

**EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA COMPOSICIÓN DE RECUBRIMIENTOS DE
BIOVIDRIO FABRICADOS POR EL MÉTODO SOL-GEL EN SUS
PROPIEDADES ANTICORROSIVAS, MORFOLÓGICAS Y DE FORMACIÓN DE
APATITAS**

DIANA KATHERINE RIAÑO MUÑOZ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO- QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2018

**EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA COMPOSICIÓN DE RECUBRIMIENTOS DE
BIOVIDRIO FABRICADOS POR EL MÉTODO SOL-GEL EN SUS
PROPIEDADES ANTICORROSIVAS, MORFOLÓGICAS Y DE FORMACIÓN DE
APATITAS**

Trabajo de Grado para optar al título de Ingeniera Metalúrgica

DIANA KATHERINE RIAÑO MUÑOZ

DIRECTORAS:

**Ph. D. ELCY MARÍA CÓRDOBA TUTA
Ph. D. VIVIANA RAQUEL GÜIZA ARGÜELLO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO- QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2018

DEDICATORIA

*A **Dios**, gracias a Él por darme la fuerza para seguir adelante a pesar de las adversidades y dificultades que trae la vida, por regalarme la sabiduría para enfrentar cada reto y el amor que permitió levantarme y sentirme con ganas de **LUCHAR.***

AGRADECIMIENTOS

A Dios padre creador todo poderoso.

A mis directoras de proyecto la PhD. Viviana Raquel Güiza Argüello, por su gran aporte a mi conocimiento, consejos y valores que me otorgó para la realización de este proyecto y a la PhD. Elcy María Córdoba Tuta por su colaboración y apoyo en esta investigación.

Al Ingeniero Oscar Ivan Delgado Ramírez por su completa ayuda, paciencia y conocimiento otorgado para llevar a cabo la culminación de este proyecto.

Al parque tecnológico Guatiguará de la UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER por su contribución y los servicios prestados para la realización de esta investigación.

A la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales por permitirme formarme y crecer como profesional en este tiempo, gracias por todo lo brindado para la realización de este proyecto.

Y a cada una de las personas que contribuyeron para la construcción de esta investigación.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	14
1. OBJETIVOS.....	16
1.1 OBJETIVO GENERAL	16
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
2. MARCO TEÓRICO	17
2.1 BIOMATERIALES	17
2.1.1 Biometales.	17
2.1.2 Biocerámicos.	18
2.2 RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO	18
2.3 BIOACTIVIDAD IN VITRO	19
2.4 PROCESO SOL-GEL	20
2.5 TÉCNICA <i>DIP-COATING</i>	21
2.6 POLARIZACIÓN POTENCIODINÁMICA	21
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	22
3.1 SÍNTESIS DE SOLES Y POLVOS DE BIOVIDRIO	23
3.1.1 Preparación de soles estables de biovidrio.....	23
3.1.2 Obtención y caracterización química de polvos de biovidrio.....	23
3.1.3 Curvas de gelificación.....	24
3.2 OBTENCIÓN DE RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO	25
3.2.1 Preparación de los sustratos de acero inoxidable AISI/SAE 316L.....	25
3.2.2 Obtención de recubrimientos de biovidrio por la técnica <i>dip-coating</i>	25
3.3 EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO	26

3.4 EVALUACIÓN DE LA HABILIDAD DE FORMACIÓN DE APATITAS.....	26
3.5 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES ANTICORROSIVAS DE LOS RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO	28
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS	29
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS SOLES Y POLVOS DE BIOVIDRIO	29
4.1.1 Caracterización física de los soles de biovidrio.....	29
4.1.2 Caracterización química de los polvos de biovidrio.	29
4.1.3 Curvas de gelificación.....	30
4.2 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE LOS RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO OBTENIDOS	32
4.3 CARACTERIZACIÓN DE LA HABILIDAD DE FORMACIÓN DE APATITAS...	36
4.4 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DE LOS RECUBRIMIENTOS	39
5. CONCLUSIONES	42
6. RECOMENDACIONES.....	43
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	44
BIBLIOGRAFIA.....	53
ANEXOS.....	62

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Procedimiento experimental.	22
Figura 2. Obtención de a) Xerogel y b) Polvo de biovidrio.	24
Figura 3. Soles de biovidrio: a) 45%SiO ₂ , b) 55%SiO ₂ y c) 65%SiO ₂	29
Figura 4. Viscosidad de los soles versus Tiempo de envejecimiento.	31
Figura 5. Fotografías de los recubrimientos de biovidrio para las viscosidades establecidas: a) Viscosidad de 5 cP y b) Viscosidad de 10 cP.	33
Figura 6. Micrografías de los recubrimientos de biovidrio con magnificación de 280X para las viscosidades establecidas: a) 5 cP y b)10 cP.	34
Figura 7. Micrografías SEM a 1000X, a) 45% SiO ₂ , b) 55% SiO ₂ y c) 65% SiO ₂ ...	35
Figura 8. Micrografías SEM a 5000X del acero desnudo y de los recubrimientos de biovidrio para los tiempos de inmersión de a) 0 días y b) 15 días en PBS.	37
Figura 9. Curvas de polarización potenciodinámica para los recubrimientos de biovidrio en inmersión inicial de PBS.	39
Figura 10. Curvas de polarización potenciodinámica para los recubrimientos de biovidrio después de 15 días de inmersión en PBS.	40

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Concentraciones iónicas en mmol/L del SBF, PBS y PH.....	27
Tabla 2. Condiciones experimentales para la caracterización electroquímica de los recubrimientos obtenidos.....	28
Tabla 3. Caracterización química por FRX de los polvos de biovidrio.....	30
Tabla 4. Variación de la viscosidad de los soles con el tiempo de envejecimiento.....	30
Tabla 5. Tiempos de envejecimiento para la obtención de soles con viscosidades de 5 y 10 cP.....	32
Tabla 6. Rugosidades promedio para cada recubrimiento.....	35
Tabla 7. Parámetros electroquímicos para cada recubrimiento en inmersión inicial de PBS.....	40
Tabla 8. Parámetros electroquímicos para cada recubrimiento después de la inmersión de 15 días en PBS.....	41

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. Reactivos Utilizados.	62
Anexo B. Equipos Utilizados.	63
Anexo C. Protocolos para la Preparación de los Soles y Polvos de Biovidrio de cada Composición.	64
Anexo D. Protocolo para la Preparación de Recubrimientos de Biovidrio Utilizando la Técnica Dip-Coating.	72
Anexo E. Equipo de Inmersión Extracción Con Velocidad Controlable.	73
Anexo F. Equipo de Microscopía Óptica Confocal.	74
Anexo G. Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido (Sem).	75
Anexo H. Potenciostato para Pruebas Electroquímicas.	76
Anexo I. Celda para Ensayos Electroquímicos.	77
Anexo J. Imágenes 3D Obtenidas Por Microscopía Confocal A 560x para cada una de las Composiciones con Viscosidades de A) 5 Cp Y B) 10 Cp.	78

RESUMEN

TÍTULO: EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA COMPOSICIÓN DE RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO FABRICADOS POR EL MÉTODO SOL-GEL EN SUS PROPIEDADES ANTICORROSIVAS, MORFOLÓGICAS Y DE FORMACIÓN DE APATITAS.* *

AUTORA: DIANA KATHERINE RIAÑO MUÑOZ**

PALABRAS CLAVE: Sol-gel, dip-coating, acero inoxidable AISI 316L, biovidrio, recubrimiento, apatitas, PBS.

DESCRIPCIÓN:

En este trabajo se realizaron recubrimientos de biovidrio por el método sol-gel en el sistema ternario SiO_2 , CaO y P_2O_5 , depositados sobre un acero inoxidable AISI/SAE 316L mediante la técnica dip-coating. Teniendo en cuenta las dificultades asociadas a la caracterización química de los recubrimientos y de los soles, se decidió obtener polvos cerámicos a partir de los soles para analizar inicialmente su composición química a través de la técnica de fluorescencia de rayos x (FRX) y continuar con el estudio planteado. Esta investigación se realizó con el fin de evaluar el efecto de la composición de los recubrimientos de biovidrio fabricados, en las propiedades anticorrosivas, morfológicas y de formación de apatitas, características relevantes desde el punto de vista de la aplicación de estos recubrimientos. Fueron caracterizados morfológicamente mediante microscopía óptica confocal y microscopía electrónica de barrido (SEM), en su habilidad de formación de apatitas fueron evaluados mediante inmersión en solución salina fosfatada y amortiguada (PBS) y posterior análisis SEM-EDS, mientras que sus propiedades electroquímicas se evaluaron mediante curvas y parámetros de polarización potenciodinámica con base en la norma ASTM G102-89. El recubrimiento con menor contenido de sílice presentó una morfología adecuada, una capa homogénea, buena adherencia y un mejor carácter protector frente a los demás recubrimientos evaluados.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. Directoras: PhD. Viviana Güiza Argüello. PhD. Elcy Córdoba Tuta.

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF THE EFFECT OF THE COMPOSITION OF BIOGLASS COATINGS MANUFACTURED BY THE SOL-GEL PROCESS ON THE ANTICORROSIVE, MORPHOLOGICAL AND APATITE FORMATION PROPERTIES.*

AUTHOR: DIANA KATHERINE RIAÑO MUÑOZ**

KEYWORDS: Sol-gel, dip-coating, stainless steel AISI/SAE 316L, bioglass, coating, apatites, PBS.

DESCRIPTION:

In this paper, bioglass coatings were prepared by the sol-gel process in the ternary system SiO_2 , CaO and P_2O_5 , deposited on stainless steel AISI / SAE 316L by the dip coating technique. Taking into account the difficulties for the chemical characterization of the coatings and the soles, the ceramic powders were obtained by sintering at a temperatura of 700 °C and characterized by X-ray fluorescence technique (FRX) to continue with the proposed study. This research was carried out in order to evaluate the effect of the composition of the manufactured bioglass coatings on the anticorrosive, morphological and apatite formation properties, the relevant characteristics of the application point of these coatings. They were characterized morphologically by confocal optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM), in their ability to form apatites were evaluated by immersion in phosphate buffered saline (PBS) at a temperature of 36,5 °C and subsequent análisis scanning electron microscopy and energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDS), while their electrochemical properties were evaluated through curves and potentiodynamic polarization parameters based on the ASTM G102-89 standard. The coating with a low silica content presented an adequate morphology, a homogeneous layer, a good adhesion and a better protective character compared to the other coatings evaluated.

* Reseach work

** Physicochemical Engineering Faculty. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Directors: PhD. Viviana Güiza Argüello. PhD. Elcy Córdoba Tuta.

INTRODUCCIÓN

El hombre en su infinito ingenio ha evolucionado constantemente en el campo biotecnológico con el fin de mejorar su calidad de vida. Inicialmente, el uso de materiales para tratar lesiones corporales se limitaba a simples trozos de madera unidos por lianas vegetales, hasta llegar al uso de materiales modernos como polímeros, aleaciones metálicas, biocerámicos y compuestos [1]. Sin embargo, dado que dichos materiales no pueden ser usados indiscriminadamente, la ciencia mundial continúa investigando el comportamiento y las consecuencias de implantar un elemento extraño dentro del cuerpo humano.

Actualmente, para todas aquellas aplicaciones biomédicas que requieran soportar cargas se usan implantes metálicos de diferentes aleaciones [2]. No obstante, aunque los materiales metálicos presenten buenas propiedades mecánicas son generalmente incapaces de promover la regeneración del hueso natural y algunas veces su uso puede resultar perjudicial debido a la liberación no controlada de iones metálicos tóxicos, así como a la formación de una cápsula fibrosa alrededor del implante [3].

En la búsqueda de reducir esta toxicidad se encontró la alternativa de recubrir el implante metálico con un material biocerámico sobre la superficie, para impedir el contacto directo del sustrato con los fluidos fisiológicos o tejidos corporales. Dichos recubrimientos deben tener características que soporten los esfuerzos de la misma manera que los materiales metálicos y además deben contener fases bioactivas que promuevan la adaptación natural a los tejidos duros y blandos [4]. Es por eso que los recubrimientos de biovidrio sobre implantes metálicos han emergido como una opción que ha dado resultados satisfactorios en aplicaciones biomédicas, especialmente para implantes ortopédicos como prótesis de rodilla y de cadera [5].

Una de las técnicas de fabricación de recubrimientos más empleada es el método sol-gel, el cual ofrece varias ventajas frente a las demás técnicas disponibles, pues permite la obtención de recubrimientos homogéneos y de alta pureza, además de emplear bajas temperaturas de sinterización, por la alta reactividad del gel obtenido, lo cual a su vez evita la formación de compuestos y cambios estructurales indeseados [6]. Por lo general, el producto resultante es una capa densa, compacta y con una fuerte adherencia al sustrato, involucrando equipos sencillos y de bajo costo [7].

A pesar de la amplia información disponible en la literatura respecto a la fabricación y caracterización de biovidrios (polvos y recubrimientos), hasta donde tenemos conocimiento aún no se ha realizado un estudio sistemático y comparativo del efecto de la composición de recubrimientos de biovidrio no sólo en sus propiedades morfológicas, sino también en sus propiedades anticorrosivas y de formación de apatitas, características que son relevantes en el contexto de las aplicaciones de estos recubrimientos para implantes óseos metálicos, ya que afectan la protección del implante y la interacción con el tejido a su alrededor. Por lo tanto, este trabajo pretende analizar el efecto que se presenta en los recubrimientos de biovidrio fabricados por el método sol-gel al variar la composición de sus componentes principales sobre las propiedades anticorrosivas, morfológicas y de formación de apatitas.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

- ❖ Evaluar el efecto de la composición de recubrimientos de biovidrio fabricados por el método sol-gel en sus propiedades anticorrosivas, morfológicas y de formación de apatitas.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ❖ Desarrollar un protocolo de síntesis que permita la preparación de soles de biovidrio de diferentes composiciones a partir de los siguientes precursores: trietil fosfato, tetraetil ortosilicato y nitrato de calcio tetrahidratado.
- ❖ Establecer una metodología reproducible para obtener recubrimientos sobre sustratos de acero inoxidable AISI/SAE 316L a partir de soles de biovidrio usando la técnica dip-coating.
- ❖ Evaluar el efecto de la composición de los recubrimientos de biovidrio fabricados en su habilidad de formación de apatitas, su morfología y su carácter anticorrosivo.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 BIOMATERIALES

A pesar de que el área de los biomateriales se inició desde hace ya muchos siglos, solo hasta 1991 se dio una definición formal, ampliada y precisa de biomaterial: “un material diseñado para actuar interfacialmente en sistemas biológicos, con el fin de evaluar, tratar, restaurar, aumentar o reemplazar algún tejido, órgano o función del cuerpo” [8]. Los dispositivos construidos con biomateriales están cobrando creciente importancia y su número aumenta constantemente, pues en la actualidad, los biomateriales han llegado a sustituir funciones mecánicas, eléctricas, biológicas y quimicobiológicas [9]. La investigación en este ámbito permite importantes avances en cuanto a prevención, diagnóstico y tratamiento de muchos trastornos de la salud, gracias a la existencia de nuevos materiales, mecanismos y nuevas formulaciones que participan en ello, precisamente la naturaleza del material es uno de los factores determinantes a la hora de realizar un estudio para fabricar un biomaterial, el cual puede ser polimérico, metálico, cerámico o compuesto [10].

2.1.1 Biometales. Los biomateriales de naturaleza metálica se caracterizan por sus buenas propiedades mecánicas. Algunos de ellos pueden ser resistentes a la corrosión, dada su habilidad de crear una capa de óxido sobre la superficie, la cual impide que la corrosión avance hacia el interior del metal. Entre los biometales más destacados se encuentran las aleaciones de Cobalto, Cromo, Aluminio, Titanio y los aceros inoxidable [11]. El acero inoxidable AISI/SAE 316L ha sido usado de forma masiva durante muchos años para la fabricación de implantes ortopédicos por ser una de las opciones más económicas [12]. Sin embargo, el acero se clasifica como un material bioinerte, debido a que no posee habilidad de integrarse con el sistema biológico y después de un periodo de tiempo tiende a

sufrir corrosión por el rompimiento de la capa de óxido de cromo, liberando iones Fe^{3+} , Ni^{2+} , Cr^{3+} y Cr^{6+} , que ocasionan efectos adversos en los tejidos circundantes al implante [13].

2.1.2 Biocerámicos. Los biocerámicos son materiales constituidos por compuestos inorgánicos, como silicatos, óxidos metálicos, carburos e hidruros [14]. A diferencia de los biometales presentan una gran estabilidad química y pueden ser bioinertes, biodegradables o bioactivos. Estos últimos tienen la capacidad de reaccionar favorablemente cuando son expuestos a fluidos corporales, dando lugar a la formación de un fuerte enlace interfacial entre el implante y el tejido vivo [15].

Entre este grupo de materiales se destaca el biovidrio [16]. El biovidrio rico principalmente en sílice, calcio y fósforo ha sido estudiado ampliamente desde 1969 cuando Hench y sus colaboradores descubrieron que podía unirse químicamente al hueso [17]. Esta característica lo ha establecido como un material altamente bioactivo y biocompatible, lo cual ha permitido su uso comercial de manera satisfactoria en implantes dentales y especialmente ortopédicos [18].

2.2 RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO

En términos estructurales, los recubrimientos de biovidrio son amorfos y se pueden depositar en gránulos, en forma densa o en una capa porosa. Sin embargo, se ha observado que la capa porosa favorece más la migración de proteínas como la actina la cual es un precursor de la migración de células osteogénicas [19]. Una de las ventajas del uso de recubrimientos de biovidrio en comparación con otros cerámicos como la hidroxiapatita es que éste es altamente biodegradable, lo cual favorece los procesos de reabsorción y osteoconducción [20]. El biovidrio se reabsorbe completamente y no interfiere en el proceso de remodelación ósea, mientras que la reabsorción de la hidroxiapatita es mucho más

lenta. Una vez en contacto con el tejido óseo, el biovidrio presenta una transformación fisicoquímica que inicia con la hidroxilación y finaliza con la formación de un lecho de gel de sílice sobre el cual se produce la deposición de cristales de fosfato cálcico y de tejido conjuntivo que sirven de guía para la nueva formación del tejido osteoide [21]. Sin embargo, es importante considerar la velocidad de solubilización del recubrimiento de biovidrio, ya que si ésta es mayor en comparación a la velocidad de formación de nuevo tejido óseo, se puede ver comprometido el desempeño del implante por la pérdida temprana del recubrimiento y exposición del sustrato metálico al fluido fisiológico [22].

2.3 BIOACTIVIDAD IN VITRO

Con el fin de evaluar el desempeño biológico de materiales como el biovidrio, se han propuesto diversos ensayos *in vitro*, los cuales permiten indirectamente establecer el potencial bioactivo de dicho material en condiciones *in vivo*. Por ejemplo, la habilidad que tiene un biomaterial para formar una capa rica en hidroxiapatita carbonatada (HCA) tras sumergirlo en un fluido fisiológico simulado, ha sido directamente relacionada con su fijación biológica y la generación de hueso nuevo sobre el implante [23]. En este contexto, uno de los fluidos fisiológicos más empleados ha sido el SBF por sus siglas en inglés, *Simulated Body Fluid*, propuesto por T. Kokubo en 1990 [24]. Éste presenta una composición similar al plasma humano y se ha destacado por facilitar la precipitación de HCA sobre la superficie de varios materiales [25]. Sin embargo, existen referencias en la literatura que contradicen las ventajas del uso del SBF, debido principalmente a que presenta drásticas variaciones iónicas como consecuencia de ser un sistema estático y de alta reactividad, y por lo tanto no simula adecuadamente condiciones fisiológicas [26-30]. Estudios *in vitro* más recientes han permitido contrarrestar la inestabilidad inherente del SBF mediante el desarrollo de nuevas soluciones fisiológicas simuladas tales como TRIS (*Tris(hidroximetil) aminometano*) [31],

CSIP (*Carbonated Simulated Inorganic Plasma*) [32] y PBS (*Phosphate Buffered Saline*) [33].

El PBS es una solución acuosa y salina fosfatada amortiguada que contiene cloruro sódico, fosfato sódico, cloruro de potasio y fosfato de potasio, y es comúnmente empleada en cultivo *in vitro* de células mamíferas para simular el líquido extracelular dada su semejanza con este último en cuanto a osmolaridad y concentración iónica [34]. Algunos estudios comparativos entre PBS y SBF han confirmado una mejor respuesta en la formación de la capa de apatitas a una menor velocidad de disolución del recubrimiento cerámico, lo cual es importante para mantener al sustrato metálico protegido [35-37]. Además de que los grupos fosfato del PBS ayudan a mantener el pH de la solución estable (pH 7.4, equivalente al pH del plasma sanguíneo), es posible renovar el medio con cierta frecuencia, tratando de crear un sistema más dinámico que el simulado con SBF, pues su práctica comercialización en tabletas permite una fácil preparación de la solución, ya que de manera estandarizada se obtiene una concentración de 0.01M al diluir una tableta de PBS en 200 mL de agua desionizada [38-39].

2.4 PROCESO SOL-GEL

A principios de los 90, se propuso el proceso sol-gel para la síntesis de vidrios bioactivos, el cual utiliza temperaturas mucho más bajas que otros métodos y permite obtener biovidrios de mayor pureza y homogeneidad, expandir el rango de composiciones bioactivas, disminuir costos y mejorar las propiedades de la superficie, en cuanto a textura y porosidad [40]. El sol-gel es una técnica por medio de la cual se prepara una suspensión estable de partículas coloidales en un medio líquido, denominado sol, que eventualmente forma un gel o red tridimensional porosa compuesta por interconexiones de partículas sólidas dentro de la fase líquida continua, proceso en el cual ocurren reacciones de hidrólisis y policondensación [41].

2.5 TÉCNICA *DIP-COATING*

Una de las mayores ventajas que presenta el proceso de síntesis sol-gel es que permite obtener recubrimientos cerámicos mediante técnicas sencillas y económicas tales como la denominada “*dip-coating*”, la cual se basa principalmente en la deposición de una capa de material sobre un sustrato, mediante la inmersión y extracción en un sol a una velocidad controlada, dejando un revestimiento líquido continuo sobre la superficie del sustrato que posteriormente recibe un tratamiento térmico de sinterización para lograr que las partículas se adhieran y formen una estructura más compacta [42].

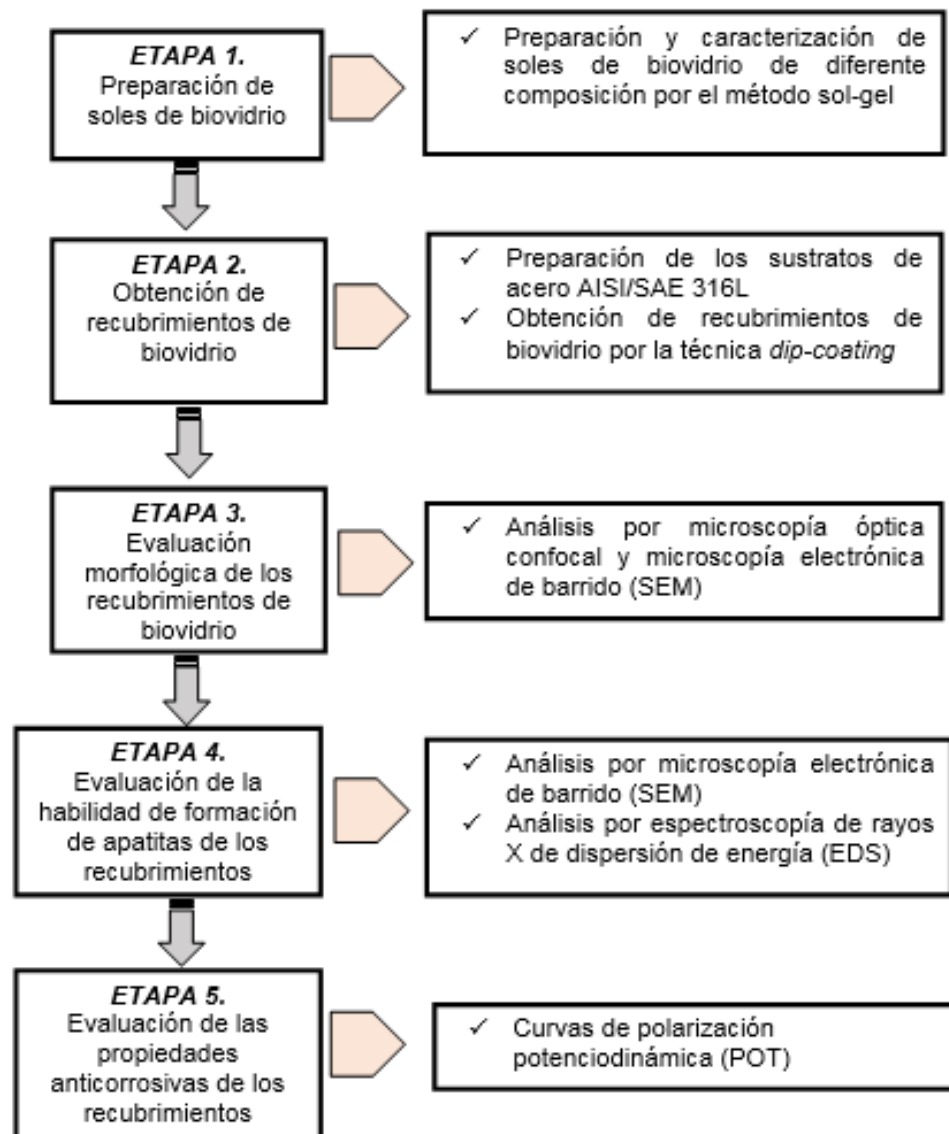
2.6 POLARIZACIÓN POTENCIODINÁMICA

Es una técnica electroquímica que se basa principalmente en la realización de un barrido de potencial catódico y anódico con respecto al potencial de circuito abierto estabilizado (OCP), que permite encontrar las pendientes de Tafel, el potencial de corrosión (E_{corr}), la densidad de corriente (i_{corr}) y la resistencia a la polarización (R_p), todos ellos parámetros electroquímicos necesarios para determinar la velocidad de corrosión de un material y evaluar así la viabilidad de ser implantado dentro de un sistema biológico [43].

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En la Figura 1 se muestra el procedimiento experimental que se llevó a cabo en 5 etapas principales para la realización del presente trabajo.

Figura 1. Procedimiento experimental.



3.1 SÍNTESIS DE SOLES Y POLVOS DE BIOVIDRIO

En esta primera etapa se sintetizaron soles de biovidrio a partir de trietil fosfato, tetraetil ortosilicato y nitrato de calcio tetrahidratado, para las siguientes tres composiciones:

Biovidrio 1 (**45% SiO₂**): 45% SiO₂, 50% CaO y 5% de P₂O₅,

Biovidrio 2 (**55% SiO₂**): 55% SiO₂, 40% CaO y 5% de P₂O₅ y

Biovidrio 3 (**65% SiO₂**): 65% SiO₂, 30% CaO y 5% de P₂O₅.

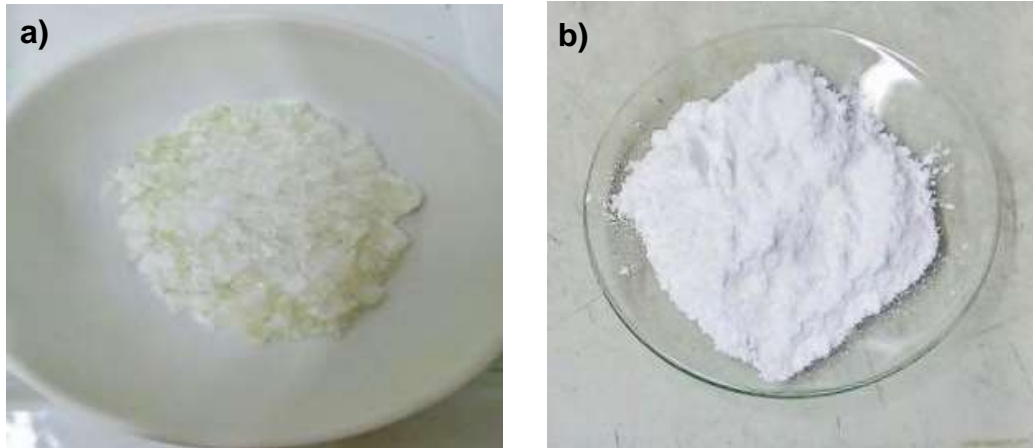
Cada una de las anteriores composiciones de biovidrio han sido reconocidas por su alto carácter bioactivo [44-46]. Los reactivos y los equipos utilizados se describen en los Anexos A y B.

3.1.1 Preparación de soles estables de biovidrio. En primer lugar, se encontraron las condiciones apropiadas para obtener soles estables de biovidrio. Para esto, los diferentes soles fueron evaluados visualmente con el fin de confirmar una apariencia homogénea y ausencia de precipitados. El procedimiento completo por el cual se preparó cada uno de los soles se describe detalladamente en el Anexo C.

3.1.2 Obtención y caracterización química de polvos de biovidrio. Teniendo en cuenta las dificultades asociadas a la caracterización química de los recubrimientos (soles), se decidió obtener polvos cerámicos a partir de los soles para analizar su composición química a través de la técnica de fluorescencia de rayos x (FRX) mediante el método QUANT-EXPRESS en el rango de Sodio (Na) a Uranio (U), con un espectrómetro secuencial de longitud de onda dispersiva de 4 KW, BRUKER S8 TIGER. Para este fin, los soles fueron gelificados a 60 °C en baño María por 12 horas, seguido por secado en una estufa a 90 °C durante 24 horas. Finalmente, los xerogeles obtenidos (*ver Figura 2a*) fueron calcinados a

700°C en un horno usando una rampa de calentamiento de 5 °C/min y 1 hora de sostenimiento. Una vez enfriados, los biovidrios se maceraron en un mortero de porcelana hasta obtener partículas pasantes de la malla ASTM #270, cuyo tamaño de partícula corresponde a un valor menor a 53µm [47] (ver Figura 2b).

Figura 2. Obtención de a) Xerogel y b) Polvo de biovidrio.



3.1.3 Curvas de gelificación. Las curvas de gelificación de los soles de biovidrio se obtuvieron con el objetivo de seleccionar dos valores de viscosidad diferentes para la fabricación de los recubrimientos. Utilizando un viscosímetro rotativo BROOKFIELD DV-II+PRO, se tomaron medidas de viscosidad a diferentes tiempos de envejecimiento (entre 0 y 7 horas, a 60 °C), tomando como punto 0 la finalización de la preparación del sol, es decir, justo después de la dilución y agitación del sol por 12 horas a temperatura ambiente, de acuerdo con la metodología propuesta (ver Anexo C).

Con base en esta información, se establecieron las viscosidades a utilizar en la etapa de conformación de películas de biovidrio sobre sustratos de acero inoxidable AISI/SAE 316L.

3.2 OBTENCIÓN DE RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO

Esta segunda etapa comprendió el establecimiento de una metodología reproducible para obtener recubrimientos sobre sustratos de acero inoxidable AISI/SAE 316L a partir de los soles de biovidrio preparados en la etapa anterior, usando la técnica de inmersión- extracción denominada “*dip-coating*” (ver Anexos D y E).

3.2.1 Preparación de los sustratos de acero inoxidable AISI/SAE 316L. Los sustratos de acero inoxidable AISI/SAE 316L (dimensiones: 20 mm x 20 mm x 1 mm), fueron preparados mediante desbaste mecánico con papel abrasivo de carburo de silicio, siguiendo la secuencia de granulometría decreciente 240, 400, 600 y utilizando etanol como líquido lubricante. Lo anterior con el propósito de aumentar la rugosidad superficial y de favorecer la adherencia del recubrimiento al sustrato. Seguidamente, los sustratos se limpiaron en un baño de ultrasonido sumergiendo las probetas en alcohol a una frecuencia de 10 Hertz durante 15 minutos. Terminado este tiempo, las muestras fueron secadas rápidamente con flujo de aire caliente para evitar una posible oxidación con el medio.

3.2.2 Obtención de recubrimientos de biovidrio por la técnica *dip-coating*. Utilizando los soles previamente preparados, recubrimientos cerámicos fueron depositados mediante la técnica *dip-coating* con una velocidad de inmersión-extracción de 6 cm/min, 12 horas de secado a temperatura ambiente y posterior calcinación a 700 °C usando una rampa de calentamiento de 3 °C/min con 1 hora de sostenimiento.

3.3 EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO

Las propiedades superficiales de los recubrimientos obtenidos fueron caracterizadas con el fin de evaluar no sólo la reproducibilidad de la técnica empleada para recubrir los sustratos metálicos, sino también para estudiar el efecto de la composición y la viscosidad del sol en la homogeneidad de los recubrimientos resultantes.

Utilizando el microscopio óptico confocal HIROX KH7700 (*ver Anexo F*), se tomaron fotografías de alta resolución, con el propósito de analizar el aspecto de los recubrimientos obtenidos y posteriormente micrografías con magnificación de 280X sobre los defectos encontrados. A partir de las micrografías tomadas se obtuvieron las reconstrucciones tridimensionales de las superficies y se tomaron aleatoriamente tres medidas de rugosidad para obtener un valor promedio en cada una de las probetas. Posteriormente se utilizó la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM) para corroborar la morfología de los recubrimientos, por medio de electrones retrodispersados a 20kV en un microscopio QUANTA FEG 650 (*ver Anexo G*). Con base en la información obtenida de estos análisis, se seleccionaron los recubrimientos con mejor apariencia física para continuar con la siguiente etapa de la investigación.

3.4 EVALUACIÓN DE LA HABILIDAD DE FORMACIÓN DE APATITAS

En el caso de los biovidrios bioactivos, un intercambio iónico entre la superficie del biovidrio y los fluidos corporales conduce a la formación de una capa de fosfato de calcio amorfo, la cual posteriormente cristaliza con una estructura tipo apatita, constituyente de la fase mineral del hueso nativo [48]. Esta habilidad de precipitación de apatitas favorece finalmente la integración del material implantado con el tejido alrededor del implante. Con el propósito de evaluar la capacidad de

los recubrimientos de biovidrio de formar apatitas sobre su superficie, los sustratos de acero con y sin recubrimiento fueron sumergidos en 20 mL de PBS (Phosphate buffered saline, suplementado con antibióticos) a 37 °C durante 15 días, reemplazando con PBS fresco cada 2-3 días para simular el proceso de intercambio de fluidos/circulación que ocurre naturalmente en los tejidos del cuerpo, además de evitar contaminación bacteriana. Después de estos 15 días, las muestras fueron lavadas con agua desionizada y secadas para su posterior análisis mediante las técnicas de microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de rayos x por dispersión de energía (EDS).

El PBS fue seleccionado como solución fisiológica para los ensayos dado que ha sido ampliamente utilizado como sustituto del fluido corporal simulado (SBF) [49-51], ya que a diferencia del SBF es mucho más estable y presenta un comportamiento isotónico, es decir, su osmolaridad coincide con la del cuerpo humano. Estudios previos han mostrado que, tras varios periodos de inmersión en ambos fluidos (SBF y PBS), las concentraciones de iones liberados en SBF fueron muy variables y altas en comparación con las del PBS lo cual acelera la precipitación de fosfatos de calcio, pero no recrea un sistema biológico de manera ideal [52-54]. En la Tabla 1 se presentan las concentraciones iónicas del SBF y PBS comparadas con las del plasma humano (PH).

Tabla 1. Concentraciones iónicas en mmol/L del SBF, PBS y PH.

Solución	Na ⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	HPO ₄ ⁻	SO ₄ ²⁻	pH
PH	142	5	1.5	2.5	103	27	1	0.5	7.4
SBF	142	5	1.5	2.5	147.8	4.2	1	0.5	7.25
PBS	156.2	4.5	-	-	100.9	-	1.5	-	7.4

Fuente: Kushitany, H.; Sakka S.; Kitsugi, T.; Yamamuro, T. Journal of Biomedical Materials. 24, 721. 1990.

3.5 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES ANTICORROSIVAS DE LOS RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO

Esta etapa final consistió en evaluar el carácter protector de los recubrimientos de biovidrio frente a la transferencia de carga y así mismo a la corrosión por efecto de su exposición al PBS. Los sustratos metálicos de acero inoxidable AISI/SAE 316L con y sin recubrimiento fueron caracterizados electroquímicamente antes y después de su inmersión en PBS, utilizando la técnica de polarización potenciodinámica bajo las condiciones mostradas en la Tabla 2, con el fin de obtener los parámetros electroquímicos necesarios para el respectivo análisis de cada sistema, tales como resistencia a la polarización, velocidad de corrosión y densidad de corriente de corrosión, teniendo en cuenta las ecuaciones establecidas en las normas ASTM 102-89 [55].

Las pruebas fueron realizadas en un potenciostato GAMRY 600 (*ver Anexo H*), usando una celda típica de tres electrodos, la cual constó de un electrodo de referencia de Ag/AgCl, los sustratos recubiertos como electrodos de trabajo, un contraelectrodo de grafito de alta pureza y como electrolito el PBS a 37°C (pH = 7.4) (*ver anexo I*).

Tabla 2. Condiciones experimentales para la caracterización electroquímica de los recubrimientos obtenidos.

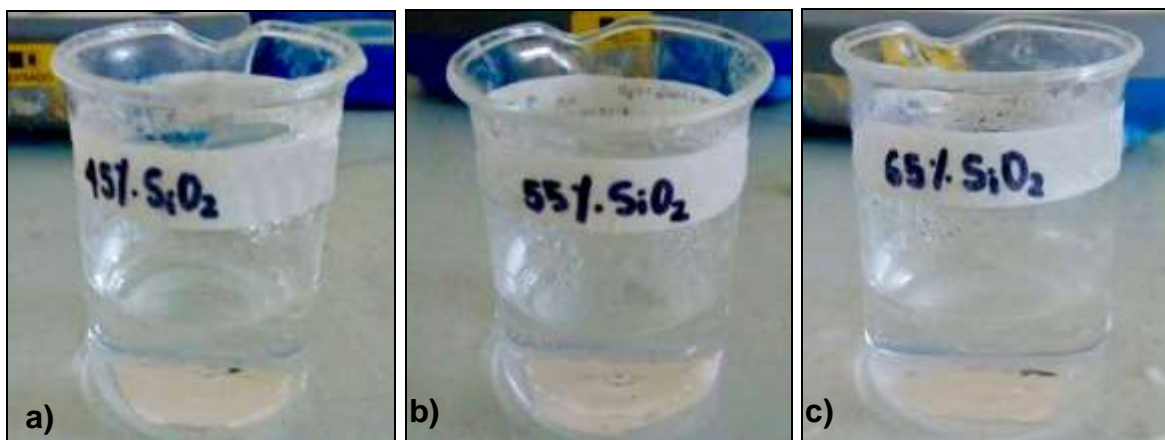
Condiciones experimentales	Polarización potenciodinámica
Rango del barrido de Potencial	-0.5 a 1.2 V
Velocidad de barrido	0.5 mV/s
Área de trabajo	1.23 m ²

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS SOLES Y POLVOS DE BIOVIDRIO

4.1.1 Caracterización física de los soles de biovidrio. A partir de las composiciones propuestas en el apartado metodológico, se prepararon los soles de biovidrio, los cuales fueron homogéneos, estables, sin precipitados y traslúcidos (ver Figura 3). La estabilidad de los soles fue evaluada durante cinco días a temperatura ambiente sin notar alteraciones en su homogeneidad y transparencia.

Figura 3. Soles de biovidrio: a) 45%SiO₂, b) 55%SiO₂ y c) 65%SiO₂.



4.1.2 Caracterización química de los polvos de biovidrio. Polvos de cada uno de los tipos de biovidrio fueron obtenidos por calcinación de sus respectivos xerogeles a 700 °C, tal como se describió anteriormente (ver Anexo C). Los polvos fueron nombrados según su composición teórica como:

45% SiO₂: 45% SiO₂, 50% CaO y 5% P₂O₅

55% SiO₂: 55% SiO₂, 40% CaO y 5% P₂O₅

65% SiO₂: 65% SiO₂, 30% CaO y 5% P₂O₅

Los resultados de la caracterización química por FRX se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3. Caracterización química por FRX de los polvos de biovidrio.

Elementos	Óxidos	Concentración (% molar)		
		45% SiO ₂	55% SiO ₂	65% SiO ₂
Si	SiO ₂	42.75%	52.91%	62.44%
Ca	CaO	50.12%	40.04%	29.75%
P	P ₂ O ₅	6.97%	6.94%	7.67%
Mg	MgO	0.08%	0.05%	0.08%
Al	Al ₂ O ₃	0.05%	0.05%	0.05%
Fe	Fe ₂ O ₃	0.03%	0.00%	0.00%
Cl	-	0.03%	0.01%	0.01%

Fuente: Laboratorio de Rayos X, Universidad Industrial de Santander, sede Guatiguará.

De acuerdo con estos resultados, además de los tres componentes principales (SiO₂, CaO y P₂O₅), fueron hallados elementos como el Cl, Fe, Al y Mg en concentraciones muy bajas que no son representativas en las muestras. Por otro lado, es evidente que existe un porcentaje de error entre la composición teórica propuesta y la composición experimental obtenida. Sin embargo, este error no supera el 5% y por lo tanto dichas composiciones fueron consideradas aceptables para los recubrimientos a fabricar en las etapas posteriores.

4.1.3 Curvas de gelificación. En la Tabla 4 se presentan los resultados de las medidas de viscosidad tomadas a diferentes tiempos de envejecimiento de los soles, tal como se mencionó en el apartado 3.1.3.

Tabla 4. Variación de la viscosidad de los soles con el tiempo de envejecimiento.

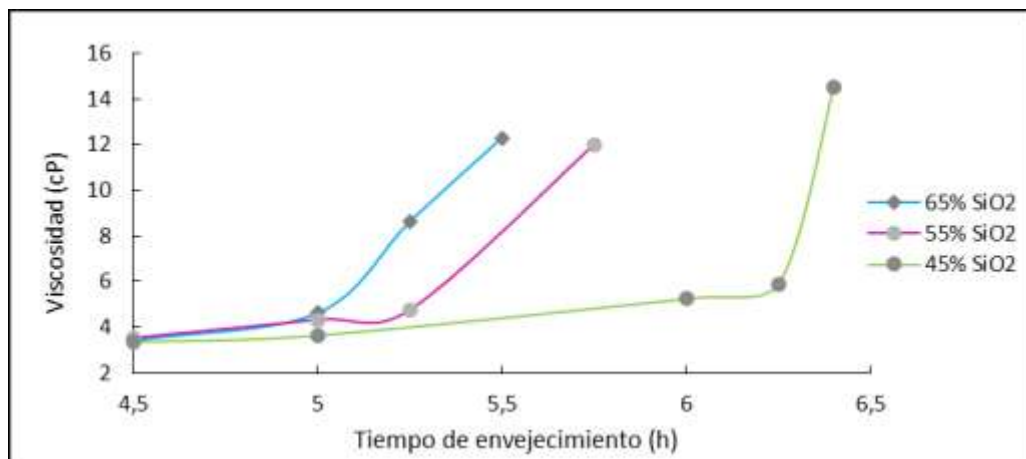
Soles de biovidrio	Viscosidad (cP)							
	0 h	3 h	4.5 h	5 h	5.5 h	5.75 h	6 h	6.5 h
1. 45%SiO ₂	2.80	3.03	3.35	3.64	4.45	4.85	5.25	14.52
2. 55%SiO ₂	2.88	2.99	3.54	4.33	5.33	12.01	-	-
3. 65%SiO ₂	2.96	3.11	3.42	4.62	12.3	-	-	-

Los resultados anteriores se muestran gráficamente en la Figura 4. Como se puede observar, los tres soles presentaron viscosidades similares durante las 5

primeras horas de envejecimiento a 60 °C en baño María. Sin embargo, los tiempos de gelificación fueron de 5 h 45 min, 6 h y 6 h 45 min para los soles de 65% SiO₂, 55% SiO₂ y 45% SiO₂, respectivamente. En dichos puntos se completó el proceso de policondensación del sol, el cual pasó del estado líquido a un estado semisólido instantáneamente y no fue posible determinar el cambio de viscosidad.

Entre las partículas del sol se desarrollan enlaces que conducen a la formación de un enrejado tridimensional, a mayor contenido de sílice se presenta un mayor número de enlaces, lo cual aumenta de manera más rápida la viscosidad del sol y por lo tanto la velocidad de hidrólisis y polimerización [56-58].

Figura 4. Viscosidad de los soles versus Tiempo de envejecimiento.



A partir de las curvas de gelificación de los soles de biovidrio se seleccionaron dos niveles de viscosidad para fabricar los recubrimientos de biovidrio sobre los sustratos de acero: medio (5 cP) y alto (10 cP). Dado que a viscosidades muy bajas se obtienen películas muy delgadas, con poca adherencia y altas velocidades de disolución [59], los valores de viscosidad seleccionados se encuentran dentro del rango de viscosidades estudiadas previamente, las cuales permitieron la obtención de recubrimientos con características morfológicas

apropiadas [60-62]. Por lo tanto, las condiciones de preparación de los recubrimientos fueron establecidas como se muestra en la Tabla 5.

Tabla 5. Tiempos de envejecimiento para la obtención de soles con viscosidades de 5 y 10 cP.

Viscosidades seleccionadas(cP)	Tiempos de envejecimiento (h)		
	45% SiO ₂	55% SiO ₂	65% SiO ₂
5	5h y 51 min	5h y 16 min	5h y 1 min
10	6h y 19 min	5h y 36 min	5h y 20 min

4.2 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE LOS RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIO OBTENIDOS

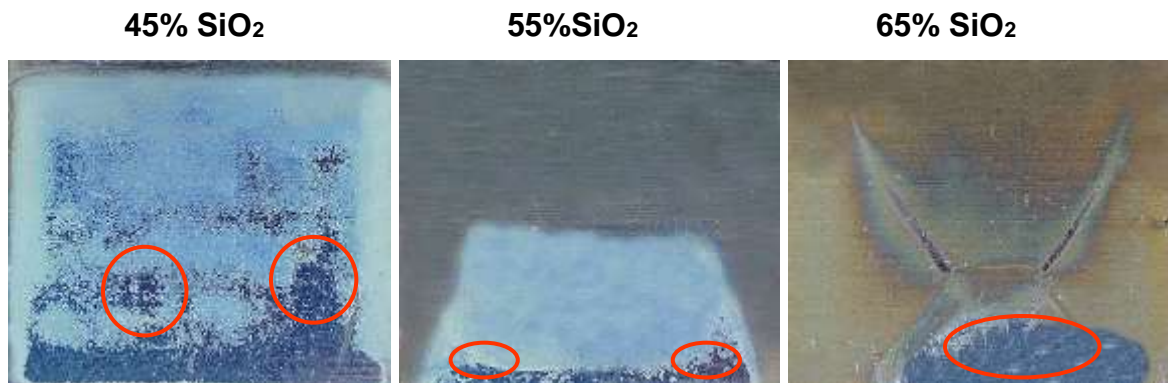
La Figura 5 presenta fotografías de los recubrimientos depositados sobre acero inoxidable AISI/SAE 316L y sinterizados a 700°C, obtenidos a partir de los soles con viscosidades de 5 y 10 cP. Notablemente, los recubrimientos obtenidos con soles de 5 cP de viscosidad parecieron más homogéneos que los obtenidos con soles de 10 cP, ya que éstos últimos presentaron grietas y zonas con desprendimiento total, defectos que se atribuyen a las contracciones internas generadas por el mayor tiempo de envejecimiento del sol, el cual está relacionado con la eliminación brusca de los solventes durante el proceso de policondensación [63] (ver Tabla 5).

Figura 5. Fotografías de los recubrimientos de biovidrio para las viscosidades establecidas: a) Viscosidad de 5 cP y b) Viscosidad de 10 cP.

A) Viscosidad 5 cP



B) Viscosidad de 10 cP



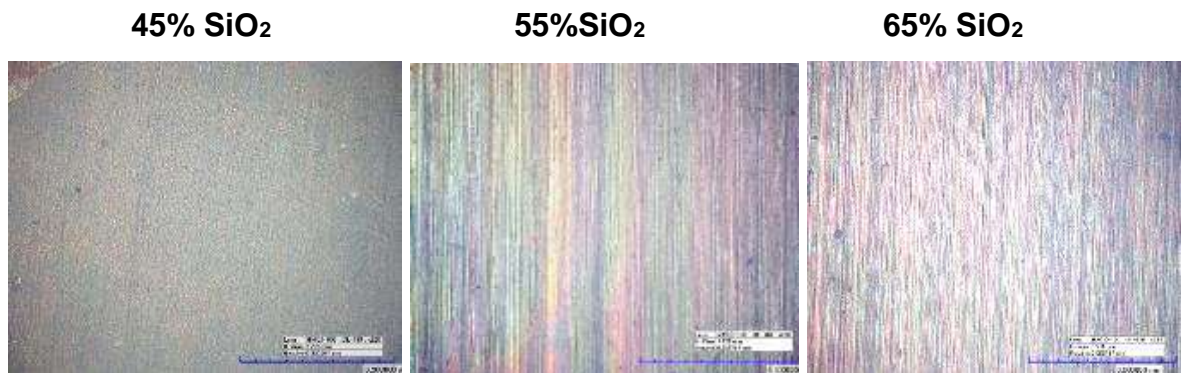
Fuente: Grupo de investigación GIMAT, Universidad Industrial de Santander.

En la Figura 6 se presentan microfotografías de los recubrimientos de biovidrio, las cuales permitieron corroborar que las películas obtenidas con viscosidad de 5 cP son densas, y no presentan ni agrietamientos ni deslaminación, mientras que las películas obtenidas con soles de viscosidad de 10 cP revelan el agrietamiento en detalle y claramente el desprendimiento de ciertas zonas. El aumento de la viscosidad genera este tipo de defectos al disminuir el número de hidroxilos del

sol, que son eliminados por condensación en el calentamiento, aumentando la energía libre y disminuyendo su estabilidad [64].

Figura 6. Micrografías de los recubrimientos de biovidrio con magnificación de 280X para las viscosidades establecidas: a) 5 cP y b) 10 cP.

A) Viscosidad de 5 cP



B) Viscosidad de 10 cP



Fuente: Grupo de investigación GIMAT, Universidad Industrial de Santander.

En el Anexo J, se muestran las reconstrucciones topográficas tridimensionales de las imágenes obtenidas por microscopía confocal de la Figura 6. Allí se puede observar que se presenta un incremento en los perfiles de rugosidad a medida en que aumenta el contenido de sílice en la composición y así mismo al aumentar la viscosidad, resultados que se resumen en la Tabla 6. Gracias al estudio de esta variable se ha publicado que incluso con diferencias sutiles de rugosidad

superficial se pueden inducir respuestas celulares distintas, en cuanto a condrocitos y osteoblastos cultivados sobre ciertos vidrios bioactivos [65]. De hecho, se ha detectado que en una morfología más plana hay una mayor capacidad de adhesión celular de los materiales [66].

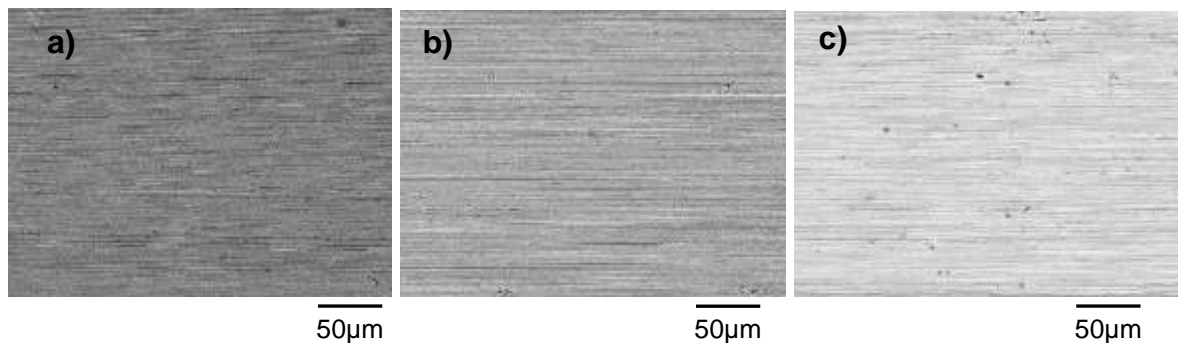
Tabla 6. Rugosidades promedio para cada recubrimiento.

Viscosidades	Rugosidad (μm)		
	45% SiO_2	55% SiO_2	65% SiO_2
5 cP	2.582	3.265	4.053
10 cP	5.299	6.126	8.603

Fuente: Grupo de investigación GIMAT, Universidad Industrial de Santander.

En adición a los resultados por microscopía confocal se analizaron por microscopia electrónica de barrido (SEM) aquellos recubrimientos que presentaron una mejor apariencia, como se puede ver en la Figura 7. El hecho de que las líneas de desbaste no sean muy evidentes indica que las tres películas presentan una capa densa y continua de biovidrio tal como se concluyó anteriormente. Sin embargo, a mayor contenido de SiO_2 el recubrimiento presenta un aumento de la porosidad y la cantidad de microgrietas, efecto que se atribuye al menor espesor de las películas, lo cual se infiere por la opacidad que disminuye considerablemente tanto en las micrografías SEM como en las micrografías confocal y que dejan ver con mayor claridad el rayado del desbaste.

Figura 7. Micrografías SEM a 1000X, a) 45% SiO_2 , b) 55% SiO_2 y c) 65% SiO_2 .



Fuente: Laboratorio de Microscopía, Universidad Industrial de Santander, sede Guatiguará.

Con base en los anteriores resultados, se seleccionaron los recubrimientos con viscosidad de 5 cP, para continuar con la siguiente etapa de la investigación.

4.3 CARACTERIZACIÓN DE LA HABILIDAD DE FORMACIÓN DE APATITAS

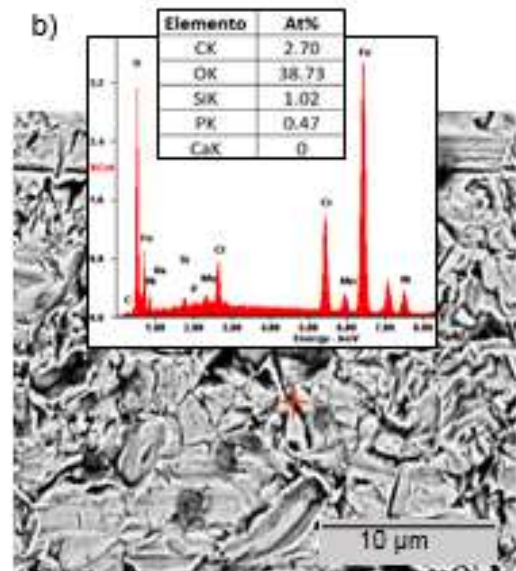
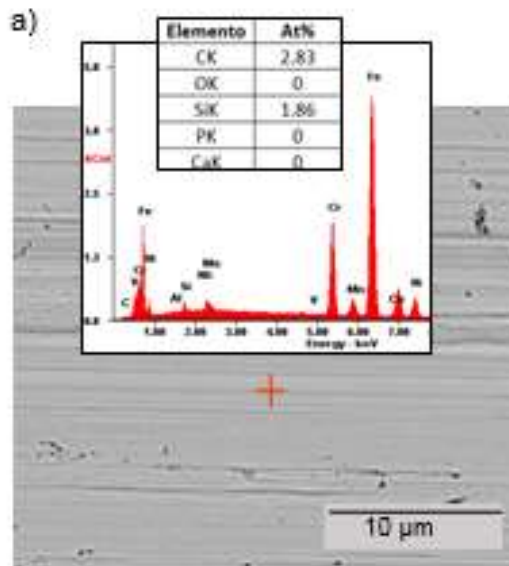
En la Figura 8 se presentan micrografías SEM (magnificación 5000X) con sus respectivos espectros EDS correspondientes a los recubrimientos estudiados antes y después de 15 días de inmersión en solución fisiológica salina fosfatada (PBS). Dichas micrografías evidencian que, después de 15 días de inmersión en PBS, los recubrimientos con 45 y 55% SiO₂ seguían presentando el rayado producido por la preparación metalográfica del acero, lo cual indicó la ausencia de la precipitación de fosfatos de calcio, además de la no disolución completa del recubrimiento puesto que no se evidencian signos de oxidación en comparación con la muestra de acero desnudo en la cual aumenta la cantidad de oxígeno sobre la superficie después de la inmersión en PBS.

De manera similar al acero desnudo, el recubrimiento con 65% SiO₂ después de 15 días se disolvió significativamente, lo cual se vio reflejado en la oxidación de la superficie de la muestra, como se evidencia en la Figura 6b). Este fenómeno es atribuible al mayor contenido de sílice en esta formulación, el cual se ha correlacionado con una mayor reactividad y por ende una mayor actividad iónica [67-68]. Finalmente se establece que los recubrimientos evaluados no presentan comportamiento alguno de formación de apatitas en la solución salina fosfatada, este comportamiento puede verse directamente relacionado con el tiempo en el cual permanecieron las muestras dentro de la solución y la cantidad de capas de gel que se depositaron sobre el sustrato, es decir que con una sola capa del recubrimiento y con los tiempos establecidos en este proyecto solo se logró identificar la característica principal de un recubrimiento anticorrosivo, pues las composiciones de 45% y 55% SiO₂ actuaron como una barrera uniforme y adherente ante la corrosión del acero dentro del medio evaluado, lo cual podría

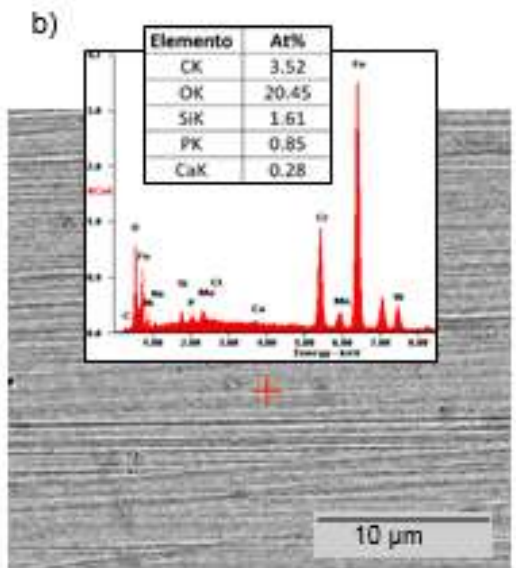
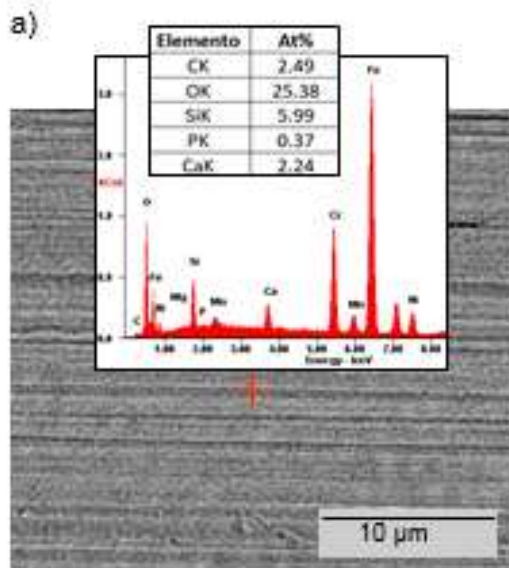
constituir la primera fase de un proceso en el cual se pueda evidenciar formación de apatitas al dejar interactuar el sistema por más tiempo y con una mayor cantidad de capas de recubrimiento para el caso de 65%SiO₂.

Figura 8. Micrografías SEM a 5000X del acero desnudo y de los recubrimientos de biovidrio para los tiempos de inmersión de a) 0 días y b) 15 días en PBS.

Acero desnudo:

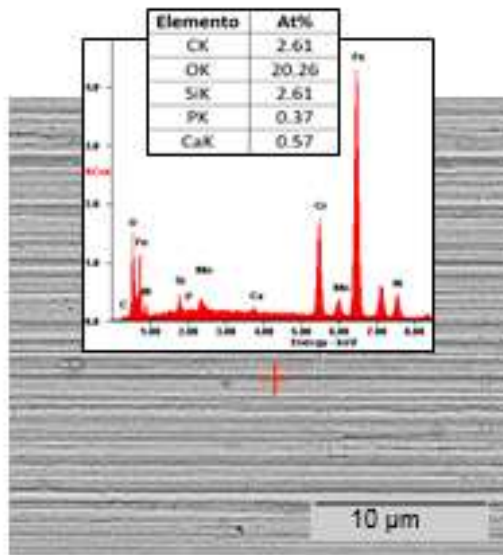


45% SiO₂:

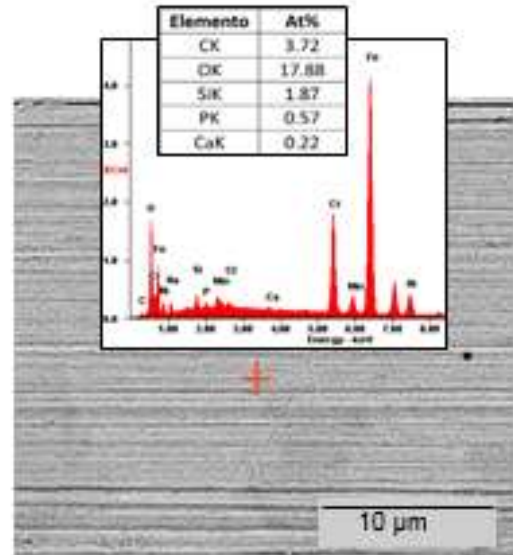


55% SiO₂:

a)

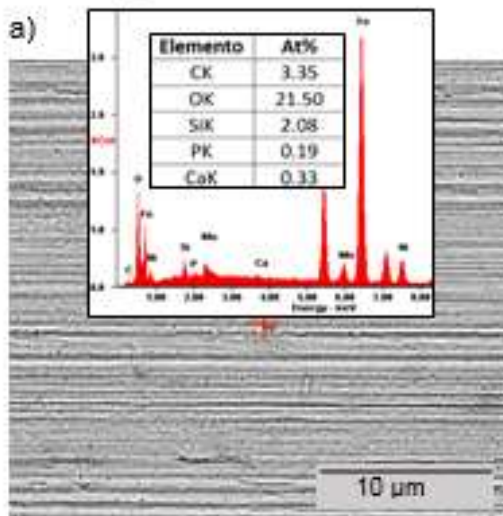


b)

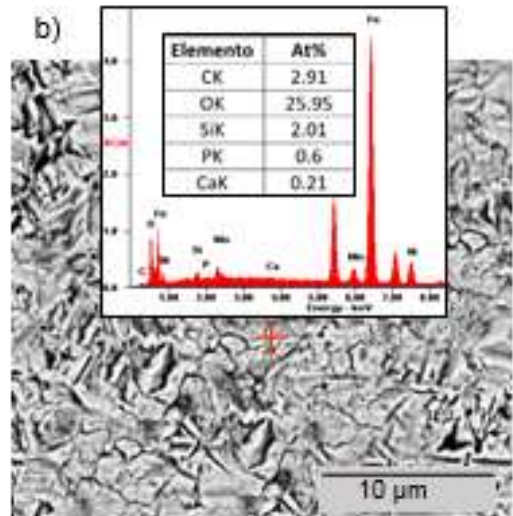


65% SiO₂:

a)



b)



Fuente: Laboratorio de Microscopía, Universidad Industrial de Santander, sede Guatiguará.

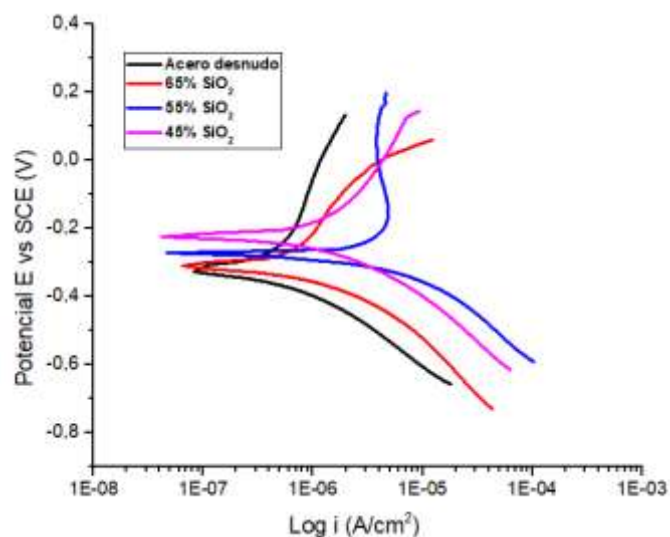
Aunque los resultados obtenidos de los espectros EDS sólo constituyen información semicuantitativa, funcionan para analizar la posible tendencia de los

cambios composicionales en cada caso, incluyendo al acero desnudo. De tal manera que la disminución y el aumento en la composición dan una orientación cualitativa de las capas más superficiales del sustrato y permiten relacionarla con el fenómeno de disolución del recubrimiento en PBS. Se logró observar una disminución notable de la intensidad para los picos de Si y Ca entre los 0 y 15 días de inmersión para todos los recubrimientos, caso contrario a la intensidad del P que se ve incrementada con la inmersión en PBS incluso hasta para el acero desnudo, lo cual nos indica una posible disolución parcial de los recubrimientos y la precipitación del fósforo proveniente de la solución.

4.4 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DE LOS RECUBRIMIENTOS

En la Figura 9, se presentan las curvas de polarización potenciodinámica que se obtuvieron para los recubrimientos de biovidrio antes de su inmersión de 15 días en PBS es decir, su inmersión inicial. A partir de ellas, se obtuvieron los parámetros electroquímicos que se resumen en la Tabla 7.

Figura 9. Curvas de polarización potenciodinámica para los recubrimientos de biovidrio en inmersión inicial de PBS.



Fuente: Grupo de investigación GIMAT, Universidad Industrial de Santander.

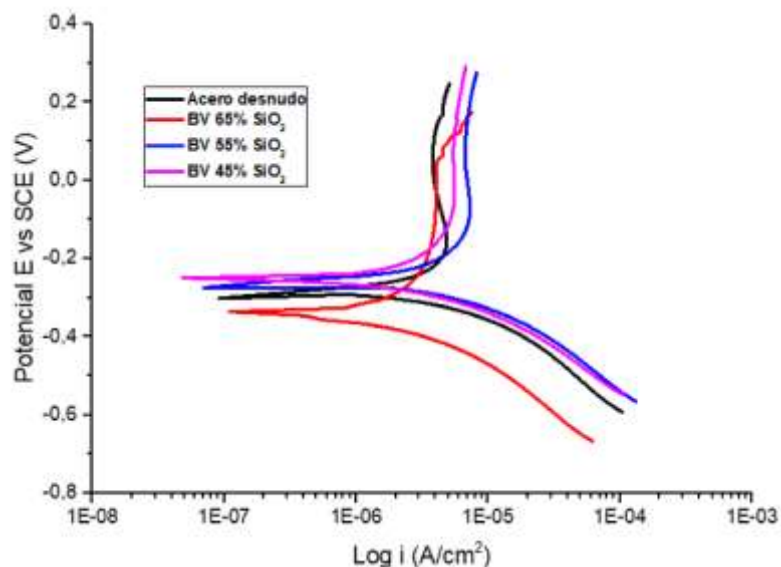
Tabla 7. Parámetros electroquímicos para cada recubrimiento en inmersión inicial de PBS.

Parámetro	45%SiO ₂	55% SiO ₂	65%SiO ₂	Acero desnudo
E _{corr} (V)	-0.2151	-0.2621	-0.2898	-0.2981
i _{corr} (μA/cm ²)	1.034	1.246	1.636	1.735
V _{corr} (mpy)	0.4269	0.5145	0.7164	0.7360

Los resultados obtenidos de la inmersión inicial en PBS señalan que los tres recubrimientos presentan una velocidad de corrosión menor a la que presenta el acero desnudo lo cual es sinónimo del carácter protector que ejercen los recubrimientos ante la disolución del metal.

Las curvas de polarización potenciodinámica después de la inmersión de 15 días en PBS para los sustratos con y sin recubrimiento se presentan en la Figura 10 y los parámetros electroquímicos en la Tabla 8.

Figura 10. Curvas de polarización potenciodinámica para los recubrimientos de biovidrio después de 15 días de inmersión en PBS.



Fuente: Grupo de investigación GIMAT, Universidad Industrial de Santander.

Tabla 8. Parámetros electroquímicos para cada recubrimiento después de la inmersión de 15 días en PBS.

Parámetro	45%SiO ₂	55%SiO ₂	65%SiO ₂	Acero desnudo
E_{corr} (V)	-0.2449	-0.2799	-0.3862	-0.3021
i_{corr} (μA/cm²)	1.096	1.545	2.317	1.949
V_{corr} (mpy)	0.4529	0.6370	0.9567	0.8048

Los resultados permiten deducir que de los tres recubrimientos objetos de esta investigación, la película de biovidrio con 45% SiO₂ presentó la menor velocidad de degradación en el PBS, lo cual implica mayor tiempo de vida útil del sustrato, en este caso, acero inoxidable AISI/SAE 316L, debido a la acción de dicha capa protectora la cual aísla el acero de la solución oxidante.

Así mismo, se encontró que para la composición del 65% SiO₂, la cual sufre la mayor velocidad de degradación, ocurre la disolución total de la película durante los 15 días de inmersión quedando el sustrato desprotegido y expuesto a la acción corrosiva del PBS.

5. CONCLUSIONES

A partir de la metodología implementada fue posible sintetizar soles estables y recubrimientos homogéneos sobre sustratos de acero inoxidable AISI/SAE 316L con tres composiciones diferentes de biovidrio en el sistema ternario SiO_2 - CaO - P_2O_5 .

Del estudio morfológico realizado a los recubrimientos de biovidrio se encontró que éstos presentaron mejores características superficiales de rugosidad, homogeneidad y estabilidad física cuando fueron fabricados a partir de soles con viscosidad de 5 cP.

A pesar de que en esta investigación los recubrimientos no formaron apatitas al ser expuestos al PBS, se evidenció que con una sola capa de recubrimiento las muestras cuyas composiciones fueron 45 y 55% SiO_2 presentaron un carácter protector después de 15 días de inmersión, mientras que con 65% SiO_2 se disolvió totalmente el recubrimiento dejando al sustrato desprotegido y expuesto a la corrosión.

El estudio electroquímico de las películas de biovidrio evaluadas permitió concluir que el recubrimiento con mejor carácter protector para el acero AISI/SAE 316L es el de 45% de sílice ya que este presentó la menor velocidad de degradación al ser expuesto a la solución de PBS.

6. RECOMENDACIONES

Para futuras investigaciones, se recomienda idear un sistema más dinámico con PBS, que se autorenewe constantemente y pueda mantener la temperatura ideal, para así evitar los cambios artificiales de medio y simular unas mejores condiciones del sistema biológico natural.

Realizar un estudio donde se varíe el número de capas de biovidrio que se depositen sobre el sustrato, evaluando su efecto en las mismas propiedades morfológicas, anticorrosivas y de formación de apatitas.

Realizar un estudio en el cual se evalúe la adherencia de los soles de biovidrio en los sustratos y el efecto que tiene la composición sobre esta característica.

Realizar un estudio de formación de apatitas *in vitro* en PBS, utilizando un rango de tiempos de inmersión más amplio.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] REGÍ, M. Biomateriales para sustitución y reparación de tejidos. Departamento de Química Inorgánica y Bioinorgánica. Facultad de Farmacia. Universidad Complutense. Madrid, 2003.
- [2] SATRE, Robert; SAN ROMAN, Julio; DE AZA, Salvador. Biomateriales. Faenza Editrice: Ibérica, 2004. Cap 3, Vol 1. ISBN: 84-87683-26-6.
- [3] HENCH, Larry; ETHRIDGE, E. Biomaterials: An Interfacial Approach. Academic Press. New York, 1982.
- [4] CAO, W; HENCH, L. Bioactive Materials. Ceramics International, vol. 22, 493-507, 2007.
- [5] FIGUEROA, Y; LOPEZ, G; PALOMO, C; PRIN, J, ALBORNOZ, A. Study of corrosion in femoral implant. Revista Técnica de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Zulia, 2007.
- [6] MENDOZA, E; GARCIA, C. Recubrimientos por sol-gel sobre sustratos de acero inoxidable, revisión del estado del arte. Escuela de Física, Universidad Nacional de Colombia sede Medellín, 2007.
- [7] ECHEVERRY, M; CASTAÑO, J; ROBLEDO, S. ECHEVERRÍA, F. Materiales y técnicas utilizadas en recubrimientos bioactivos para mejorar procesos de osteointegración. Revista Politécnica, 2012. ISSN 1900-2351. 15, 75-87.

- [8] VILADOT, A; PLANELL, J; GIL, F; GINEBRA, M; Lecciones básicas de biomecánica del apartado locomotor. Barcelona: Springer, 2000. Cap 19, Biomateriales. 291-293.
- [9] BARRAGAN, L; ESCALONA, C; HUIZAR, A; MONTES, C; OCHOA, V; REYES, A; VALDÉZ, H; VILLAR, P. Biomateriales. Unid 5, Instituto tecnológico de Tijuana catedrático, 2009.
- [10] CHEVALIER, J; GREMILLARD, L. Ceramics for medical applications: a picture for the next 20 years. Journal of the European Ceramic Society, 2010. vol. 29, 1245-1255.
- [11] LOPEZ, D; ROPERO, N; BALLARRE, J; DURAN, A; APARICIO, M; CERÉ, S; Multilayer Silica-Metacrylate hybrid coatings prepared by sol-gel on stainless steel 316L: electrochemical evaluation. Surface and coatings Technology 202, 2008. 2194-2201.
- [12] LOPEZ, D; DURÁN, A; CERÉ, S. Caracterización superficial de acero inoxidable AISI 316L en contacto con solución fisiológica simulada. Memorias de congreso CONAMET/SAM. Mar del Plata, 2004.
- [13] GURAPPA, I. Development of appropriate thicknes Ceramic coatings on 316L stainless steel forbiomedical applications. Elsevier. Surface and coatings Technology. 2002. 161,70-78.
- [14] HENCH, L; ANDERSSON, Ö. An introduction to bioceramics, World Scientific Publishing. Advanced Series in Ceramics Vol 1: Singapore, 1993. Cap 3, Bioactive Glasses, p 41.

- [15] HENCH, L. Bioceramics. Revista. Americana de Ceramicos. 1998. 8, 1705-1728.
- [16] CHEVALIER, J; GREMILLARD, L. Ceramics for medical applications: a picture for the next 20 years. Journal of the European Ceramic Society, vol. 29, 2009. 1245-1255.
- [17] HENCH, L. The story of bioglass. Science of Materials. 2006. 17, 967–978.
- [18] MARTÍNEZ, S; CALDAS, V; DOS SANTOS, L. GINEBRA, M. Vidrios biomédicos y vitrocerámicas como sustitutos de los tejidos óseos. Revista CENIC Ciencias Químicas, Vol. 46, 2015. 137-147.
- [19] FAIG MARTÍ, J; GIL MUR, F. Los recubrimientos en las prótesis articulares. Revista Española de Cirugía Ortopédica y Traumatología, 52(2). 2008.
- [20] LOTY, C; SAUTIER, J; TAN, M. OBOEUF, M. JALLOT, E; BOULEKBACHE, H; GREENSPAN, D; FOREST, N; Journal of Bone Minerals. 2001. 16 (2), 231.
- [21] ROMERO, F. Obtención de recubrimientos bioactivos. Universidad Jaume I, Master en ciencia, tecnología y aplicaciones de los materiales cerámicos, 2014.
- [22] AGUILAR, H. SERRA, J. GONZÁLES, P. Los vidrios bioactivos en el mundo de los biomateriales. Real Sociedad Española de Química, 2011. 107(3), 237–242.
- [23] PÉREZ, J; BALAS, F. ROMÁN, J. SALINAS, A; VALLET REGÍ, M. Influence of composition and surface characteristics on the in vitro bioactivity of SiO₂–CaO–P₂O₅–MgO sol–gel glasses. Journal Biomedic Materials, 1999. 47,170–175.

[24] KOKUBO, T; TAKADAMA, H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity. Elsevier. Biomaterials 27, 2006. 2907-2915.

[25] BRAVO, O. SIERRA, H. Efecto de la alumina en las propiedades físicas, químicas, electroquímicas y bioactivas de recubrimientos de biovidrio compuesto por 64 SiO₂-31% CaO-5%P₂O₅ soportados sobre acero AISI 316L. Tesis de pregrado, ingeniería metalúrgica. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, 2013.

[26] FALAIZE, S; RADIN, S; DUCHEYNE, P. Journal American of Ceramic Society. 1999. 82, 969.

[27] NI, M.; RATHER, B. Nacrosurface transformation to hidroxyapatite in a phosphate buffer solution. Biomaterials, Vol 24, pp 4323-4331, 2003.

[28] CHANGGANG, W.; LIPING, W.; FANG, X.; JUNHUA, M. Electrochemical noise analysis on the pit corrosion susceptibility of biodegradable AZ31, magnesium alloy in four types of simulated body solutions. Journal of Materials Science and Technology (2)2 106. China, 2018.

[29] VOELCKER, H.; KUMAR, S.; PENG, P.; GRIESSER, H. Nanoscale eluting coatings based on alginated chitosan hydrogels. Biointerphases 2(3), 2007.

[30] KAEWSICHAN, L.; KAEWSICHAN, J.; PROMMAJAN, P. Effects of sintering temperatures on micromorphology, mechanical properties and bioactivity of bone scaffolds containing calcium silicate. Science Asia 37(3), 2011.

[31] HLVAC, J; ROHANOVÁ, D; HELEBRANT, A. The effect of TRIS-buffer on the leaching behavior of bioactive glass–ceramics. Ceram-Silikaty, 1994. 38:119–22.

- [32] ZHOU, Z. YI, Q; LIU, X; LIU, L; LIU, Q. In vitro degradation behaviors of poly-lactide/bioactive glass composite materials in phosphate-buffered solution. *Polym Bull*, 2009. 63:575–86.
- [33] Lu, X.; LENG, Y.; Theoretical analysis of calcium phosphate precipitation in simulated body fluid. *Biomaterial*, Vol 26 pp 1097-1108, 2005.
- [34] VALERIO, P.; PEREIRA, M; GOES, A; LEITER, M. The effect of ionic products from bioactive glass dissolution on osteoblast proliferation and collagen production. *Biomaterials*, 2004. 25; 2941–2948.
- [35] MARQUES, P; MAGALHAES, M; CORREIA, R. *Biomaterials*, 2003. 24, 1541.
- [36] LODISH, H; BERK, A; KAISER, C; KRIEGER, M; SCOTT, M; BRETSCHER, A; PLOEGH, H; MATATSUDARIA, P. *Molecular Cell Biology*. W. H. Freeman; 6th edition, 2007. 51-54.
- [37] FAGERLUND, S; HUPA, L; HUPA, M. Comparison of reactions of bioactive glasses in different aqueous solutions. *Ceram Trans*, 2010. 218:101–13.
- [38] SIGMA-ALDRICH. Phosphate Buffered Saline- tablets. [citado el 25 de mayo de 2018]. Disponible en: <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/p4417?lang=en®ion=CO>.
- [39] PEÓN, E; ESCALANTE, F; MORALES, G; ALONSO y LORENZA, M. Preparación de recubrimientos de hidroxiapatita a partir de precursores de tipo sol-gel. *CENIC*, 2006; 37-51.
- [40] Li R, Clark AE, Hench LL. An investigation of bioactive glass powders by sol-gel processing. *Journal Applications of Biomaterials*. 2,1999. 231–239.

- [41] BABALUO, A; KOKABI, M; MANTEGHIAN, M. Modified model for membrans formed by gel-casting followed by dip-coating. Elsevier. Journal of the European Ceramic Society, 2004. 24: 3779-3787.
- [42] YAÑES, C. Síntesis y caracterización de películas delgadas, mediante la técnica sol-gel. Tesis de maestría, Instituto Politecnico Nacional. Centro de investigación en ciencia aplicada y tecnología avanzada unidad Altamira.
- [43] ZHANG, Q; CHEN, J; FENG, J. Dissolution and mineralization behaviors of HA coatings. Biomaterials, 2003. 24, 4741-4748.
- [44] SARASAM, A; Chitosan-polycaprolactone mixtures as biomaterials- influence of surface morphology on cellular activity. Tesis de Doctorado. Jawaharlal Nehru Technological University. Hydeberad, India, 2001.
- [45] ARSTILA, H; VEDEL, E; HUPA, L; HUPA, M. Factors affecting crystallization of bioactive glasses. Journal European of Ceramics Society, 2007; 27:1543–6.
- [46] LIU, J; MIAO, X. Sol-gel derived bioglass as a coating material for porous alumina scaffolds. Ceramics Internacional, 2004. 30; 1781-1785.
- [47] FATHI, M; DOOSTMOHAMMADI, A. Bioactive glass nanopowder and bioglass coating for biocompatibility improvement of metallic implant. Journal of Materials processing technology, 2009. 209; 1385-1391.
- [48] KOKUBO, T; KUSHITANI, H; SAKKA, S; KITSUGI, T; YAMAMURO, T. Journal of Biomedical Materials, 1990. 24, 721.
- [49] SILVER, I; DEAS, J; SKA, M. Interactions of bioactive glasses with osteoblasts in vitro: efects of 45S5 Bioglasst, and 58S and 77S bioactive glasses on

metabolism, intracellular ion concentrations and cell viability. *Biomaterials*, 2001. 22;175-185.

[50] ANDERSSON, Ö; KANGASNIEMI, I. Calcium phosphate formation at the Surface of bioactive glass in vitro. *Journal of Biomedical Materials Resistance*, 1991; 25:1019–30.

[51] PULEO, D; HOLLERAN, L; DOREMUS, R; BIZIOS, R. Osteoblast responses to orthopedic implant materials in vitro. *Journal of Biomedical Materials Research*, 1991; 25:711–23.

[52] VARILA, L; FAGERLUND, S; LEHTONEN, F; TUOMINEN, J; HUPA, L. Surface reactions of bioactive glasses in buffered Solutions. *Journal of the European Ceramic Society*, 2012. 32; 2757–2763.

[53] NIEVES, O; SALINAS, A; TURNAYA, J; REGÍ, M; LIZARBEA, M. Bioactive sol–gel glasses with and without a hydroxycarbonate apatite layer as substrates for osteoblast cell adhesion and proliferation. *Biomaterials* 24,2003; 3383–3393.

[54] SALINAS, A; REGÍ, M; Barba, I. *Journal of Sol-Gel Science. Technology*. 2001. 21, 13.

[55] NORMA ASTM G102-89 (Reapproved 2010). Standard Practice for Calculation of Corrosion rates and Related Information from Electrochemical Measurements.

[56] ALUJAS, A; PELAEZ, E; QUINTANA, R. Recubrimientos cerámicos bioactivos sobre superficies metálicas en implantes. Actualidad y perspectiva. Centro de Biomateriales, Universidad de la Habana, Centro de Investigaciones de Soldadura (UCLV).

[57] GUPTA, R; KUMAR, A. Bioactive Materials for medical applications using sol-gel technology. *Biomedical Materials*, 2008; 3,15.

[58] HERNÁNDEZ, D. Estudio físicoquímico del biosistema compuesto de Ti6Al4V-Biovidrio/TiO₂-SBF. Tesis de maestría en Ingeniería de Materiales, Universidad Industrial de Santander, Facultad de ingenierías físicoquímicas, 2014.

[59] QUIROGA, S. Estudio de la composición de los recubrimientos mixtos de biovidrio/TiO₂ en sus características bioactivas. Tesis de Pregrado en Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander, Facultad de ingenierías físicoquímicas, 2011.

[60] MORELO, E. Comportamiento electroquímico y bioactivo de la aleación T6Al4V recubierta con quitosano/biovidrio en un ambiente de fluido corporal simulado. Tesis de Pregrado en Ingeniería Metalúrgica, Universidad Industrial de Santander, Facultad de ingenierías físicoquímicas, 2015.

[61] PRADA, O; BRICEÑO, R. Estudio de la bioactividad de recubrimientos de poliprolactona/quitosano/biovidrio y su influencia en el comportamiento electroquímico del acero inoxidable AISI/SAE 316L. Tesis de Pregrado en Ingeniería Metalúrgica, Universidad Industrial de Santander, Facultad de ingenierías físicoquímicas, 2015.

[62] GOMEZ, N. Tesis Doctoral: Recubrimientos mesoporosos y mesoestructurales de TiO₂-anatasa por el método sol-gel para aplicaciones en sistemas fotocatalíticos. Universidad Autónoma de Madrid, 2012.

[63] WRIGHT, D; SOMMERDIJK, M; *Sol-Gel Materials Chemistry and Applications*, Advanced Chemistry Texts Vol. 4, Ed: Gordon and Breach, Science Publishers, Liverpool, 2001.

[64] BOYAN, B; HUMMERT, T; DEAN, D; SCHAWRTZ, Z. *Biomaterials*, 1996. 17, 137.

[65] MARIE, P; LOMRI, A; SABBAGH, A; BAASLE, M. *In vitro Cell Dev. Biol.*, 1989. 25, 373.

[66] REGÍ, M; PÉREZ, J; BARBA, I; SALINAS, A. Compositional variations in the calcium phosphate layer growth on gel glasses soaked in a simulated body fluid. *Chem Mater*, 2000. 12,3770–3775.

[67] REGÍ, M; PÉREZ, J; MARTIN, A; SALINAS, A. Bioactivity of three CaO–P₂O₅–SiO₂ sol-gel glasses. Departamento de Química Inorgánica y orgánica, Facultad de Farmacia, Universidad Complutense de Madrid; Madrid, Spain, 2002. 28040.

[68] STEPHEN, D; CRAMER, S; BERNARD, S. *Handbook Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*. Ed 15, Vol 13A, ASM INTERNATIONAL; NEW YORK, 2003.

BIBLIOGRAFIA

AGUILAR, H. SERRA, J. GONZÁLES, P. Los vidrios bioactivos en el mundo de los biomateriales. Real Sociedad Española de Química, 2011. 107(3), 237–242.

ALUJAS, A; PELAEZ, E; QUINTANA, R. Recubrimientos cerámicos bioactivos sobre superficies metálicas en implantes. Actualidad y perspectiva. Centro de Biomateriales, Universidad de la Habana, Centro de Investigaciones de Soldadura (UCLV).

ANDERSSON, Ö; KANGASNIEMI, I. Calcium phosphate formation at the Surface of bioactive glass in vitro. Journal of Biomedical Materials Resistance, 1991; 25:1019–30.

ARSTILA, H; VEDEL, E; HUPA, L; HUPA, M. Factors affecting crystallization of bioactive glasses. Journal European of Ceramics Society, 2007; 27:1543–6.

BABALUO, A; KOKABI, M; MANTEGHIAN, M. Modified model for membrans formed by gel-casting followed by dip-coating. Elsevier. Journal of the European Ceramic Society, 2004. 24: 3779-3787.

BARRAGAN, L; ESCALONA, C; HUIZAR, A; MONTES, C; OCHOA, V; REYES, A; VALDÉZ, H; VILLAR, P. Biomateriales. Unid 5, Instituto tecnológico de Tijuana catedrático, 2009.

BOYAN, B; HUMMERT, T; DEAN, D; SCHAWRTZ, Z. Biomaterials, 1996. 17, 137.

BRAVO, O. SIERRA, H. Efecto de la alumina en las propiedades físicas, químicas, electroquímicas y bioactivas de recubrimientos de biovidrio compuesto por 64

SiO₂-31% CaO-5%P₂O₅ soportados sobre acero AISI 316L. Tesis de pregrado, ingeniería metalúrgica. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, 2013.

CAO, W; HENCH, L. Bioactive Materials. *Ceramics International*, vol. 22, 493-507, 2007.

CHANGGANG, W.; LIPING, W.; FANG, X.; JUNHUA, M. Electrochemical noise analysis on the pit corrosion susceptibility of biodegradable AZ31, magnesium alloy in four types of simulated body solutions. *Journal of Materials Science and Technology* (2)2 106. China, 2018.

CHEVALIER, J; GREMILLARD, L. Ceramics for medical applications: a picture for the next 20 years. *Journal of the European Ceramic Society*, 2010. vol. 29, 1245-1255.

CHEVALIER, J; GREMILLARD, L. Ceramics for medical applications: a picture for the next 20 years. *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 29, 2009. 1245-1255.

ECHEVERRY, M; CASTAÑO, J; ROBLEDO, S. ECHEVERRÍA, F. Materiales y técnicas utilizadas en recubrimientos bioactivos para mejorar procesos de osteointegración. *Revista Politécnica*, 2012. ISSN 1900-2351. 15, 75-87.

FAGERLUND, S; HUPA, L; HUPA, M. Comparison of reactions of bioactive glasses in different aqueous solutions. *Ceram Trans*, 2010. 218:101–13.

FAIG MARTÍ, J; GIL MUR, F. Los recubrimientos en las prótesis articulares. *Revista Española de Cirugía Ortopédica y Traumatología*, 52(2). 2008.

FALAIZE, S; RADIN, S; DUCHEYNE, P. Journal American of Ceramic Society.1999. 82, 969.

FATHI, M; DOOSTMOHAMMADI, A. Bioactive glass nanopowder and bioglass coating for biocompatibility improvement of metallic implant. Journal of Materials processing technology, 2009. 209; 1385-1391.

FIGUEROA, Y; LOPEZ, G; PALOMO, C; PRIN, J, ALBORNOZ, A. Study of corrosion in femoral implant. Revista Técnica de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Zulia, 2007.

GOMEZ, N. Tesis Doctoral: Recubrimientos mesoporosos y mesoestructurales de TiO₂-anatasa por el método sol-gel para aplicaciones en sistemas fotocatalíticos. Universidad Autonoma de Madrid, 2012.

GUPTA, R; KUMAR, A. Bioactive Materials for medical applications using sol-gel technology. Biomedical Materials, 2008; 3,15.

GURAPPA, I. Development of appropriate thicknes Ceramic coatings on 316L stainless steel forbiomedical applications. Elsevier. Surface and coatings Technology. 2002. 161,70-78.

HENCH, L. Bioceramics. Revista. Americana de Ceramicos. 1998. 8, 1705-1728.

HENCH, L. The story of bioglass. Science of Materials. 2006. 17, 967–978.

HENCH, L; ANDERSSON, Ö. An introduction to bioceramics, World Scientific Publishing. Advanced Series in Ceramics Vol 1: Singapore, 1993. Cap 3, Bioactive Glasses, p 41.

HENCH, Larry; ETHRIDGE, E. Biomaterials: An Interfacial Approach. Academic Press. New York, 1982.

HERNÁNDEZ, D. Estudio físicoquímico del biosistema compuesto de Ti6Al4V-Biovidrio/TiO₂-SBF. Tesis de maestría en Ingeniería de Materiales, Universidad Industrial de Santander, Facultad de ingenierías físicoquímicas, 2014.

HLVAC, J; ROHANOVÁ, D; HELEBRANT, A. The effect of TRIS-buffer on the leaching behavior of bioactive glass–ceramics. *Ceram-Silikaty*, 1994. 38:119–22.

KAEWSICHAN, L.; KAEWSICHAN, J.; PROMMAJAN, P. Effects of sintering temperatures on micromorphology, mechanical properties and bioactivity of bone scaffolds containing calcium silicate. *Science Asia* 37(3), 2011.

KOKUBO, T; KUSHITANI, H; SAKKA, S; KITSUGI, T; YAMAMURO, T. *Journal of Biomedical Materials*, 1990. 24, 721.

KOKUBO, T; TAKADAMA, H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity. *Elsevier. Biomaterials* 27, 2006. 2907-2915.

Li R, Clark AE, Hench LL. An investigation of bioactive glass powders by sol–gel processing. *Journal Applications of Biomaterials*. 2, 1999. 231–239.

LIU, J; MIAO, X. Sol-gel derived bioglass as a coating material for porous alumina scaffolds. *Ceramics Internacional*, 2004. 30; 1781-1785.

LODISH, H; BERK, A; KAISER, C; KRIEGER, M; SCOTT, M; BRETSCHER, A; PLOEGH, H; MATATSUDARIA, P. *Molecular Cell Biology*. W. H. Freeman; 6th edition, 2007. 51-54.

LOPEZ, D; DURÁN, A; CERÉ, S. Caracterización superficial de acero inoxidable AISI 316L en contacto con solución fisiológica simulada. Memorias de congreso CONAMET/SAM. Mar del Plata, 2004.

LOPEZ, D; ROPERO, N; BALLARRE, J; DURAN, A; APARICIO, M; CERÉ, S; Multilayer Silica-Metacrylate hybrid coatings prepared by sol-gel on stainless steel 316L: electrochemical evaluation. Surface and coatings Technology 202, 2008. 2194-2201.

LOTY, C; SAUTIER, J; TAN, M. OBOEUF, M. JALLOT, E; BOULEKBACHE, H; GREENSPAN, D; FOREST, N; Journal of Bone Minerals. 2001. 16 (2), 231.

Lu, X.; LENG, Y.; Theoretical analysis of calcium phosphate precipitation in simulated body fluid. Biomaterial, Vol 26 pp 1097-1108, 2005.

MARIE, P; LOMRI, A; SABBAGH, A; BAASLE, M. In vitro Cell Dev. Biol., 1989. 25, 373.

MARQUES, P; MAGALHAES, M; CORREIA, R. Biomaterials, 2003. 24, 1541.

MARTÍNEZ, S; CALDAS, V; DOS SANTOS, L. GINEBRA, M. Vidrios biomédicos y vitrocerámicas como sustitutos de los tejidos óseos. Revista CENIC Ciencias Químicas, Vol. 46, 2015. 137-147.

MENDOZA, E; GARCIA, C. Recubrimientos por sol-gel sobre sustratos de acero inoxidable, revisión del estado del arte. Escuela de Física, Universidad Nacional de Colombia sede Medellín, 2007.

MORELO, E. Comportamiento electroquímico y bioactivo de la aleación T6Al4V recubierta con quitosano/biovidrio en un ambiente de fluido corporal simulado.

Tesis de Pregrado en Ingeniería Metalúrgica, Universidad Industrial de Santander, Facultad de ingenierías fisicoquímicas, 2015.

NI, M.; RATHER, B. Nacrosurface transformation to hidroxyapatite in a phosphate buffer solution. *Biomaterials*, Vol 24, pp 4323-4331, 2003.

NIEVES, O; SALINAS, A; TURNAYA, J; REGÍ, M; LIZARBEA, M. Bioactive sol-gel glasses with and without a hydroxycarbonate apatite layer as substrates for osteoblast cell adhesion and proliferation. *Biomaterials* 24,2003; 3383–3393.

NORMA ASTM G102-89 (Reapproved 2010). Standard Practice for Calculation of Corrosion rates and Related Information from Electrochemical Measurements.

PEÓN, E; ESCALANTE, F; MORALES, G; ALONSO y LORENZA, M. Preparación de recubrimientos de hidroxiapatita a partir de precursores de tipo sol-gel. *CENIC*, 2006; 37-51.

PÉREZ, J; BALAS, F. ROMÁN, J. SALINAS, A; VALLET REGÍ, M. Influence of composition and surface characteristics on the in vitro bioactivity of SiO₂-CaO-P₂O₅-MgO sol-gel glasses. *Journal Biomedic Materials*, 1999. 47,170–175.

PRADA, O; BRICEÑO, R. Estudio de la bioactividad de recubrimientos de poliprolactona/quitosano/biovidrio y su influencia en el comportamiento electroquímico del acero inoxidable AISI/SAE 316L. Tesis de Pregrado en Ingeniería Metalúrgica, Universidad Industrial de Santander, Facultad de ingenierías fisicoquímicas, 2015.

PULEO, D; HOLLERAN, L; DOREMUS, R; BIZIOS, R. Osteoblast responses to orthopedic implant materials in vitro. *Journal of Biomedical Materials Research*, 1991; 25:711–23.

QUIROGA, S. Estudio de la composición de los recubrimientos mixtos de biovidrio/TiO₂ en sus características bioactivas. Tesis de Pregrado en Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander, Facultad de ingenierías fisicoquímicas, 2011.

REGÍ, M. Biomateriales para sustitución y reparación de tejidos. Departamento de Química Inorgánica y Bioinorgánica. Facultad de Farmacia. Universidad Complutense. Madrid, 2003.

REGÍ, M; PÉREZ, J; BARBA, I; SALINAS, A. Compositional variations in the calcium phosphate layer growth on gel glasses soaked in a simulated body fluid. Chem Mater, 2000. 12,3770–3775.

REGÍ, M; PÉREZ, J; MARTIN, A; SALINAS, A. Bioactivity of three CaO–P₂O₅–SiO₂ sol-gel glasses. Departamento de Química Inorgánica y orgánica, Facultad de Farmacia, Universidad Complutense de Madrid; Madrid, Spain, 2002. 28040.

ROMERO, F. Obtención de recubrimientos bioactivos. Universidad Jaume I, Master en ciencia, tecnología y aplicaciones de los materiales cerámicos, 2014.

SALINAS, A; REGÍ, M; Barba, I. Journal of Sol-Gel Science. Technology. 2001. 21, 13.

SARASAM, A; Chitosan-polycaprolactone mixtures as biomaterials- influence of surface morphology on cellular activity. Tesis de Doctorado. Jawaharlal Nehru Technological University. Hydeberad, India, 2001.

SATRE, Robert; SAN ROMAN, Julio; DE AZA, Salvador. Biomateriales. Faenza Editrice: Ibérica, 2004. Cap 3, Vol 1. ISBN: 84-87683-26-6.

SIGMA-ALDRICH. Phosphate Buffered Saline- tablets. [citado el 25 de mayo de 2018]. Disponible en: <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/p4417?lang=en®ion=CO>.

SILVER, I; DEAS, J; SKA, M. Interactions of bioactive glasses with osteoblasts in vitro: effects of 45S5 Bioglasst, and 58S and 77S bioactive glasses on metabolism, intracellular ion concentrations and cell viability. *Biomaterials*, 2001. 22;175-185.

STEPHEN, D; CRAMER, S; BERNARD, S. Handbook Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection. Ed 15, Vol 13A, ASM INTERNATIONAL; NEW YORK, 2003.

VALERIO, P.; PEREIRA, M; GOES, A; LEITER, M. The effect of ionic products from bioactive glass dissolution on osteoblast proliferation and collagen production. *Biomaterials*, 2004. 25; 2941–2948.

VARILA, L; FAGERLUND, S; LEHTONEN, F; TUOMINEN, J; HUPA, L. Surface reactions of bioactive glasses in buffered Solutions. *Journal of the European Ceramic Society*, 2012. 32; 2757–2763.

VILADOT, A; PLANELL, J; GIL, F; GINEBRA, M; Lecciones básicas de biomecánica del apartado locomotor. Barcelona: Springer, 2000. Cap 19, Biomateriales. 291-293.

VOELCKER, H.; KUMAR, S.; PENG, P.; GRIESSER, H. Nanoscale eluting coatings based on alginate chitosan hydrogels. *Biointerphases* 2(3), 2007.

WRIGHT, D; SOMMERDIJK, M; Sol-Gel Materials Chemistry and Applications, Advanced Chemistry Texts Vol. 4, Ed: Gordon and Breach, Science Publishers, Liverpool, 2001.

YAÑES, C. Síntesis y caracterización de películas delgadas, mediante la técnica sol-gel. Tesis de maestría, Instituto Politecnico Nacional. Centro de investigación en ciencia aplicada y tecnología avanzada unidad Altamira.

ZHANG, Q; CHEN, J; FENG, J. Dissolution and mineralization behaviors of HA coatings. *Biomaterials*, 2003. 24, 4741-4748.

ZHOU, Z. YI, Q; LIU, X; LIU, L; LIU, Q. In vitro degradation behaviors of poly-lactide/bioactive glass composite materials in phosphate-buffered solution. *Polym Bull*, 2009. 63:575–86.

ANEXOS

Anexo A. Reactivos Utilizados.

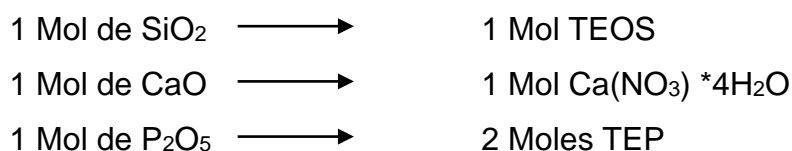
Reactivo	Formula química	Especificación
Ácido nítrico	HNO_3	65% Merck
Agua desionizada	H_2O	18,2 M Ω
Acero 316L	Fe, Cr, Mo, Ni, S, P, Si, C, Mn	
Etanol	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	99% Merck
Nitrato de calcio tetrahidratado	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	99% Merck
Solución salina fosfatada (PBS)	Cl, Na, K, P, H_2O , HPO_4	99% Aldrich
Tetraetil Ortosilicato (TEOS)	$\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$	98% Aldrich
Trietil Fosfato (TEP)	$\text{C}_6\text{H}_{15}\text{O}_4\text{P}$	98% Alfa Aesar

Anexo B. Equipos Utilizados.

Equipo	Aplicación
Agitador magnético	Preparación de los soles
Balanza analítica	Preparación de las soluciones precursoras
Baño ultrasónico	Envejecimiento de los soles y limpieza de los sustratos
Estufa de secado	Secado de los geles e incubación de los recubrimientos.
Microscopio óptico confocal Hiox	Caracterización morfológica de los recubrimientos
Microscopio electrónico de barrido	Caracterización de la formación de apatitas
Sistema dip-coating	Deposición de los recubrimientos sobre sustratos metálicos
Horno de alta temperatura	Sinterización de los recubrimientos
Potenciostato	Caracterización electroquímica de los recubrimientos

Anexo C. Protocolos para la Preparación de los Soles y Polvos de Biovidrio de cada Composición.

Partimos de las siguientes relaciones estequiométricas:



Reactivos	Peso molecular g/mol	Densidad g/mL
Tetraetilortosilicato (TEOS) $\text{SiC}_8\text{H}_{20}\text{O}_4$	208.33	0.933
Nitrato de calcio tetrahidratado $\text{Ca(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	236.15	1.896
Trietil fosfato (TEP) $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_4 \text{ P}$	182.16	1.072
Ácido nítrico HNO_3	63.01	1.390

Protocolo para la fabricación de polvos de biovidrio con 45% SiO_2 , 50% CaO y 5% P_2O_5 utilizando el método sol-gel.

Para fabricar 0.07 moles totales de biovidrio es necesario calcular cuántos moles de cada reactivo debemos utilizar:

$$\text{TEOS:} \quad 0.07 * 0.45 = 0.0315 \text{ moles}$$

$$\text{TEP:} \quad 0.07 * 0.05 = 0.0035 \text{ moles}$$

$$\text{Ca (NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O:} \quad 0.07 * 0.50 = 0.035 \text{ moles}$$

Para realizar la conversión de moles a mL de cada reactivo es necesario:

TEOS

$$0.0315 \text{ moles} * \left[\frac{208.33 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{0.933 \text{ g}} \right] = 7.03 \text{ mL de TEOS}$$

TEP

$$0.0035 \text{ moles} * \left[\frac{182.16 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{1.072 \text{ g}} \right] * 2 = 1.2 \text{ mL de TEP}$$

Ca (NO₃)₂ *4H₂O

$$0.035 \text{ moles} * \left[\frac{236.15 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{1.896 \text{ g}} \right] = 4.36 \text{ mL de Ca (NO}_3)_2 * 4\text{H}_2\text{O}$$

Inicialmente se debe usar una relación molar TEOS/ H₂O= 0.08 y una concentración de HNO₃ de 0.21 M, por lo tanto, los cálculos correspondientes para las cantidades necesarias de agua y ácido serían:

H₂O

$$\left[\frac{0.0315 \text{ moles TEOS}}{x \text{ moles H}_2\text{O}} \right] = 0.08$$

$$x \text{ moles H}_2\text{O} = \left[\frac{0.0315 \text{ moles TEOS}}{0.08} \right]$$

$$x \text{ moles H}_2\text{O} = 0.394 \text{ moles H}_2\text{O}$$

$$0.394 \text{ moles H}_2\text{O} * \left[\frac{18 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{1 \text{ g}} \right] = 7.1 \text{ mL de H}_2\text{O}$$

HNO₃

$$\left[\frac{65 \text{ g HNO}_3}{100 \text{ g Sln}} \right] \left[\frac{1 \text{ mol HNO}_3}{63.01 \text{ g}} \right] \left[\frac{1.39 \text{ g Sln}}{1 \text{ mL Sln}} \right] \left[\frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \right] = 14.34 \text{ M}$$

$$[7.1 \text{ mL H}_2\text{O} + x \text{ mL HNO}_3][0.21 \text{ M}] = [x \text{ mL HNO}_3][14.34 \text{ M}]$$

$$[7.1][0.21] + 0.21 x = [14.34 x]$$

$$[7.1][0.21] = [14.34 x - 0.21 x]$$

$$x = 0.105 \text{ mL HNO}_3 \text{ al } 65\% \text{ de p/p}$$

PROCEDIMIENTO:

1. Preparar una solución con 7.03 mL de TEOS, 0.11 mL de HNO₃ y 7.1 mL de agua destilada y mantener en agitación continua durante 60 minutos a temperatura ambiente.
2. Agregar a la solución 1.2 mL de TEP y continuar con la agitación durante 105 minutos.
3. Pesar 8.27 g de Ca (NO₃)₂ *4H₂O lo cual equivale a 4.36 mL y agregar a la solución anterior. Mantener en agitación durante 165 minutos más.

El volumen total de solución que se obtiene es de 19.8 mL y tendrá una concentración de 3.54 M:

$$\text{Molaridad} = \frac{\text{moles sln}}{\text{litros sln}}$$

$$\text{Molaridad} = \frac{0.07 \text{ moles sln}}{0.0198 \text{ litros sln}}$$

$$\text{Molaridad} = 3.54 \text{ M}$$

Por lo tanto, se debe diluir la solución agregando agua desionizada hasta una concentración de 1 M, lo cual equivale a 50.3 mL de agua hasta llegar a un volumen de 70.1 mL de solución y mantener en agitación durante 12 horas.

$$[0.0198 \text{ L}][3.54 \text{ M}] = x[1 \text{ M}]$$

$$x = 0.0701 \text{ L}$$

$$[0.0701 \text{ L} - 0.0198 \text{ L}] = 0.0503 \text{ L} = 50.3 \text{ mL de H}_2\text{O}$$

4. Envejecer el sol usando un baño María a 60°C por 12 horas.
5. Realizar el secado en una estufa a 90°C por un periodo de 24 h.
6. Usar una espátula para revolver suavemente los xerogeles y facilitar el proceso de calcinación.
7. Calcinar el biovidrio a 700°C usando una rampa de calentamiento de 5°C/min y 1 h de sostenimiento.

Protocolo para la fabricación de polvos de biovidrio con 55% SiO₂, 40% CaO y 5%P₂O₅ utilizando el método sol-gel.

Para fabricar 0.07 moles totales de biovidrio es necesario calcular cuántos moles de cada reactivo debemos utilizar:

$$\text{TEOS:} \quad 0.07 * 0.55 = 0.0385 \text{ moles}$$

$$\text{TEP:} \quad 0.07 * 0.05 = 0.0035 \text{ moles}$$

$$\text{Ca (NO}_3)_2 * 4\text{H}_2\text{O:} \quad 0.07 * 0.40 = 0.028 \text{ moles}$$

Para realizar la conversión de moles a mL de cada reactivo es necesario:

TEOS

$$0.0385 \text{ moles} * \left[\frac{208.33 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{0.933 \text{ g}} \right] = 8.6 \text{ mL de TEOS}$$

TEP

$$0.0035 \text{ moles} * \left[\frac{182.16 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{1.072 \text{ g}} \right] * 2 = 1.2 \text{ mL de TEP}$$

Ca (NO₃)₂ * 4H₂O

$$0.028 \text{ moles} * \left[\frac{236.15 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{1.896 \text{ g}} \right] = 3.5 \text{ mL de Ca (NO}_3)_2 * 4\text{H}_2\text{O}$$

|

inicialmente se debe usar una relación molar TEOS/ H₂O= 0.08 y una concentración de HNO₃ de 0.21 M, por lo tanto, los cálculos correspondientes para las cantidades necesarias de agua y ácido serían:

H₂O

$$\left[\frac{0.0385 \text{ moles TEOS}}{x \text{ moles H}_2\text{O}} \right] = 0.08$$

$$x \text{ moles H}_2\text{O} = \left[\frac{0.0385 \text{ moles TEOS}}{0.08} \right]$$

$$x \text{ moles H}_2\text{O} = 0.481 \text{ moles H}_2\text{O}$$

$$0.481 \text{ moles H}_2\text{O} * \left[\frac{18 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{1 \text{ g}} \right] = 8.7 \text{ mL de H}_2\text{O}$$

HNO₃

$$\left[\frac{65 \text{ g HNO}_3}{100 \text{ g Sln}} \right] \left[\frac{1 \text{ mol HNO}_3}{63.01 \text{ g}} \right] \left[\frac{1.39 \text{ g Sln}}{1 \text{ mL Sln}} \right] \left[\frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \right] = 14.34 \text{ M}$$

$$[8.7 \text{ mL H}_2\text{O} + x \text{ mL HNO}_3][0.21 \text{ M}] = [x \text{ mL HNO}_3][14.34 \text{ M}]$$

$$[8.7][0.21] + 0.21 x = [14.34 x]$$

$$[8.7][0.21] = [14.34x - 0.21x]$$

$$x = 0.129 \text{ mL HNO}_3 \text{ al } 65\% \text{ de p/p}$$

PROCEDIMIENTO:

1. Preparar una solución con 8.6 mL de TEOS, 0.13 mL de HNO₃ y 8.7 mL de agua destilada y mantener en agitación continua durante 60 minutos a temperatura ambiente.
2. Agregar a la solución 1.2 mL de TEP y continuar con la agitación durante 105 minutos.
3. Pesar 6.61 g de Ca (NO₃)₂ *4H₂O lo cual equivale a 3.5 mL y agregar a la solución anterior. Mantener en agitación durante 165 minutos más.

El volumen total de solución que se obtiene es de 22.13 mL y tendrá una concentración de 3.16 M:

$$\text{Molaridad} = \frac{\text{moles sln}}{\text{litros sln}}$$

$$\text{Molaridad} = \frac{0.07 \text{ moles sln}}{0.0221 \text{ litros sln}}$$

$$\text{Molaridad} = 3.16 \text{ M}$$

Por lo tanto, se debe diluir la solución agregando agua desionizada hasta una concentración de 1 M, lo cual equivale a 47.9 mL de agua hasta llegar a un volumen de 70 mL de solución y mantener en agitación durante 12 horas.

$$[0.0221 \text{ L}][3.16 \text{ M}] = x[1 \text{ M}]$$

$$x = 0.0698 \text{ L}$$

$$[0.07 \text{ L} - 0.0221 \text{ L}] = 0.0479 \text{ L} = 47.9 \text{ mL de H}_2\text{O}$$

4. Envejecer el sol con un baño María a 60°C por 12 h más.
5. Realizar el secado en una estufa a 90°C por un periodo de 24 h.
6. Usar una espátula para revolver suavemente los xerogeles y facilitar el proceso de calcinación.
7. Calcinar el biovidrio a 700°C usando una rampa de calentamiento de 5°C/min y 1 h de sostenimiento.

Protocolo para la fabricación de polvos de biovidrio con 65% SiO₂, 30% CaO y 5%P₂O₅ utilizando el método sol-gel.

Para fabricar 0.07 moles totales de biovidrio es necesario calcular cuántos moles de cada reactivo debemos utilizar:

TEOS: $0.07 * 0.65 = 0.0455$ moles

TEP: $0.07 * 0.05 = 0.0035$ moles

Ca (NO₃)₂ *4H₂O: $0.07 * 0.30 = 0.021$ moles

Para realizar la conversión de moles a mL de cada reactivo es necesario:

TEOS

$$0.0455 \text{ moles} * \left[\frac{208.33 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{0.933 \text{ g}} \right] = 10.16 \text{ mL de TEOS}$$

TEP

$$0.0035 \text{ moles} * \left[\frac{182.16 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{1.072 \text{ g}} \right] * 2 = 1.2 \text{ mL de TEP}$$

Ca (NO₃)₂ *4H₂O

$$0.021 \text{ moles} * \left[\frac{236.15 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{1.896 \text{ g}} \right] = 2.62 \text{ mL de Ca (NO}_3)_2 * 4\text{H}_2\text{O}$$

Inicialmente se debe usar una relación molar TEOS/ H₂O= 0.08 y una concentración de HNO₃ de 0.21 M, por lo tanto, los cálculos correspondientes para las cantidades necesarias de agua y ácido serían:

H₂O

$$\left[\frac{0.0455 \text{ moles TEOS}}{x \text{ moles H}_2\text{O}} \right] = 0.08$$

$$x \text{ moles H}_2\text{O} = \left[\frac{0.0455 \text{ moles TEOS}}{0.08} \right]$$

$$x \text{ moles H}_2\text{O} = 0.569 \text{ moles H}_2\text{O}$$

$$0.569 \text{ moles H}_2\text{O} * \left[\frac{18 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right] \left[\frac{1 \text{ mL}}{1 \text{ g}} \right] = 10.2 \text{ mL de H}_2\text{O}$$

HNO₃

$$\left[\frac{65 \text{ g HNO}_3}{100 \text{ g Sln}} \right] \left[\frac{1 \text{ mol HNO}_3}{63.01 \text{ g}} \right] \left[\frac{1.39 \text{ g Sln}}{1 \text{ mL Sln}} \right] \left[\frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \right] = 14.34 \text{ M}$$

$$[10.2 \text{ mL H}_2\text{O} + x \text{ mL HNO}_3][0.21 \text{ M}] = [x \text{ mL HNO}_3][14.34 \text{ M}]$$

$$[10.2][0.21] + 0.21 x = [14.34 x]$$

$$[10.2][0.21] = [14.34 x - 0.21 x]$$

$$x = 0.151 \text{ mL HNO}_3 \text{ al } 65\% \text{ de p/p}$$

PROCEDIMIENTO:

1. Preparar una solución con 10.16 mL de TEOS, 0.15 mL de HNO₃ y 10.2 mL de agua destilada y mantener en agitación continua durante 60 minutos a temperatura ambiente.
2. Agregar a la solución 1.2 mL de TEP y continuar con la agitación durante 105 minutos.
3. Pesar 4.96 g de Ca (NO₃)₂ *4H₂O lo cual equivale a 2.62 mL y agregar a la solución anterior. Mantener en agitación durante 165 minutos más.

El volumen total de solución que se obtiene es de 24.33 mL y tendrá una concentración de 2.88 M:

$$\text{Molaridad} = \frac{\text{moles sln}}{\text{litros sln}}$$

$$\text{Molaridad} = \frac{0.07 \text{ moles sln}}{0.0243 \text{ litros sln}}$$

$$\text{Molaridad} = 2.88 \text{ M}$$

Por lo tanto, se debe diluir la solución agregando agua desionizada hasta una concentración de 1 M, lo cual equivale a 45.7 mL de agua hasta llegar a un volumen de 70 mL de solución y mantener en agitación durante 12 horas.

$$[0.0243 \text{ L}][2.88 \text{ M}] = x[1 \text{ M}]$$

$$x = 0.0699 \text{ L}$$

$$[0.07 \text{ L} - 0.0243 \text{ L}] = 0.0457 \text{ L} = 45.7 \text{ mL de H}_2\text{O}$$

4. Envejecer el sol con un baño María a 60°C por 12 h más.
5. Realizar el secado en una estufa a 90°C por un periodo de 24 h.
6. Usar una espátula para revolver suavemente los xerogeles y facilitar el proceso de calcinación.
7. Calcinar el biovidrio a 700°C usando una rampa de calentamiento de 5°C/min y 1 h de sostenimiento.

Anexo D. Protocolo para la Preparación de Recubrimientos de Biovidrio Utilizando la Técnica Dip-Coating.

Procedimiento:

Preparación del sustrato metálico:

1. Realizar un desbaste mecánico al sustrato con lijas de carburo de silicio de granulometría decreciente, siguiendo la secuencia 240, 400 y 600 utilizando etanol como líquido lubricante para evitar la oxidación de las probetas.

Pasar el sustrato 10 veces por la lija 240 de manera vertical ascendente y descendente, sin ejercer mucha presión sobre el sustrato, luego girarlo 90° y desbastar con la lija 400 las mismas 10 veces o hasta que se borren las líneas del paso anterior, por último, volver a girar el sustrato 90° y desbastar con la lija 600 de la misma manera.

2. Limpiar la muestra con etanol y un baño de ultrasonido por 15 min.
3. Secar el sustrato de manera rápida, preferiblemente con aire caliente y evitar contaminarlo.

Recubrimiento del sustrato con el sol de biovidrio:

4. Ubicar el sustrato metálico de forma totalmente vertical en el equipo de dip-coating, teniendo en cuenta que el rayado de la lija 600 quede horizontal, de tal manera que esta rugosidad funcione como mecanismo de anclaje y disminuya el deslizamiento del sol.
5. Utilizar una velocidad de inmersión de 6 cm/min, dejar sumergido el sustrato durante 10 s y extraer a la misma velocidad de 6 cm/min.
6. Dejar secar las muestras a temperatura ambiente durante 12 h y preferiblemente en un recipiente cerrado.
7. Calcinar los recubrimientos de biovidrio a 700°C usando una rampa de calentamiento de 3°C/min y 1 h de sostenimiento.

Anexo E. Equipo de Inmersión Extracción Con Velocidad Controlable.



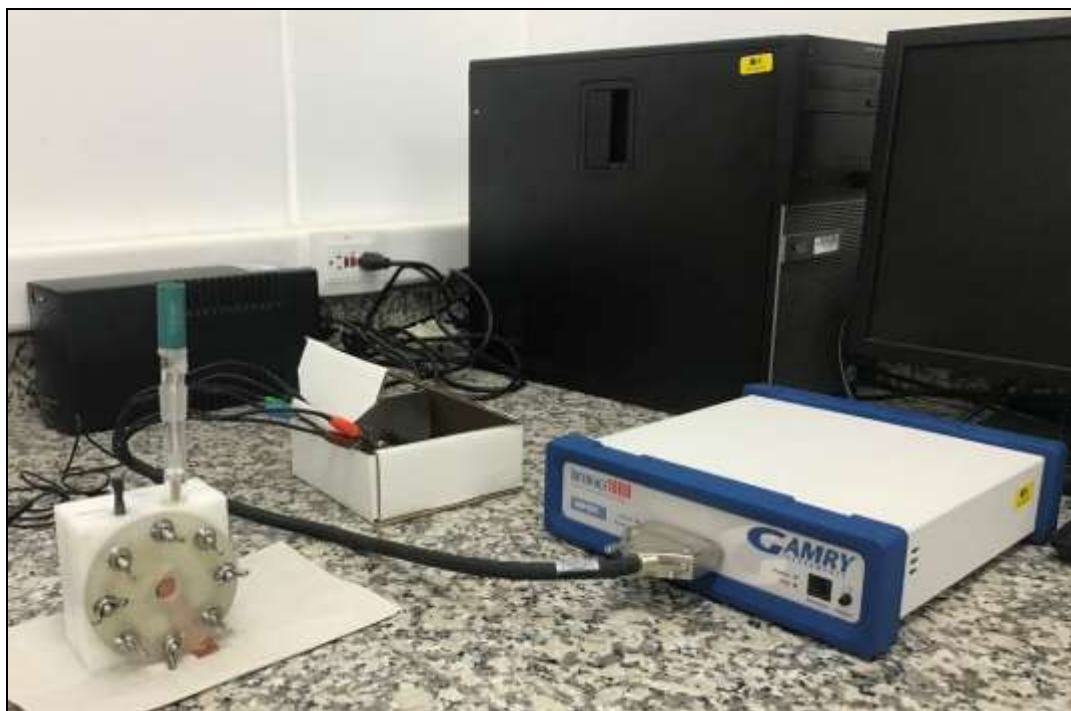
Anexo F. Equipo de Microscopía Óptica Confocal.



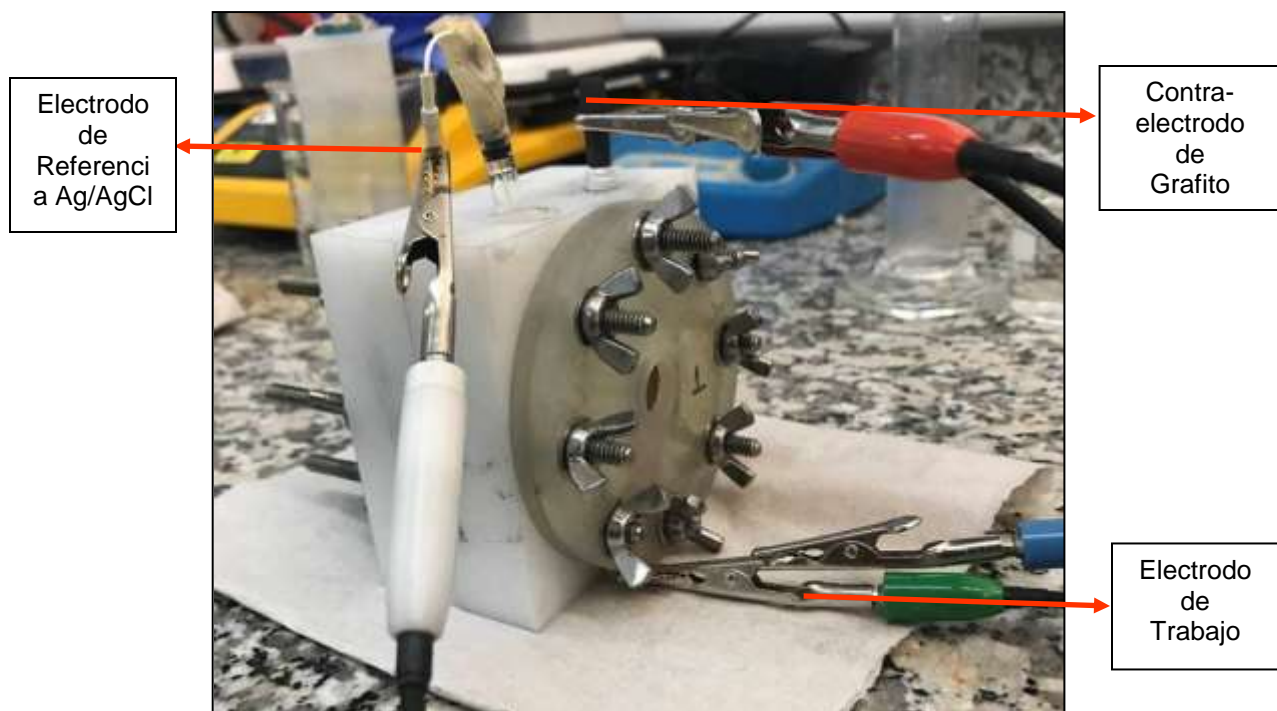
Anexo G. Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido (Sem).



Anexo H. Potenciostato para Pruebas Electroquímicas.



Anexo I. Celda para Ensayos Electroquímicos.



Anexo J. Imágenes 3D Obtenidas Por Microscopía Confocal A 560x para cada una de las Composiciones con Viscosidades de A) 5 Cp Y B) 10 Cp.

	A) 5 cP	B) 10 cP
45%SiO₂ 2		
55%SiO₂ 2		
65%SiO₂ 2		