfa cristalino.

Esta investigación puede ser retomada para llevar a un área de aplicación en campo, por expertos en el área de la salud, específicamente de ortopedia y así poder generar un desarrollo que permita a cualquier persona que lo necesite, una prótesis de calidad que garantice una calidad de vida mejorada.

6. Agradecimientos

Agradecemos al proyecto PAPIit it100426 “Desarrollo de Tecnologías de Modificación Superficial para Aplicaciones Industriales Aeroespaciales y Biomédicas” por su apoyo en la realización de este proyecto.

Al Laboratorio Central de Microscopía del IF-UNAM, así como al laboratorio de Fotónica del Silicio del IF-UNAM y al técnico José Ángel Flores Orozco por su apoyo en el proceso de depósito de SiN por medio de Sputtering.

Al Maestro en Ciencias José Guadalupe Bañuelos Muñetón, Técnico Académico del Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología por su apoyo en la realización y obtención de resultados en el estudio de microscopía de fuerza atómica.

A mi director de tesis, Dr. Jesús Rafael González Parra por su paciencia y guía durante la elaboración de mi tesis.

Al Centro de Ingeniería Superficies y Acabados (CENISA) por brindarme un espacio para utilizar sus instalaciones y equipo para la realización experimental de este trabajo.

7. Referencias.

1. K. H. Lo, C. H. Shek, J. K. L. Lai, “Recent developments in stainless steels”, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 65, no. 4–6, 2009, pp. 39–104, doi: [10.1016/j.mser.2009.03.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2009.03.001).
2. J. Schlegel, “The Material Steel,” *The world of steel*. Springer Wiesbaden, 2023, pp. 9-61 doi: [10.1007/978-3-658-39733-3](https://doi.org/10.1007/978-3-658-39733-3).
3. Outokumpu, “Handbook of Stainless Steel,” *Outokumpu*. <https://www.outokumpu.com/en/expertise/2021/handbook-of-stainless-steel>
4. Ulbrinox, “Acero Inoxidable / Aleación 316-L,” *Ficha Técnica*, https://d25le99hzfu32g.cloudfront.net/uploads/FICHA-TECNICA-316-L_2021-03-04-213017.pdf
5. AZO Materials, “Stainless steel - Grade 316L - Properties, Fabrication and Applications (UNS S31603),” *AZoM*, 2004. <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=2382>
6. T. Hanawa, “Overview of metals and applications,” *Metals for biomedical devices*, 2010, pp. 3–24. doi: [10.1533/9781845699246.1.3](https://doi.org/10.1533/9781845699246.1.3).
7. P.-J. Cunat, “Alloying Elements in Stainless Steel and Other Chromium-Containing Alloys,” *Euro Inox & International Chromium Development Association*, 2004, <https://bssa.org.uk/wp-content/uploads/2021/07/Alloying-Elements-in-Stainless-Steel-and-Other-Chromium-Containing-Alloys.pdf>
8. J. L. Hernández, A. K. Gálvez, A. Brito Franco, “Ingeniería de biomateriales para mejorar la vida humana,” *Revista de divulgación científica iBIO*, vol. 8, no. 1, 2025, p. 3 recuperado de <https://revistaibio.com/ojs33/index.php/main/article/view/298>
9. N. Sultana, Y. Nishina, M. Z. I. Nizami, “Surface modifications of medical grade stainless steel,” *Coatings*, vol. 14, no. 3, p. 248, Feb. 2024, doi: [10.3390/coatings14030248](https://doi.org/10.3390/coatings14030248).
10. F. M. Noor, K. R. Jamaludin, S. Ahmad, “Fabrication of porous stainless steel 316L for biomedical applications,” *MATEC Web of Conferences*, vol. 135, pp. 1–3, 2017, doi: [10.1051/matecconf/201713500062](https://doi.org/10.1051/matecconf/201713500062).
11. Z. W. Wang, y. Li, Z. H. Zhang, P. Ren, J. X. Qui, W. W. Wang, Y. J. Bi, Y. Y. He, “Friction and wear behavior of duplex-treated AISI 316L steels by rapid plasma nitriding and (CrWAlTiSi)N ceramic coating,” *Results in Physics*, vol. 24, p. 104132, 2021, doi: [10.1016/j.rinp.2021.104132](https://doi.org/10.1016/j.rinp.2021.104132).
12. I. Gotman, “Characteristics of metals used in implants,” *Journal of Endourology*, vol. 11, no. 6, pp. 383–389, 1997, doi: [10.1089/end.1997.11.383](https://doi.org/10.1089/end.1997.11.383).

13. Y. Xu, Y. Li, T. Chen, C. Dong, K. Zhang, X. Bao, "A short review of medical-grade stainless steel: Corrosion resistance and novel techniques," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 29, pp. 2788–2798, 2024, doi: [10.1016/j.jmrt.2024.01.240](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.01.240).
14. Ferrobend, Alloy 304 Data Sheet, Mumbai India, disponible en: <https://ferrobend.com/datasheets/>
15. Ferrobend, Alloy 316 Data Sheet, Mumbai India, disponible en: <https://ferrobend.com/datasheets/>
16. Ferrobend, Alloy 316L Data Sheet, Mumbai India, disponible en: <https://ferrobend.com/datasheets/>
17. J. Solomon I., D. Raguraman, D. Poosapadi, N. B. Teja, R. Kushwah, S. P. Dillibabu, J. A. Dhanraj, G. Kalra, T.S. Senthil, "Pitting corrosion studies on SS316L wall fabricated by directed energy deposition based wire arc process," *Journal of Alloys and Metallurgical Systems*, vol. 10, p. 100179, 2025, doi: [10.1016/j.jalmes.2025.100179](https://doi.org/10.1016/j.jalmes.2025.100179).
18. D. C. Hansen, "Metal corrosion in the human body: the Ultimate Bio-Corrosion scenario," *The Electrochemical Society Interface*, vol. 17, no. 2, pp. 31–34, 2008, doi: [10.1149/2.f04082if](https://doi.org/10.1149/2.f04082if).
19. E. Marin, A. Lanzutti, "History of Metallic Orthopedic materials," *Metals*, vol. 15, no. 4, p. 378, 2025, doi: [10.3390/met15040378](https://doi.org/10.3390/met15040378).
20. Y. Okazaki, E. Gotoh, "Comparison of metal release from various metallic biomaterials in vitro," *Biomaterials*, vol. 26, no. 1, pp. 11–21, 2005, doi: [10.1016/j.biomaterials.2004.02.005](https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2004.02.005).
21. V. Cicek, "Corrosion of materials", *Corrosion Engineering*, Wiley, 2014, John Wiley & Sons, 2025, doi: [10.1002/9781118720837.ch1](https://doi.org/10.1002/9781118720837.ch1)
22. P. D. Bilmes, C. L. Llorente, C. M. Méndez, C. A. Gervasi, "Microstructure, heat treatment and pitting corrosion of 13CrNiMo plate and weld metals," *Corrosion Science*, vol. 51, no. 4, pp. 876–881, 2009, doi: [10.1016/j.corsci.2009.01.018](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2009.01.018).
23. B. Shaw, R. Kelly, "What is Corrosion?," *The Electrochemical Society Interface*, vol. 15, no. 1, pp. 24–26, 2006, doi: [10.1149/2.f06061if](https://doi.org/10.1149/2.f06061if).
24. Y. S. Hedberg, I. O. Wallinder, "Metal release from stainless steel in biological environments: A review," *Biointerphases*, vol. 11, no. 1, p. 018901, 2015, doi: [10.1116/1.4934628](https://doi.org/10.1116/1.4934628).
25. G. Committee, "Guide for Examination and Evaluation of Pitting Corrosion," *ASTM*, 2021, doi: [10.1520/g0046-21](https://doi.org/10.1520/g0046-21).
26. H. Parangusan, J. Bhadra, N. Al-Thani, "A review of passivity breakdown on metal surfaces: influence of chloride- and sulfide-ion concentrations, temperature, and pH," *Emergent Materials*, vol. 4, no. 5, pp. 1187–1203, 2021, doi: [10.1007/s42247-021-00194-6](https://doi.org/10.1007/s42247-021-00194-6).
27. K. V. Akpanyung, R. T. Loto, "Pitting corrosion evaluation: a review," *Journal of Physics Conference Series*, vol. 1378, no. 2, p. 022088, 2019, doi: [10.1088/1742-6596/1378/2/022088](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1378/2/022088).

28. G. Szczęsny, M. Kopec, and Z. L. Kowalewski, "Toxicity, irritation, and allergy of metal implants: Historical perspective and Modern solutions," *Coatings*, vol. 15, no. 3, p. 361, 2025, doi: [10.3390/coatings15030361](https://doi.org/10.3390/coatings15030361).
29. F. H. Silver, "12- Alloplastic and natural materials used as implants," *Aesthetic surgery of the facial Skeleton*. Elsevier, pp. 95-103, 2022, doi: [10.1016/C2016-0-00073-6](https://doi.org/10.1016/C2016-0-00073-6).
30. N. Eliaz, "Corrosion of Metallic Biomaterials: A Review," *Materials*, vol. 12, no. 3, p. 407, 2019, doi: [10.3390/ma12030407](https://doi.org/10.3390/ma12030407).
31. M. A. Kurtz, R. Yang, M. S. R. Elapolu, A. C. Wessinger, W. Nelson, K. Alaniz, R. Rai, J. L. Gilbert, "Predicting corrosion damage in the human body using artificial intelligence," *Orthopedic Clinics of North America*, vol. 54, no. 2, pp. 169–192, 2023, doi: [10.1016/j.ocl.2022.11.004](https://doi.org/10.1016/j.ocl.2022.11.004).
32. K. Roach, J. Roberts, "A comprehensive summary of disease variants implicated in metal allergy," *Journal of Toxicology and Environmental Health Part B*, vol. 25, no. 6, pp. 279–341, 2022, doi: [10.1080/10937404.2022.2104981](https://doi.org/10.1080/10937404.2022.2104981).
33. D. Thomas, E. Philip, R. Reshmy, M. K. Awasthi, R. Sindhu, S. B. Ulaeto, A. Pugazhendhi, "Developments in smart organic coatings for anticorrosion applications: a review," *Biomass Conversion and Biorefinery*, vol. 12, pp. 4683–4699, 2022, doi: [10.1007/s13399-022-02363-x](https://doi.org/10.1007/s13399-022-02363-x).
34. J. A. Tello González, G. Martínez Barrera, E. Vigueras, V. Varela Guerrero, "Recubrimientos orgánicos a base de aceite de linaza como inhibidor de la corrosión," *Materiales Avanzados y Nanomateriales: Aprovechamiento de fuentes naturales y sus beneficios al medio ambiente*, 2022, pp. 121–140. doi: [10.3926/oms.409.05](https://doi.org/10.3926/oms.409.05).
35. K. A. Gross, D. T. Berndt, "Thermal processing of hydroxyapatite for coating production," *Journal of Biomedical Materials Research*, vol. 39, no. 4, pp. 580–587, 1998, doi: [10.1002/\(sici\)1097-4636\(19980315\)39:4<580::aid-jbm12>3.0.co;2-b](https://doi.org/10.1002/(sici)1097-4636(19980315)39:4<580::aid-jbm12>3.0.co;2-b).
36. S. Awasthi, S. K. Pandey, E. Arunan, C. Srivastava, "A review on hydroxyapatite coatings for the biomedical applications: experimental and theoretical perspectives," *Journal of Materials Chemistry B*, vol. 9, no. 2, pp. 228–249, 2020 doi: [10.1039/d0tb02407d](https://doi.org/10.1039/d0tb02407d).
37. R. V. Navarro, R. G. Parra, H. W. Delgadillo, A. C. Villar, M. Á. H. Gallegos, A. B. Pingarron, "Aplicación de láser a recubrimientos de proyección térmica base níquel, sobre acero al carbono," *Tópicos De Investigación En Ciencias De La Tierra Y Materiales*, vol. 10, no. 10, pp. 92–98, 2023, doi: [10.29057/aactm.v10i10.11312](https://doi.org/10.29057/aactm.v10i10.11312).
38. K. A. Khor, P. Cheang, and Y. Wang, "The thermal spray processing of HA powders and coatings," *JOM*, vol. 49, no. 2, pp. 51–57, Feb. 1997, doi: [10.1007/bf02915482](https://doi.org/10.1007/bf02915482).
39. N. D. Nikolić, "Influence of the exchange current density and overpotential for hydrogen evolution reaction on the shape of electrolytically produced disperse forms - Review," *Journal of Electrochemical Science and Engineering*, vol. 10, no. 2, pp. 111–126, 2019, doi: [10.5599/jese.707](https://doi.org/10.5599/jese.707).

40. V. D. Jović, U. Č. Lačnjevac, B. M. Jović, “*Electrodeposition and Characterization of Alloys and Composite Materials*”, vol. 14, pp. 1-84, 2014, doi: [10.1007/978-1-4939-0289-7](https://doi.org/10.1007/978-1-4939-0289-7).
41. L. Benea, “Surface modifications of materials by electrochemical methods to improve the properties for industrial and medical applications,” *IOP Conference Series Materials Science and Engineering*, vol. 374, p. 012014, 2018, doi: [10.1088/1757-899x/374/1/012014](https://doi.org/10.1088/1757-899x/374/1/012014).
42. S. E. Rodil, “Modificación superficial de biomateriales metálicos,” *Revista Latinoamericana De Metalurgia Y Materiales*, vol. 29, no. 2, pp. 67–83, 2009, https://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0255-69522009000200002
43. I. Chopra, S. K. Ola, A. Saini, S. Mohapatra, G. Porwal, V. Dhayal, “Advances in Surface Modification Techniques for Enhanced Corrosion Protection of Steel: A Comprehensive review,” *NanoWorld Journal*, vol. 9, núm. especial 5, pp. 451-460, 2023, doi: [10.17756/nwj.2023-s5-075](https://doi.org/10.17756/nwj.2023-s5-075)
44. Z. Krstic, V. D. Krstic, “Silicon nitride: the engineering material of the future,” *Journal of Materials Science*, vol. 47, no. 2, pp. 535–552, 2012, doi: [10.1007/s10853-011-5942-5](https://doi.org/10.1007/s10853-011-5942-5).
45. A. E. Kaloyeros, F. A. Jové, J. Goff, B. Arkles, “Review—Silicon Nitride and Silicon Nitride-Rich Thin Film Technologies: Trends in Deposition Techniques and Related Applications,” *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, vol. 6, no. 10, pp. P691–P714, 2017, doi: [10.1149/2.0011710jss](https://doi.org/10.1149/2.0011710jss).
46. J. R. Gonzalez-Parra, A. Barba, M. Hernandez, A. Rodriguez-Gomez, “Surface and corrosion Evaluation of RF magnetron sputtering SIN coatings deposited on SS 316L exposed to chloride media,” *Surface and Interface Analysis*, vol. 57, no. 7, pp. 520–527, 2025, doi: [10.1002/sia.7405](https://doi.org/10.1002/sia.7405).
47. A. R. Rastkar, S. Akbari, “Surface characteristics of silicon nitride compounds deposited on plasma Nitrided Austenitic Stainless steels 316L,” *Chemical and Materials Engineering*, vol. 2, no. 8, pp. 179–189, 2014, doi: [10.13189/cme.2014.020803](https://doi.org/10.13189/cme.2014.020803).
48. R. B. Heimann, “Silicon nitride, a close to ideal ceramic material for medical application,” *Ceramics*, vol. 4, no. 2, pp. 208–223, 2021, doi: [10.3390/ceramics4020016](https://doi.org/10.3390/ceramics4020016).
49. Z. Liu, R. Wang, W. Liu, Y. Liu, X. Feng, F. Zhao, P. Chen, L. Shao, M. Rong, “Recent advances in the application and biological mechanism of silicon nitride osteogenic properties: a review,” *Biomaterials Science*, vol. 11, no. 21, pp. 7003–7017, 2023, doi: [10.1039/d3bm00877k](https://doi.org/10.1039/d3bm00877k).
50. Z. Huang, H. Zhou, F. Yuan, J. Wu, S. Yuan, K. Cai, X. Tao, X. Zhang, C. Tang, J. Chen, “Investigation on the osteogenic and antibacterial properties of silicon Nitride-Coated titanium dental implants,” *ACS Biomaterials Science & Engineering*, vol. 10, no. 6, pp. 4059–4072, 2024, doi: [10.1021/acsbiomaterials.4c00427](https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.4c00427).

51. X. Du, S. S. Lee, G. Blugan, S. J. Ferguson, "Silicon Nitride as a Biomedical material: An Overview," *International Journal of Molecular Sciences*, vol. 23, no. 12, p. 6551, 2022, doi: [10.3390/ijms23126551](https://doi.org/10.3390/ijms23126551).
52. E. S. Barrera-Mendivelso, A. Rodríguez-Gómez, "Thin films of silicon nitride deposited at room temperature by non-reactive magnetron sputtering: radiofrequency power and deposition time influence on the formation of α -Si₃N₄ and its optical properties," *Frontiers in Physics*, vol. 11, 2023, doi: [10.3389/fphy.2023.1260579](https://doi.org/10.3389/fphy.2023.1260579).
53. T. Barrès, B. Tribollet, O. Stephan, H. Montigaud, M. Boinet, Y. Cohin, "Characterization of the porosity of silicon nitride thin layers by Electrochemical Impedance Spectroscopy," *Electrochimica Acta*, vol. 227, pp. 1–6, 2017, doi: [10.1016/j.electacta.2017.01.008](https://doi.org/10.1016/j.electacta.2017.01.008).
54. S. S. Lee, L. Laganenka, X. Du, W.-D. Hardt, S. J. Ferguson, "Silicon Nitride, a bioceramic for bone tissue engineering: a reinforced cryogel system with antibiofilm and osteogenic effects," *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, vol. 9, p. 794586, 2021, doi: [10.3389/fbioe.2021.794586](https://doi.org/10.3389/fbioe.2021.794586).
55. R. B. Heimann, "Silicon Nitride ceramics: structure, synthesis, properties, and biomedical applications," *Materials*, vol. 16, no. 14, p. 5142, 2023, doi: [10.3390/ma16145142](https://doi.org/10.3390/ma16145142).
56. M. Bobby Kannan, R. Walter, A. Yamamoto, H. Khakbaz, C. Blawert, "Electrochemical surface engineering of magnesium metal by plasma electrolytic oxidation and calcium phosphate deposition: biocompatibility and in vitro degradation studies", *Royal Society of chemistry*, vol. 8, no. 51, pp. 29189–29200, doi: [10.1039/c8ra05278f](https://doi.org/10.1039/c8ra05278f)
57. Instituto de Física UNAM, "Laboratorio Central de Microscopía.", 2026, <https://laboratorios.fisica.unam.mx/technology?id=12>
58. J. Telegdi, A. Shaban, G. Vastag, "Biocorrosion—Steel," *Encyclopedia of interfacial Chemistry Surface Science and Electrochemistry*, pp. 28–42, 2018, doi: [10.1016/b978-0-12-409547-2.13591-7](https://doi.org/10.1016/b978-0-12-409547-2.13591-7).
59. P. Panahi, S. N. Khorasani, R. A. Mensah, O. Das, and R. E. Neisiany, "A review of the characterization methods for self-healing assessment in polymeric coatings," *Progress in Organic Coatings*, vol. 186, p. 108055, 2024, doi: [10.1016/j.porgcoat.2023.108055](https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2023.108055).
60. H. J. Flitt, D. P. Schweinsberg, "A guide to polarisation curve interpretation: deconstruction of experimental curves typical of the Fe/H₂O/H⁺/O₂ corrosion system," *Corrosion Science*, vol. 47, no. 9, pp. 2125–2156, 2005, doi: [10.1016/j.corsci.2004.10.002](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2004.10.002).
61. M. H. Nazari, Y. Zhang, A. Mahmoodi, G. Xu, J. Yu, J. Wu, X. Shi., "Nanocomposite organic coatings for corrosion protection of metals: A review of recent advances," *Progress in Organic Coatings*, vol. 162, p. 106573, 2021, doi: [10.1016/j.porgcoat.2021.106573](https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2021.106573).
62. D. D. Macdonald, "Reflections on the history of electrochemical impedance spectroscopy," *Electrochimica Acta*, Pennsylvania State University, vol. 51, no. 8–9, pp. 1376–1388, 2006, doi: [10.1016/j.electacta.2005.02.107](https://doi.org/10.1016/j.electacta.2005.02.107).

63. Ramírez, N., Regueiro, A., Arias, O., & Contreras, R. "Espectroscopía de impedancia electroquímica, herramienta eficaz para el diagnóstico rápido microbiológico." *Biotecnología aplicada*, vol. 26, no. 1, pp. 65-78, 2009, <https://biblat.unam.mx/hevila/Biotecnologiaaplicada/2009/vol26/no1/14.pdf>
64. Pérez, T., "Aplicación de la técnica Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) en el estudio de la corrosión del acero de refuerzo embebido en concreto." *Programa de corrosión del Golfo de México*, 2002.
65. Thermo Fisher Scientific Inc., "Introduction to Raman Spectroscopy," *Thermo Fisher Scientific*, 2023. <https://documents.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/brochures/Intro%20to%20Raman%20Brochure-BR50556-EN.pdf>
66. G. S. Bumbrach and R. M. Sharma, "Raman spectroscopy – Basic principle, instrumentation and selected applications for the characterization of drugs of abuse," *Egyptian Journal of Forensic Sciences*, vol. 6, no. 3, pp. 209–215, jun. 2015, doi: [10.1016/j.ejfs.2015.06.001](https://doi.org/10.1016/j.ejfs.2015.06.001).
67. R. S. Das and Y. K. Agrawal, "Raman spectroscopy: Recent advancements, techniques and applications," *Vibrational Spectroscopy*, vol. 57, no. 2, pp. 163–176, 2011, doi: [10.1016/j.vibspec.2011.08.003](https://doi.org/10.1016/j.vibspec.2011.08.003).
68. S. Mulvaney, "Raman Spectroscopy," *Analytical Chemistry*, vol. 70, no. 12, pp. 341R-361R, 1998, https://www.academia.edu/25954281/Raman_Spectroscopy
69. Y. Samancioglu, "Fundamental Differences Between Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM)," *Current Studies in Basic Sciences, Engineering and Technology*, 2023, pp. 159–172. ISBN: 978-625-6959-21-7
70. M. Tinoco, "CNme.es - JEOL JSM 7600F," *Centro Nacional de Microscopía Electrónica*, 2023. <https://cnme.es/index.php/microscopios/microscopios-2/microscopios-sem/jeol-jsm-7600f>
71. JEOL, "SM-7800F Schottky Field Emission Scanning Electron Microscope", <https://www.jeol.com/products/scientific/sem/JSM-7800F.php>
72. P. Eaton and P. West, "Chapter 1 Introduction", *Atomic Force microscopy*, Oxford University Press, 2010, doi: [10.1093/acprof:oso/9780199570454.001.0001](https://doi.org/10.1093/acprof:oso/9780199570454.001.0001).
73. E. Meyer, "Atomic force microscopy", *Progress in Surface Science*, vol. 41, no. 1, pp. 3–49, Sep. 1992, doi: [10.1016/0079-6816\(92\)90009-7](https://doi.org/10.1016/0079-6816(92)90009-7).
74. "Laboratorio Central de Microscopía.", 2026, <https://laboratorios.fisica.unam.mx/technology?id=12>

Anexo 1

En este anexo se ven presentadas las constancias de participación en donde este trabajo se divulgó. Una parte del trabajo fue mostrado en el 4° Congreso Estatal de Estudiantes de Ciencia e Ingeniería de Materiales CDMX-Sur 2025 y otra parte en el XI Simposio Nacional y IV reunión latinoamericana de Ingeniería de superficies y tribología 2025. En ambas ponencias el trabajo fue revisado por profesionales especializados en temas como lo son superficies, ciencia de materiales, microscopía, física y química, además de contar con retroalimentación de Ingenieros, Físicos y Químicos.

La siguiente constancia es la de la participación al 4° Congreso Estatal de Estudiantes de Ciencia e Ingeniería de Materiales, seguido a ello se muestra el póster elaborado para tal evento.



Figura 24. Constancia 4° Congreso Estatal de Estudiantes de ciencia e Ingeniería de materiales CDMX-Sur 2025



Comportamiento a la corrosión de aceros de uso ortopédico, SS316L recubiertos de SiN utilizando Sputtering.

Lara Vázquez Ana Aleida^{*1}, Rodríguez Gómez Arturo², Barba Pingarrón Arturo¹, González Parra Jesús Rafael²
¹ CENISA, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, ² Departamento de Materia Condensada, Instituto de Física, Universidad Nacional Autónoma de México.

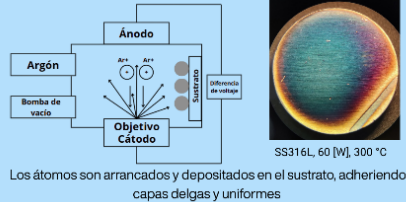
Introducción

Estudiar la corrosión en el acero inoxidable 316L resulta de suma importancia debido a su amplia área de aplicación como lo son las prótesis ortopédicas. También es utilizado en áreas muy distintas como las industrias mecánica, química, petrolera y médica entre otras. Resulta importante estudiar la corrosión en el acero debido a que los problemas de salud son una preocupación creciente a nivel mundial.

Metodología

Se propone aplicar una capa de Nitruro de Silicio (SiN) a través del magnetron sputtering asistido por radiofrecuencia a condiciones de 10,20,40 y 60 W a 300 °C de depósito. Para el proceso de sputtering: se ioniza en una cámara de vacío el gas inerte de Ar+ y con iones acelerados que chocan contra un objetivo.

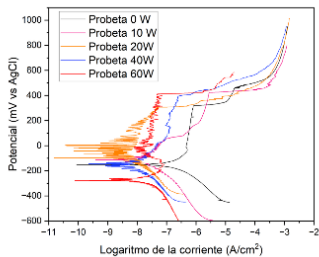
Funcionamiento del magnetron sputtering



Resultados

De los resultados obtenidos, se pudo notar que las capas eran homogéneas y nanoestructuradas.

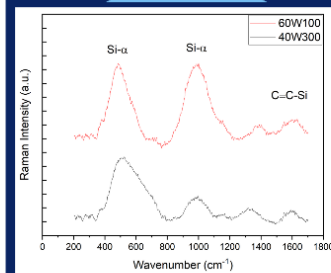
Curvas de polarización



Probeta	Corriente de pasivación	Potencial de ruptura
0 W	6.16595E-07 [A/cm²]	156.71 [mV]
10 W	2.13796E-06 [A/cm²]	307.77 [mV]
20 W	1.02329E-06 [A/cm²]	335.85 [mV]
40 W	1.28825E-07 [A/cm²]	228.9 [mV]
60 W	2.88403E-08 [A/cm²]	200.35 [mV]

Probeta	Corriente de corrosión	Potencial de corrosión
0 W	7.24436E-08 [A/cm²]	-150.9 [mV]
10 W	1.58489E-08 [A/cm²]	-113.1 [mV]
20 W	2.69153E-09 [A/cm²]	-96.74 [mV]
40 W	5.88844E-09 [A/cm²]	-114.96 [mV]
60 W	1.7378E-08 [A/cm²]	-278.17 [mV]

Raman SiN

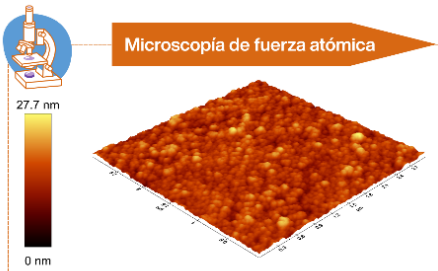


Información que podría interesarle.

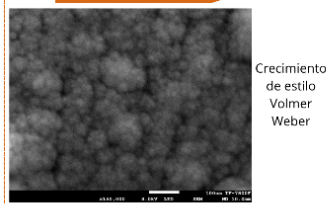
Escanee con su celular y acceda a la carpeta de información.



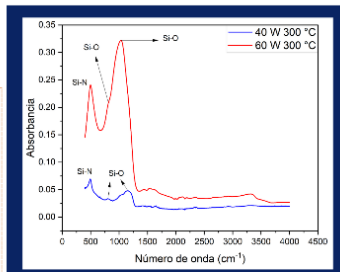
Microscopía de fuerza atómica



Microscopía electrónica de barrido



Crecimiento de estilo Volmer Weber



Si-N se localiza en el número de onda 495
Si-O se localiza en el número de onda 810, 1050

Conclusiones

El recubrimiento se observa completamente adherido al material permitiéndonos incrementar los módulos de impedancia. Como se obtuvo una buena deposición de las capas de SiN depositadas a 60W 300°C vemos que es prometedora la idea de aplicar este recubrimiento para solucionar nuestra problemática.

Agradecimientos y referencias

Lady genius, "knee joint replacement", "carva.com"
Alex-mit, "rodilla ginglyoma", "iStock"
Sketchify, "Science Element Microscope", "carva.com"
Agradecemos al Instituto de Física y al Laboratorio Central de Microscopía del mismo instituto por el apoyo en la realización de SEM y AFM.



Figura 25. Póster 4° Congreso Estatal de Estudiantes de ciencia e Ingeniería de materiales CDMX-Sur 2025



CONSTANCIA DE PARTICIPACION

En nombre de la Red Temática de Ingeniería de Superficies y Tribología (REDISYT) se hace constar que el trabajo titulado **“Influencia de la potencia del proceso de sputtering asistido por radio frecuencia en la resistencia a la corrosión acero inoxidable de uso ortopédico recubierto con SiN. “**, de los autores *Raúl Rivera, A. Barba, A. Rodríguez-Gómez, JR. González-Parra* fue presentado por **Ana Lara Vazquez** en modalidad de **PÓSTER** en el **XI Simposio Nacional y IV Reunión Latinoamericana de Ingeniería de Superficies y Tribología 2025**, el cual se llevó a cabo del 27 al 31 de octubre de 2025 en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, CDMX, México.

ATENTAMENTE

Martín Flores Mtz.

Dr. Martín Flores Martínez
Presidente
REDISYT

Figura 26. Constancia de asistencia al XI Simposio Nacional y IV reunión latinoamericana de Ingeniería de superficies y tribología 2025

Influencia de la potencia del proceso sputtering asistido por radiofrecuencia en la resistencia a la corrosión de acero inoxidable de uso ortopédico recubierto con SiN.

Lara Vázquez Ana Alcida¹, Rodríguez Gómez Arturo², Barba Pingarrón Arturo¹, González Parra Jesús Rafael^{1,2*}

¹ CENISA, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, ² Departamento de Materia Condensada, Instituto de Física, Universidad Nacional Autónoma de México.

✉ ana.lara@ingenieria.unam.edu

✉ *jesus.gonzalez@ingenieria.unam.edu

El acero inoxidable 316 L es uno de los aceros más utilizados a nivel industrial debido a su versatilidad de aplicación. Resulta importante estudiarlo porque podemos encontrarlo desde tuberías para transporte de fluidos hasta prótesis ortopédicas y material quirúrgico. Tener en cuenta las diferentes aplicaciones resulta un punto de partida importante para saber qué evaluar y de tal forma, poder generar una hipótesis acerca de los posibles resultados ya que debido a su versatilidad, solucionar diferentes problemáticas por medio del estudio a la corrosión, permite generar múltiples soluciones a múltiples problemáticas.

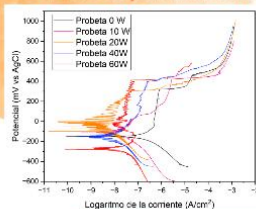
Introducción

Se cortaron probetas de 5 mm de espesor para poder lijar, pulir y recubrir con magnetron sputtering RF.



Resultados

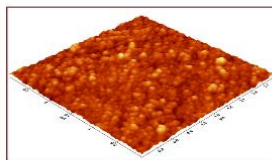
Curvas de polarización



Con muestras recubiertas de SiN a 0, 10, 20, 40 y 60 [W] se realizó la medición de curvas de polarización y espectroscopia de impedancia electroquímica por medio de un potenciostato. De esa forma se obtuvieron las siguientes gráficas que nos ayudan a generar una conclusión hacia qué recubrimiento es el óptimo.



Microscopía de fuerza atómica

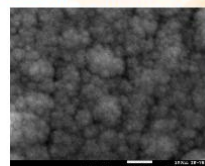


Superficie de SS316L recubierta por SiN



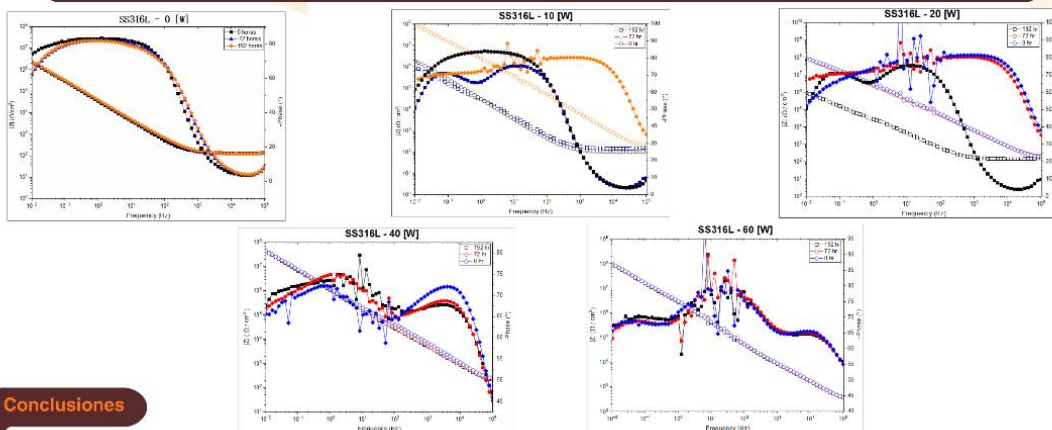
El montaje de celdas electroquímicas permite la medición durante periodos de 0, 48, 72, 96 y 192 hrs, permitiéndonos obtener medición de impedancia del material.

Microscopía electrónica de barrido



Crecimiento de estilo Wolmer Weber

Curvas de impedancia



Conclusiones

Analizar las curvas de polarización junto con las curvas de impedancia permite seleccionar la mejor potencia de sputtering para realizar el recubrimiento del material de acuerdo a la aplicación biomédica que se busca. Si bien, el análisis electroquímico nos permite obtener buenos resultados, el haber analizado las curvas de impedancia con ayuda de la disolución BSF permite obtener resultados más realistas permitiéndonos tener un mejor avance en tanto a la propia investigación.

Agradecimientos

Agradecemos al Instituto de Física y al Laboratorio Central de Microscopía del mismo instituto por el apoyo en la realización de SEM y AFM.

Referencias

Sketchify, "Science Element Microscope", "canva.com"
Good Studio, "Electric cutter", "canva.com"

Figura 27. Póster presentado en la XI Simposio Nacional y IV reunión latinoamericana de Ingeniería de superficies y tribología 2025

En proceso de publicación del artículo “Improving corrosion protection for biomedical SS316L using SiN thin films applied by RF sputtering, tested in simulated body conditions, depending on RF power.” en la revista “coatings”.

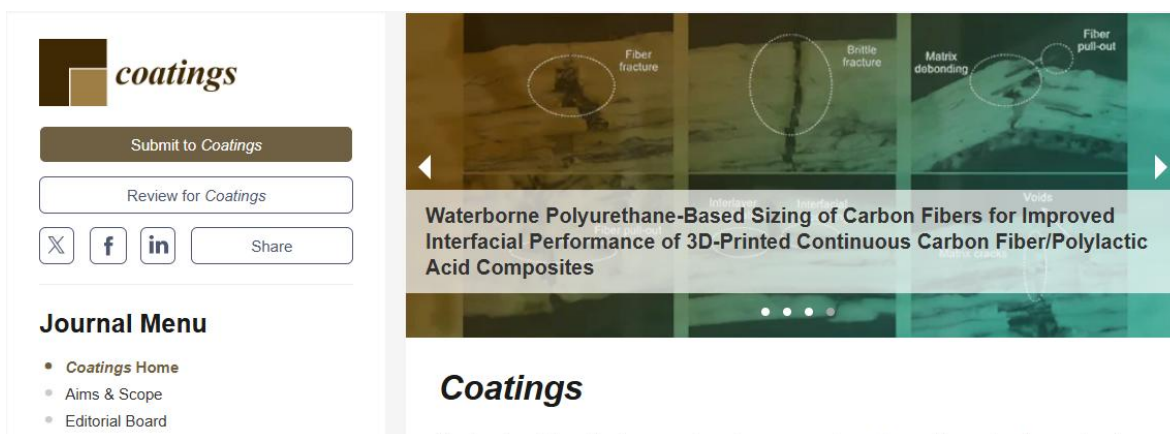


Figura 28. Encabezado de la revista “Coatings”

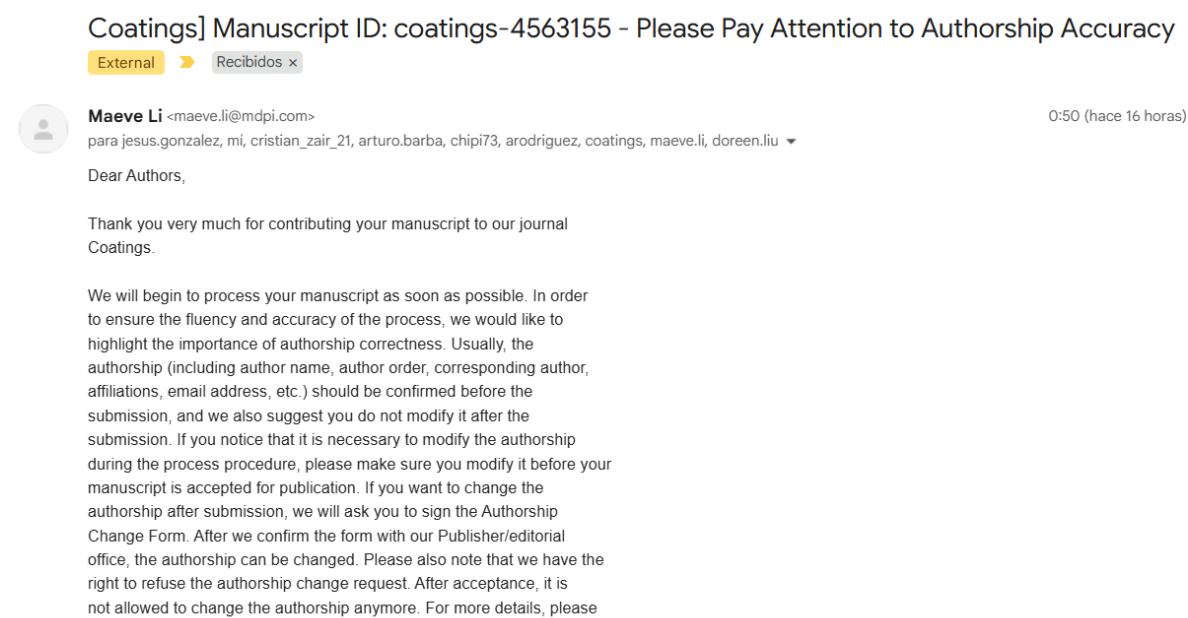


Figura 29. Aceptación del artículo para la revista “Coatings”

Anexo 2

En este anexo se pueden encontrar los fundamentos de operación de las técnicas de caracterización empleadas.

A2.1 Curvas de Polarización

Las curvas de polarización nos ayudan para obtener información principalmente acerca de la tasa de corrosión de un material y la eficacia de los materiales protectores. Es un método electroquímico de corriente continua en el cual se aplica un amplio rango de potencial al electrodo de trabajo [58], se realiza en un medio acuoso del cual se obtiene una representación gráfica del potencial vs la corriente. Es un método electroquímico que escanea el rango de potencial aplicado y realiza mediciones de la densidad de corriente. Las normas más utilizadas para realizar este tipo de ensayos son la norma ASTM-G59-97 y la ASTM-F21-29. [59] [60]. Las curvas nos brindan dos corrientes, anódica y catódica, con ellas puede ser aplicada una técnica de exploración llamada “pendientes de Tafel” que nos ayudan a conocer valores de interés como la densidad de la corriente de corrosión (i_{corr}). [61]

Para poder realizar este estudio, se debe contar con un circuito electroquímico en donde se tiene que contar con 3 electrodos inmersos en una misma disolución para lograr cerrar el circuito. Se cuenta con un electrodo de referencia que, en este caso, fue un electrodo de Plata cloruro de Plata, un contra electrodo de grafito debido a que este funciona muy bien como un conductor y obviamente la probeta de interés que será nuestro electrodo de trabajo.

Las curvas de polarización tienen varias fases en su estudio. En el caso de mis probetas, primero se conectaba todo al potencióstato para que posterior a ello se pudiera comenzar a hacer un barrido del potencial de circuito abierto. Este potencial de circuito abierto es de suma importancia debido a que a partir de ese valor obtenido podíamos notar dos cosas, la primera era saber si la celda electroquímica estaba correctamente conectada y la segunda era saber cómo se estaba comportando el material una vez que este ya fuera recubierto. Si el material se encontraba depositado correctamente y a un mayor potencial de deposición, el valor del potencial de circuito abierto se vería modificado y sería notorio observar dicho cambio.

Una vez terminando de evaluar el potencial de circuito abierto, este estudio comenzó a graficar los puntos de las curvas de polarización teniendo el logaritmo de la corriente en función del potencial del electrodo de referencia de Plata Cloruro de Plata, de esa forma se estaría obteniendo una gráfica que nos brinda información relevante acerca

del potencial de corrosión (E_{corr}), la densidad de corrosión (I_{corr}), las pendientes de Tafel y el potencial de ruptura. Este estudio electroquímico es utilizado para comprender la tasa de corrosión de cada una de las probetas recubiertas a diferentes potencias. Por otro lado, esta técnica de estudio, a diferencia de las micrografías realizadas, es un estudio destructivo, en el que se busca llevar hasta las condiciones más agresivas a la probeta estudiada.

También nos ayuda a saber la tendencia del material estudiado para predecir de una forma más certera, el momento en el que pueda ocurrir una falla debido a la corrosión. Las curvas de polarización son un estudio electroquímico que nos da la información necesaria para entender cómo se comporta el material. De cierta forma, los estudios de curvas de polarización han sido de gran utilidad en diversos campos de estudio además de los realizado para la ciencia de materiales. [59]

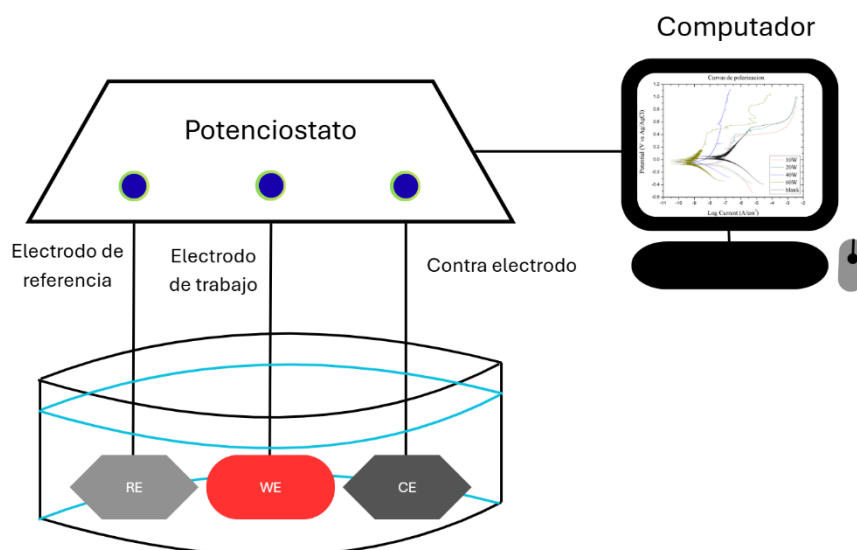


Figura 30. Esquema de conexión simplificado para realizar curvas de polarización

A2.2 Espectroscopía de Impedancia electroquímica (EIS)

La Espectroscopía de impedancia electroquímica es una técnica electroquímica no destructiva que emplea corriente alterna e involucra conceptos como la impedancia, la admitancia y la reactancia, realizando diferentes mediciones en el material a lo largo del tiempo. [62] Esta técnica de caracterización es utilizada para realizar un registro y estudio de los procesos de corrosión, electrodeposición, evaluación de los recubrimientos y para caracterizar los sensores y semiconductores. Se basa principalmente en la ley de Ohm, sin embargo, al trasladar estos estudios hasta un entorno sin idealizaciones, la resistencia del material se deja de lado y en su lugar se utiliza la impedancia. La respuesta obtenida del sistema después de recibir un

potencial sinusoidal es una serie de señales de corriente alterna que pueden ser analizadas como la suma de todas las funciones sinusoidales con ayuda de las series de Fourier. El EIS permite notar la pasividad en los materiales, así como identificar mecanismos de reacción que se basan en el reconocimiento de patrones. [63] [64]

En los resultados obtenidos por este estudio, tenemos un gráfico que cuenta con 3 variables, una colocada en el eje de las ordenadas al origen que será el módulo de impedancia y otro colocado de forma paralela que nos indica el ángulo de fase, mientras que en el eje de las abscisas se encuentran los valores de las frecuencias aplicadas.

A2.3 Espectroscopía Raman

La espectroscopía Raman es un ensayo de caracterización basada en la emisión de luz láser y obtención de la composición química de una muestra, cuyo fundamento principal se centra en el descubrimiento del físico Chandrashekhara Venkata Raman acerca de la dispersión inelástica de la luz. La espectroscopía Raman es una técnica de dispersión que se realiza a niveles industriales como lo son los campos de la química, biología, geología, farmacología, ciencias forenses, análisis de fallas y ciencia de materiales, así como también para el campo del desarrollo Científico e Investigación. [67] Esta técnica junto con la de luz infrarroja (IR), nos brinda información acerca de las moléculas y su composición. Puede ser utilizada en muestras sólidas, líquidas, suspensiones o pastas.

Para que la espectroscopía Raman nos brinde resultados, su funcionamiento comienza cuando un haz de láser monocromático incide sobre la muestra haciendo que sus moléculas interaccionen con el haz monocromático y generen una luz dispersa. La dispersión inelástica de la radiación es resultado de la interacción del haz con la interacción de las moléculas en vibración, logrando capturar las vibraciones moleculares del material. [66] El efecto Raman puede verse como en la Figura 29 simplificado de la siguiente forma.

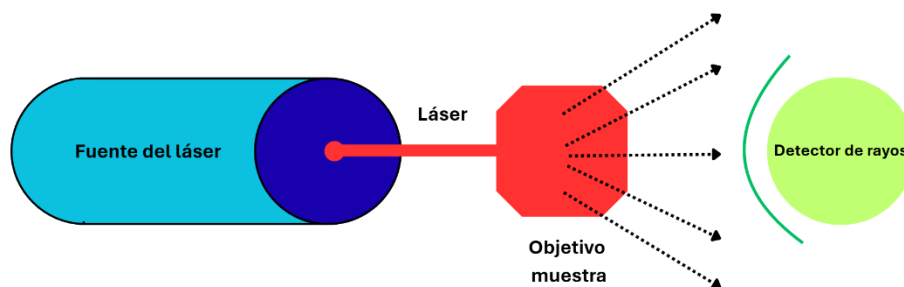


Figura 31. Funcionamiento simplificado de la Espectroscopía Raman

Primero el láser monocromático incide sobre la muestra generando una excitación a nivel molecular, después la luz se dispersa en todas las direcciones para que posterior a esa dispersión, una parte de esta emisión de luz sea detectada y recolectada por el detector que se encarga de obtener el espectro Raman. Es necesario mencionar que el espectro Raman es muy similar al espectro que nos brinda la espectroscopía de infrarrojo, no obstante, estas dos técnicas son complementarias, por ejemplo, los picos que suelen ser mostrarse con mayor relevancia en la espectroscopía Raman suelen mostrarse con mucho menor intensidad en una espectroscopía de infrarrojo.

Realizar una espectroscopía Raman nos permitirá conocer además de la estructura molecular de la muestra. Los cambios en el espectro pueden ser a causa de la estructura cristalográfica de la muestra. La técnica Raman puede ser empleada para materiales orgánicos e inorgánicos y se utiliza para conocer la materia de una forma cuantitativa o cualitativa. Al igual que la mayoría de las técnicas empleadas para este trabajo, la espectroscopía Raman es una técnica de estudio no destructiva que permite realizar la medición sin necesidad de preparar previamente la muestra.

La relevancia de realizar este estudio en este trabajo tiene como objetivo identificar explícitamente por medio de la longitud de onda, el recubrimiento depositado sobre las probetas de SS 316L, constatando que efectivamente la probeta se encuentre depositada adecuadamente de acuerdo con los parámetros establecidos a una temperatura de 300 °C y una potencia de 40 W. [67] [68]

A2.4 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés) es una técnica utilizada en el ámbito de la investigación y el análisis de materiales para brindar un panorama general de la apariencia superficial de las muestras a los estudiosos. Esta técnica brinda resultados en imágenes 2D en una escala de grises y a diferencia de la microscopía óptica, el SEM brinda la posibilidad de realizar muchas más

magnificaciones a un objetivo. Su funcionamiento es un tanto complejo debido a que la muestra se ve bombardeada por haz de electrones acelerado con ayuda de voltaje de ánodo (parte positiva) a un cátodo (parte negativa) que interactúan en la superficie del material.

Este tipo de microscopios se compone de varias partes, un cañón de electrones, una columna que cuenta con lentes electromagnéticas, una bobina de barrido y la cámara donde se colocan las muestras, así como lentes objetivo, detectores de electrones retro dispersados y secundarios. La colocación de elementos puede ser observada en la Figura 30.

El SEM por lo general es un aparato de microscopía que ocupa un espacio considerable dentro de un cuarto, por lo que su altura de la columna principal de este llega a rebasar 1.20 m de altura y para que este haz de electrones no se vea dispersado a lo largo de la columna del microscopio se debe contar con un vacío de alrededor de 10 a 1×10^{-4} Pa, de esta forma, los electrones se ven acelerados por medio de un voltaje de aceleración cuya función principal es hacer que los electrones viajen directamente a través de las lentes condensadoras, las bobinas y las lentes objetivo, para incidir en la muestra.

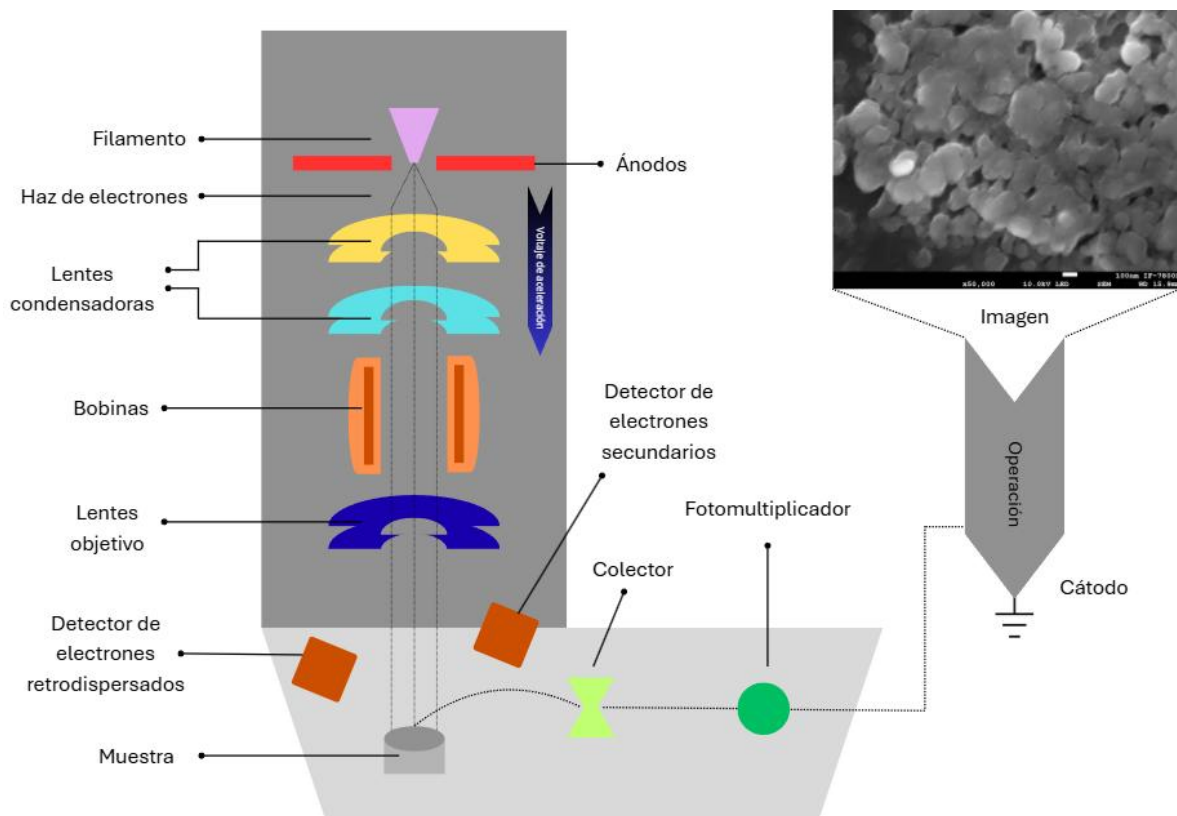


Figura 32. Esquema simplificado del SEM.

La fuente de electrones varía dependiendo de qué material sea el encargado de generarlo, en este caso el filamento del SEM utilizado para la obtención de imágenes para esta Tesis es de Tungsteno. El voltaje de aceleración del SEM oscila entre los 200 V a los 300 kV, para el caso de mis imágenes, el voltaje utilizado para acelerar los electrones a lo largo de la columna del microscopio fue de 10 kV. El haz de electrones es recolectado por el condensador de lentes electromagnéticas y después se barre la superficie de la muestra con el deflector electromagnético o las bobinas. La formación de la muestra se realiza debido al análisis y recopilación de las señales resultantes de la interacción del haz de electrones con la superficie de la muestra.

Hablando específicamente del modelo de SEM utilizado en esta investigación, el aparato cuenta con una resolución de 2.5 nm a 1kV en el modo SEM, un voltaje de aceleración de 0.5 a 30 kV, un cañón de electrones tipo Schottky con un emisor de Tungsteno y los movimientos que puede realizarle a la muestra además de los ejes X,Y y Z, son R para brindar una rotación completa de 360° y T para generar una inclinación de -5° a 70°. El movimiento en el eje X es de hasta 70 mm, el eje Y de 50 mm y el eje Z de 1.5 mm hasta 25 mm de forma continua. [69] [70] [71]

A2.5 Microscopía de fuerza atómica (AFM)

El estudio del AFM es realizado por medio de un escaneo superficial de la muestra. Sus inicios se remontan a un perfilador de lápiz óptico utilizado en 1929. Al igual que los estudios de AFM se utiliza para poder conocer la topografía de la superficie. Dentro de los riesgos más comunes que se pueden encontrar dentro de este tipo de microscopía suelen ser el riesgo de rompimiento de las puntas de este instrumento de medición debido a las colisiones no intencionales con la muestra.

El estudio se lleva a cabo con un instrumento una punta piramidal de base cuadrada colocada en la punta de un cantilever sobre la superficie, un dato importante a resaltar es que el material a medir debe ser conductor. Esta punta se encarga de barrer toda la superficie de la muestra para conocer cómo se encuentra la superficie de estas y con ello obtener resultados que nos permiten observar la topología de los recubrimientos o de la propia probeta en sí, también es una forma de conocer la rugosidad de las muestras.

Al momento de estar realizando el barrido de la muestra, los datos que se obtienen son gracias a un deflector que a su vez envía los perfiles registrados de acuerdo con los cambios de posición del haz de rayos, después esas señales son enviadas a un equipo de cómputo encargado de procesar estos datos para convertirlos en un perfil tridimensional.

En este estudio las mediciones también se pueden realizar sin tocar la muestra, es decir, existen diferentes sensores de deflexión. En un principio, se tenía un deflector basado en el efecto de túnel de electrones, esta forma de obtener los resultados era suficiente, sin embargo, se tuvo la necesidad de buscar nuevos sensores de deflexión debido a que, a pesar de no obtener malos resultados por medio de este deflector, las imágenes eran contaminadas con mayor facilidad, es por ello por lo que se desarrollaron posteriormente los sensores de deflexión como la interferometría óptica (Figura 31, c), la desviación del rayo láser (Figura 31, b) y métodos como la capacitancia (Figura 31, d).

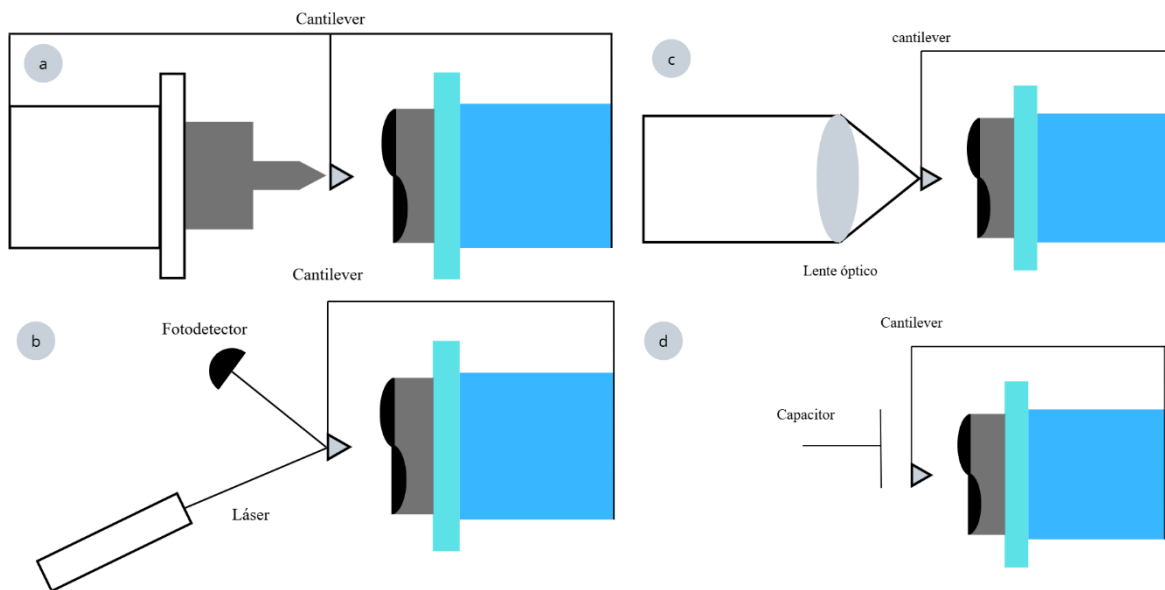


Figura 33. Deflectores utilizados en AFM. Autoría propia.

Por otro lado, en este trabajo el modelo que se utilizó fue un JEOL- JSPM-4210. Este microscopio puede brindar imágenes teniendo contacto con la muestra o no, alternando la microscopía de fuerza atómica y la microscopía de efecto túnel, brindando una resolución atómica STM de 0.05 nm. El tamaño de muestras sugeridas es de 20 × 50 × 2.5 mm. [72] [73] [74]