

	GESTIÓN DE RECURSOS Y SERVICIOS BIBLIOTECARIOS	Código	FO-SB- 12/v0
	ESQUEMA HOJA DE RESUMEN	Página	1/1

RESUMEN TRABAJO DE GRADO

AUTOR(ES):

NOMBRE(S): REINALDO **APELLIDOS:** ARDILA MELO

NOMBRE(S): _____ **APELLIDOS:** _____

FACULTAD: CIENCIAS BÁSICAS

PLAN DE ESTUDIOS: MAESTRÍA EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES

DIRECTOR:

NOMBRE(S): ISMAEL HUMBERTO **APELLIDOS:** GARCÍA PÁEZ

TÍTULO DEL TRABAJO (TESIS): SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE UN FOSFATO TRICÁLCICO DOPADO CON MAGNESIO Y ZINC POR EL MÉTODO DE REACCIÓN EN ESTADO SÓLIDO PARA USO COMO BIOMATERIAL

RESUMEN

La presente investigación está enfocada a la síntesis de materiales de fosfato tricálcico (TCP) dopado con óxido de magnesio y óxido de zinc mediante sinterización en estado sólido, buscando que mediante la adición de estos dos iones de metales traza en el hueso humano a los fosfatos cálcicos se logre alterar la cinética de degradación tanto en el efecto estimulante como en el efecto inhibidor. La caracterización del material obtenido se realizó mediante difracción de rayos X, en el cual se observó el cambio de fase β -TCP a fase α -TCP a mayor temperatura, como era de esperarse, como efecto del dopaje. La caracterización mecánica se realizó utilizando la técnica de tracción indirecta mediante el método de compresión diametral que dio como resultados valores de esfuerzo del orden de 1.0 - 12.0 MPa, muy parecidos a resultados reportados en investigaciones recientes.

PALABRAS CLAVE: biomaterial, fosfato tricálcico, reacción en estado sólido, fluido corporal simulado (SBF).

CARACTERÍSTICAS:

PÁGINAS: 132 **PLANOS:** **ILUSTRACIONES:** **CD ROOM:** 1

Elaboró		Revisó		Aprobó	
Equipo Operativo del Proceso		Comité de Calidad		Comité de Calidad	
Fecha	24/10/2014	Fecha	05/12/2014	Fecha	05/12/2014

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE UN FOSFATO TRICÁLCICO DOPADO CON
MAGNESIO Y ZINC POR EL MÉTODO DE REACCIÓN EN ESTADO SÓLIDO PARA USO
COMO BIOMATERIAL

REINALDO ARDILA MELO

UNIVERSIDAD FRANCISCO DE PAULA SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
PLAN DE ESTUDIOS DE MAESTRÍA EN CIENCIA Y
TECNOLOGÍA DE MATERIALES
SAN JOSE DE CÚCUTA

2016

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE UN FOSFATO TRICÁLCICO DOPADO CON
MAGNESIO Y ZINC POR EL MÉTODO DE REACCIÓN EN ESTADO SÓLIDO PARA USO
COMO BIOMATERIAL

REINALDO ARDILA MELO

Trabajo de grado presentado como requisito para optar el título de:

Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales

Director

ISMAEL HUMBERTO GARCÍA PÁEZ

PhD. Química Inorgánica

UNIVERSIDAD FRANCISCO DE PAULA SANTANDER

FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS

PLAN DE ESTUDIOS DE MAESTRÍA EN CIENCIA Y

TECNOLOGÍA DE MATERIALES

SAN JOSE DE CÚCUTA

2016



ACTA DE SUSTENTACIÓN DE UN TRABAJO DE GRADO

FECHA: CÚCUTA, 18 DE AGOSTO DE 2016

HORA: 04:00 P.M

LUGAR: AUDITORIO DE LOS LABORATORIOS BÁSICOS SEGUNDO PISO DE LA UFPS

PLAN DE ESTUDIOS: MAESTRÍA EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES

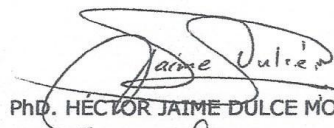
Título del Trabajo de Investigación: "SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE UN FOSFATO TRICÁLCICO DOPADO CON MAGNESIO Y ZINC POR EL MÉTODO DE REACCIÓN EN ESTADO SÓLIDO PARA USO COMO BIOMATERIAL"

Jurados: Ph.D. ISMAEL HUMBERTO GARCÍA PÁEZ
PhD. HÉCTOR JAIME DULCE MORENO
MSc. DORA CECILIA RODRÍGUEZ ORDOÑEZ

Director: Ph.D. ISMAEL HUMBERTO GARCIA PAEZ

Nombre del estudiante:	Código	Calificación	
		Letra	Número
Reinaldo Ardila Melo	1380005	4.6.	Cuatro-seis.

APROBADA


PhD. HÉCTOR JAIME DULCE MORENO


MSc. DORA CECILIA RODRÍGUEZ ORDOÑEZ


PhD. ISMAEL HUMBERTO GARCÍA PÁEZ


Vo.Bo SANDRA ORTEGA SIERRA
Directora (E) Comité Curricular
Maestría en Ciencia y Tecnología de Materiales

Dedicatoria

Quiero aprovechar estas líneas para expresar mi agradecimiento a todas aquellas personas que, de una u otra manera, han contribuido en la realización de este trabajo de investigación, muchas de ellas merecen mi más sincera gratitud, y espero no olvidarlas.

A Carmen Beatriz (mi esposa) a mis hijos Juan Pablo, Jose Gabriel y Catalina.

Agradecimientos

Agradecer de manera especial al PhD. Ismael Humberto García Páez, director de este trabajo de investigación, por su apoyo, dedicación y momentos compartidos, por sus enseñanzas y como no por su confianza.

A mi codirectora PhD. Martha Lucia Pinzón Bedoya por ser la principal responsable de que me haya embarcado en esta nueva oportunidad de crecer.

Al FINU - Fondo de Investigaciones Universitarias de la UFPS

Al grupo GIDIMA - Grupo de Investigación en Diseño Mecánico, Materiales y Procesos, a su director y compañeros de trabajo.

Al ingeniero Norberto Junior Pérez Ramírez, por su amistad y valiosa colaboración, como integrante del grupo de Investigación GIDIMA

A la PhD. Elsy María Córdoba Tuta, del departamento de Materiales y Metalurgia de la Universidad Industrial de Santander por haberme acogido en los Laboratorios de su grupo de investigación GIMBA, sede Guatiguara, así como a sus estudiantes Diego, Jhon Harrison, Leonardo y Jesús y a su auxiliar Yuri, con quienes compartí el tiempo de trabajo y formación.

También quiero agradecer a todos los compañeros estudiantes de Maestría en Ciencia y tecnología de Materiales de la UFPS, por su invaluable amistad y su toda la colaboración.

Agradecimiento extensivo a profesores y directivos del programa en especial a Sandra Ortega Sierra, Víctor J. Useche y a los profesores de la Maestría Jaime Dulce, Gabriel Peña, Carlos Paucar, Martha Ferrer y Felipe Ortiz y a los profesores del Departamento Diseño Mecánico por su amistad y apoyo.

Resumen

El empleo de Biocerámicas en aplicaciones estructurales está limitado por su fragilidad y resistencia. Esto ha restringido su uso a implantes en el oído medio, a rellenos de defectos óseos en cirugía bucal, así como a recubrimientos de prótesis metálicas e implantes dentales. Las anteriores limitaciones conllevan a investigaciones que buscan mejorar su rendimiento mecánico mediante dopado con elementos similares a los que se encuentran presentes en el hueso humano, tales como: CO_3^{2-} , SiO_4^{4-} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , F^- , Cl^- , Na^+ y K^+ . Dado que los sistemas de dopantes individuales ha demostrado buenos resultados, es lógico pensar que el uso de múltiples dopantes, se pueda utilizar para aumentar aún más los efectos benéficos de cada uno, dentro de las limitaciones de estabilidad del fosfato de calcio. Dentro de este contexto, la presente investigación está enfocada a la síntesis de materiales de fosfato tricálcico (TCP) dopado con óxido de magnesio y óxido de zinc mediante sinterización en estado sólido, buscando que mediante la adición de estos dos iones de metales traza en el hueso humano a los fosfatos cálcicos se logre alterar la cinética de degradación tanto en el efecto estimulante como en el efecto inhibitor. La caracterización del material obtenido se realizó mediante difracción de rayos X, en el cual se observó el cambio de fase β -TCP a fase α -TCP a mayor temperatura, como era de esperarse, como efecto del dopaje. La caracterización mecánica se realizó utilizando la técnica de tracción indirecta mediante el método de compresión diametral que dio como resultados valores de esfuerzo del orden de 1.0 - 12.0 MPa, muy parecidos a resultados reportados en investigaciones recientes. En los ensayos de bioactividad, mediante pruebas *in-vitro* durante 14 y 28 días se encontró una reducción significativa de la solubilidad del β -TCP en SBF.

Abstract

Bioceramics employment in structural applications is limited due to their fragility and resistance. This has restricted their use to implant in the middle ear, a bone defect fillers oral surgery, as well as coatings of metal prostheses and dental implants. The foregoing limitations lead to investigations seeking to improve their mechanical performance by doping with elements similar to those that human bone are present, such as CO_3^{2+} , SiO_4^{4-} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , F^- , Cl^- , Na^+ and K^+ . Because systems of individual dopants has shown good results, it is logical to think that the use of multiple dopants, can be used to further increase the beneficial effects of each, within the constraints of stability of calcium phosphate.

In this context, the present research is focused on the synthesis of materials of tricalcium phosphate (TCP) doped with magnesium oxide and zinc oxide by sintering in solid state, looking that by adding these two ions of trace metals in the human bone calcium phosphates is achieved alter the kinetics of degradation in both the stimulatory effect and the inhibitory effect.

The characterization of the material obtained was performed by X-ray diffraction, in which the phase shift β -TCP was observed α -TCP phase at higher temperatures, as expected, the effect of doping. The mechanical characterization was performed using the indirect traction by diametral compression method as results gave values of about 1.0 effort 12.0 MPa, very similar to results reported in recent research. In bioactivity assays, using in vitro tests for 14 and 28 days a significant reduction in the solubility of β -TCP it found in Simulated Body Fluid.

Contenido

	pág.
Introducción	16
1. Problema	18
1.1 Título	18
1.2 Planteamiento del Problema	18
1.3 Objetivos	20
1.3.1 objetivo general	20
1.3.2 objetivos específicos	20
2. Marco Referencial	21
2.1 Antecedentes	21
2.2 Estado del Arte	22
2.3 Marco Teórico	26
2.3.1 Biocerámicas Basadas en Fosfato de Calcio (CaP`s)	26
2.3.2 Clasificación de los biomateriales	32
2.3.3 Compuestos basados en fosfatos de calcio	36
2.3.4 Sustitución iónica en biocerámicas	37
2.3.5 Estudio de los diagramas de equilibrio de fases	41
2.3.6 Ensayo de compresión diametral	46
2.3.7 Estudio de la bioactividad	53
3. Diseño Metodológico	56
3.1 Difracción de Rayos X (DRX)	56
3.2 Microscopía Electrónica de Barrido y Microanálisis Puntual por Dispersión de Energía de Rayos X (MEB y EDX)	56

3.3 Espectroscopia de Absorción Atómica	57
4. Análisis Estadístico	59
4.1 Norma Europea Experimental UNE 843-5 (2006)	59
4.2 Distribución de Weibull	59
4.2.1 Determinación de los parámetros de Weibull	60
4.2.2 Corrección del sesgo	61
4.2.3 Determinación de los límites del intervalo de confianza para σ	61
4.2.4 Determinación de los límites del intervalo de confianza para σ	62
4.2.5 Determinación de los límites del intervalo de confianza para m	62
4.2.6 Gráficas las curvas de probabilidad	62
5. Procedimiento Experimental	64
5.1 Preparación del Compuesto por el Método de Reacción en Estado Sólido o Atrición de Alta Energía	65
5.2 Calcinación de las Mezclas	65
5.3 Compactación Uniaxial en Frío	66
5.4 Sinterización de los Compuestos	66
5.5 Prueba in vitro de Bioactividad de Productos de Fosfato de Calcio	67
6. Resultados y Discusión	68
6.1 Análisis Cualitativo por DRX de las Muestras Calcinadas a 900°C	68
6.2 Análisis Cualitativo DRX de las Probetas R-1, R-2y R-3 sinterizadas a 1200°C, 1300°C y 1400°C	70
6.3 Ensayo de Compresión Diametral de Probetas R1, R2 y R3 Tratadas Térmicamente a 1200, 1300 y 1400°C	75
6.3.1 Resistencia a la compresión diametral, σ , y de los parámetros de Weibull σ y m	77

6.4 Micrografía Superficial de las Probetas	82
6.5 Ensayos de Bioactividad en Fluido Corporal Simulado (SBF)	84
7. Conclusiones	88
Referencias Bibliográficas	90
Anexos	106