



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA**

**“INFLUENCIA DE LOS PRECURSORES DE TITANIO  
EN LA OBTENCIÓN DE SISTEMAS MIXTOS DE SiO<sub>2</sub>-  
TiO<sub>2</sub>, SINTETIZADOS POR EL PROCESO SOL-GEL Y  
SU POSIBLE APLICACIÓN COMO MATERIALES  
BIOACTIVOS”**

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:**

**INGENIERO QUÍMICO**

**P R E S E N T A :**

**GRANADOS GUERRERO LEONARDO**



**DIRECTORA DE TESIS:  
I.Q. ATENEA JOSEFINA CHONG SANTIAGO**

**ASESOR DE TESIS:  
DR. ROBERTO MENDOZA SERNA**

**CIUDAD DE MEXICO**

**MARZO, 2019**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**

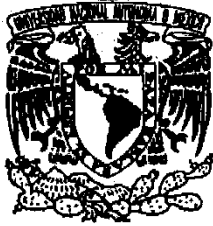


**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

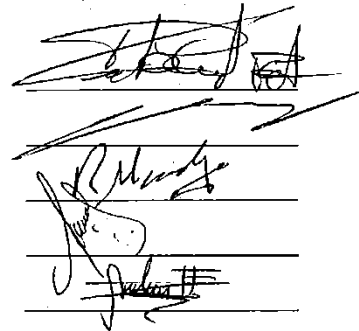
FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES "ZARAGOZA"

DIRECCIÓN

JEFE DE LA UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN  
ESCOLAR  
PRESENTE.

Comunico a usted que al alumno(a) Granados Guerrero Leonardo, con número de cuenta 31121658-9 de la carrera Ingeniería Química, se le ha fijado el día 22 del mes de Marzo de 2019 a las 09:00 horas para presentar su examen profesional, que tendrá lugar en la sala de exámenes profesionales del Campus II de esta Facultad, con el siguiente jurado:

PRESIDENTE	M. EN E. VÍCTOR ALBERTO CORVERA PILLADO
VOCAL	I.Q. ATENEA JOSEFINA CHONG SANTIAGO
SECRETARIO	DR. ROBERTO MENDOZA SERNA
SUPLENTE	FIS. CARLOS JAVIER MARTÍNEZ GÓMEZ
SUPLENTE	I.Q. ANDREA HERNÁNDEZ FERNÁNDEZ



El título de la tesis que se presenta es: "Influencia de los Precursores de Titanio en la Obtención de Sistemas Mixtos de SiO<sub>2</sub> – TiO<sub>2</sub> sintetizados por el Proceso Sol – Gel y su posible aplicación como Materiales Bioactivos".

Opción de Titulación: Proyecto Tesis

ATENTAMENTE  
"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"  
CDMX a 04 de Marzo de 2019.

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES "ZARAGOZA"  
DIRECCIÓN  
DR. VICENTE JESÚS HERNÁNDEZ ABAD  
DIRECTOR

RECIBI:  
OFICINA DE EXÁMENES PROFESIONALES  
Y DE GRADO

Vo.Bo.  
M. EN C. CESAR SABL VELASCO HERNÁNDEZ  
JEFE DE LA CARRERA DE I.Q.



## AGRADECIMIENTOS.

*A mi madre Reyna, quien siempre confió en mí, me apoyaste de muchas maneras en todas ocasiones y alentándome en mis malos momentos, este logro es para ti, para que estés muy orgullosa.*

*A la UNAM y la FES ZARAGOZA por permitir consolidar mi carrera en la mejor escuela de México, la cual me enseñó a dar lo mejor de mí en todo momento.*

*A mi tutora, la Mtra. Atenea J. Chong Santiago por su apoyo en las dudas que tuve y su paciencia en la elaboración de esta tesis.*

*Al Dr. Roberto Mendoza Serna, quien me permitió formar parte de este proyecto-tesis gracias al cual adquirí grandes conocimientos que me serán de utilidad en mi vida laboral y que me permitieron titularme.*

*A mis compañeros del proyecto-tesis que me explicaron muchas veces cosas que no entendía o apoyándome en la parte experimental, siempre resaltando sus cualidades de compañerismo.*

*A mi familia Joselyn e Ian, cada vez más cerca del futuro que tenemos planeado.*

*A mi padre Mario por enseñarme que la vida no es fácil.*

*A todos los grandes profesores de la carrera de Ingeniería Química que tuve el privilegio de conocer y los cuales me dieron los conocimientos necesarios para llegar a ser Ingeniero.*



**Se quiere dar un especial agradecimiento al apoyo brindado  
para la realización de este proyecto de investigación  
que se realizó bajo el auspicio del proyecto del  
Programa de Apoyo a Proyectos para la Innovación y Mejoramiento  
de la Enseñanza (PAPIME), con clavePE102816 de la  
Dirección General de Asuntos del Personal Académico  
(DGAPA) de la UNAM.**

**“Por mi raza hablará el espíritu “**

**José Vasconcelos**



# ÍNDICE.

INTRODUCCION.....	1
RESUMEN DEL PROYECTO.....	3
OBJETIVO GENERAL.....	6
OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	6
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	7
HIPOTESIS.....	7
JUSTIFICACIÓN.....	8
ALCANCES.....	9
CAPÍTULO I. ¿QUÉ SON LOS MATERIALES BIOACTIVOS?.....	10
1.1 BIOCMPATIBILIDAD.....	12
1.2 CIENCIA DE LOS BIOMATERIALES.....	13
1.3 MULTIDISCIPLINARIO.....	13
1.4 MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN.....	14
I.4.1 BIOMATERIALES METÁLICOS.....	14
I.4.2 BIOMATERIALES CERÁMICOS.....	16
I.4.3 BIOMATERIALES COMPUESTOS.....	17
1.4.4 EN FUNCIÓN DE LA RESPUESTA DEL PROPIO ORGANISMO.....	19
1.5 ANTECEDENTES.....	21
I.6 USOS – APLICACIONES.....	25
CAPÍTULO II. ¿QUE ES EL FLUIDO CORPORAL SIMULADO?.....	26
2.1 CONDICIONES DEL ESTUDIO.....	28
2.1.1 MEDIOS NATURALES.....	28
2.1.2 MEDIOS ARTIFICIALES.....	30
2.2 PREPARACIÓN.....	32
CAPÍTULO III. SÍNTESIS DE MATERIALES BIOACTIVOS POR SOL - GEL.....	34
3.1 ¿QUÉ ES EL PROCESO SOL-GEL?.....	35
3.2 ETAPAS.....	37
3.3 ANTECEDENTES.....	39
3.4 TÉCNICAS.....	41
3.5 VENTAJAS DE LA SÍNTESIS DE SOL-GEL.....	43
3.6 LIMITACIONES DE LA SÍNTESIS SOL-GEL.....	45



CAPÍTULO IV. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	46
4.1 ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA VISIBLE (UV-VIS).....	48
4.1.1 LEY DE BEER.....	49
4.1.2 APLICACIONES. ....	50
4.1.3 ESPECTROFOTÓMETRO ULTRAVIOLETA-VISIBLE. ....	50
4.2 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FT IR). .....	52
4.2.1 APLICACIONES. ....	54
4.2.2 EL PROCESO DE ANÁLISIS DE MUESTRA. ....	55
4.2.3 VENTAJAS DE LA ESPECTROSCOPIA FT-IR. ....	56
CAPÍTULO V. SÍNTESIS DE MATERIALES EN EL LABORATORIO DISEÑO EXPERIMENTAL.....	58
5.1 MATERIALES. ....	60
5.2 REACTIVOS QUÍMICOS. ....	61
5.3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL. ....	63
5.3.1 SÍNTESIS DE SOL STOCK Y SOL A2. ....	63
5.3.2 SINTESIS DE LOS SOLES MIXTOS DE SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> . ....	65
5.4 SÍNTESIS DEL FLUIDO CORPORAL SIMULADO (S.B.F.) ....	71
5.5 DEPOSICIÓN DE PELLETS DE LOS SISTEMAS MIXTOS CON LA VARIACION DE ALCOXIDOS EN FLUIDO CORPORAL SIMULADO (S.B.F.) ....	74
CAPÍTULO VI. CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES EN EL LABORATORIO ..	76
6.1 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA VISIBLE (UV- VIS).....	77
6.1.1 INTERPRETACIÓN DE LOS GRÁFICOS OBTENIDOS EN EL UV-VIS.....	78
6.2 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJOS POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FT-IR). ....	85
6.2.1 INTERPRETACIÓN DE LOS GRÁFICOS OBTENIDOS EN EL FT-IR. ....	86
ANALISIS DE RESULTADOS.....	99



CONCLUSIONES.....	102
BIBLIOGRAFÍA .....	104
GLOSARIO.....	107
APENDICE .....	110
LISTA DE FOTOGRAFIAS .....	110
LISTA DE GRÁFICAS .....	112
LISTA DE IMÁGENES.....	113
LISTA DE TABLAS .....	114





## INTRODUCCION.

Un material bioactivo es aquel que permitirá reemplazar parte de un sistema vivo o que está en íntimo contacto con fluidos biológicos. El hecho concreto es que los biomateriales están preparados para ser utilizados en seres vivos, su estudio es un tema que tiene un auge indiscutible en la actualidad y que ha experimentado un espectacular avance en los últimos años, motivado fundamentalmente por el hecho de que la esperanza de vida de la población aumente de forma considerable.

El presente proyecto de investigación se enfoca en analizar como es la influencia de los precursores de titanio para la obtención de sistemas mixtos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , y su posible aplicación como materiales bioactivos.

Al abordar el tema de los biomateriales resulta necesario, analizar su relación con el Fluido Corporal Simulado y las propiedades con las que debe de contar, la forma principal de síntesis: el método Sol-Gel, los tipos de pruebas para conocer su composición: las Técnicas de Caracterización y los antecedentes de cada tópico mencionado.

La importancia de estudiar este tema en particular radica en la adecuada compatibilidad de los biomateriales que se utilizan en el proceso de integración, está comúnmente aceptado que la selección adecuada de los biomateriales de un implante es clave en su duración. Es un tema en el cual se ha avanzado mucho, y que ha permitido garantizar por largos años el mantenimiento de las piezas implantadas.



El desarrollo de esta investigación se dividió en dos partes para comprobar la biocompatibilidad en los sistemas de Óxido de Silicio con precursores de Titanio en una relación 90%  $\text{SiO}_2$ –10%  $\text{TiO}_2$ , siendo la primera parte teórica para la recopilación de información acerca de los principales tópicos de la misma, la segunda parte fue experimental la cual contempla a la información teórica seleccionada para realizar un análisis entre la información experimental obtenida por las técnicas de caracterización.

Durante la realización experimental, uno de los obstáculos en la síntesis fue que algunos de los sistemas requirieron una adición de otros reactivos (catalizador) para poder cumplir con las propiedades de homogeneidad y transparencia, resultando en una variante interesante al momento de considerar si las muestras o no pueden ser bioactivas.



## RESUMEN DEL PROYECTO.

El propósito de la presente investigación fue analizar la bioactividad de cinco sistemas mixtos con diferentes precursores en base de Titanio (Métoxido, Etóxido, Propoxido, Butóxido e Isopropoxido), y con ello poder determinar su posible aplicación potencial como biomateriales, con un posterior uso en forma de implantes o prótesis en la funcionalidad del cuerpo humano.

Este trabajo, se encuentra seccionado por capítulos que explican las bases teóricas que presentan los fundamentos dando un mayor entendimiento a lo realizado en la investigación experimental.

En el primer capítulo se explican los conceptos acerca de los materiales bioactivos, los materiales de construcción que hay, su historia y las modificaciones que presentaron a lo largo del tiempo con el surgimiento de nuevos conocimientos y sus aplicaciones particulares en diferentes contextos.

El segundo capítulo nos habla sobre el Fluido Corporal Simulado (S.B.F.), su importancia para probar la bioactividad de un material, que tipo de medio es y el principal método para su síntesis elaborado por Kokubo et al.

En el tercer capítulo se expone sobre el proceso Sol-Gel y las técnicas existentes para la elaboración de óxidos mixtos con estructura porosa, las etapas en las que se divide este proceso, la importancia de su control para ajustar las características del material resultante y las ventajas que son proporcionadas.



El cuarto capítulo se describe el concepto de las Técnicas de Caracterización explicando la función que realizan, se presentan las técnicas empleadas como son la Espectroscopia Ultravioleta Visible (UV-VIS) y la Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR) que proporcionaron información de las propiedades de los sistemas sintetizados.

En el quinto capítulo se presenta la metodología que se siguió en base al método Sol-Gel utilizando el agente quelante Acetilacetona ( $C_5H_8O_2$ ) para la síntesis de los sistemas Óxido de Silicio-Métoxido, Óxido de Silicio-Etóxido, Óxido de Silicio-Propóxido, Óxido de Silicio-Butóxido y Óxido de Silicio-Isopropóxido. Cada uno de estos sistemas fue sometido a ultrasonidos de alta frecuencia con el propósito de mejorar la interacción molecular de las especies químicas presentes en las soluciones, así mismo se realizaron las pruebas individuales en su fase líquida con las técnicas de caracterización. De igual manera se explican los reactivos ocupados para la preparación del Fluido Corporal Simulado (S.B.F.) con sus correspondientes cantidades estequiometrias controlando el pH requerido para este tipo de sistemas.

En la etapa de gelificación de los 5 sistemas de Oxido de Silicio con sus respectivos precursores de titanio, se procedió a la trituración de los sistemas antes mencionados obteniéndose una fase polvo la cual se transformo en pellets, siendo estos sumergidos por 8 días en Fluido Corporal Simulado (S.B.F.), para después retirar el S.B.F. para dar paso a las pruebas de caracterización, analizando la estructura de los sistemas y poder concluir si estos son bioactivos y biocompatibles para el cuerpo humano.



En el sexto capítulo se describe el procedimiento llevado a cabo para la caracterización de cada una de las muestras en los equipos de Espectroscopia Ultravioleta Visible (UV-VIS) y Espectroscopia de Transformada de Infrarrojos de Fourier (FT-IR), y en base a los resultados obtenidos de las pruebas en formas de gráficas se procedió a la interpretación de las mismas.

En el séptimo y último capítulo se presentan las conclusiones que se formularon por la obtención de materiales bioactivos así como la interpretación de las gráficas generadas de cada uno de los sistemas, respondiendo a los objetivos que se establecieron en el presente trabajo de investigación experimental y alternativa para la obtención de grado en forma de Tesis.



## **OBJETIVO GENERAL.**

La realización de esta investigación tiene el propósito de contribuir con la sociedad, sobre todo al área medica; aportando la síntesis de Sistemas de Óxidos Mixtos de manera experimental al desarrollo de la Ciencia de Materiales aplicando de manera ingenieril los conocimientos que se adquirieron a lo largo de la carrera y poder desarrollarlos en nuestro quehacer profesional, lo cual nos permitirá adentrarnos en el área de los Materiales Bioactivos, a través de la preparación de cinco materiales distintos en base a cinco diferentes Precursores de Titanio.

## **OBJETIVOS ESPECÍFICOS.**

Investigar las principales Bases Teóricas que caracterizan al Proceso Sol-Gel y a los Biomateriales, así como también de las principales Técnicas de Caracterización por los cuales estas muestras pueden ser analizadas.

A través del Proceso Sol Gel, se pretende sintetizar Sistemas de Óxidos Mixtos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , variando el precursor de Titanio a Metóxido, Etóxido, Propóxido, Isoprópoxido y Butóxido, con el propósito de poder determinar la efectividad de cada uno de estos y con ello realizar un estudio comparativo de los materiales sintetizados para poder determinar cual presenta mejores propiedades para actuar como Biomaterial.

Obtener a escala laboratorio un Fluido Corporal Simulado (S.B.F.), que permita determinar la Bioactividad de los materiales ya obtenidos.



Utilizar técnicas de caracterización que nos proporcionaran una serie de gráficos, siendo estos útiles en la comprobación de la composición, estructura así como la Bioactividad de los materiales sintetizados, como los son espectroscopias de Ultravioleta Visible (UV-Vis) y Transformada de Fourier de Infrarrojos (FTIR).

### **PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.**

¿Los materiales obtenidos a partir del proceso Sol-Gel utilizando precursores de titanio serán útiles en el campo de biomateriales?

¿Afecta el estado físico en la síntesis de los sistemas mixtos inorgánicos?

¿Las técnicas de caracterización, de que manera confirman la bioactividad de nuestros sistemas?

### **HIPOTESIS.**

De acuerdo a investigaciones científicas reportadas, los materiales que son sintetizados aplicando la metodología Sol-Gel pueden aplicar en diversas áreas de estudio y por lo tanto se deduce que el enfoque a biomateriales arrojará interesantes resultados, y más aun si los precursores utilizados en la síntesis de reacción contienen el metal de Titanio, ya que los materiales que se han obtenido como implantes o prótesis contienen este elemento en su estructura.



## JUSTIFICACIÓN.

En la actualidad vemos toda una explosión de implantes debido al descubrimiento de nuevos materiales inertes que permiten reemplazar partes del organismo que se han visto afectados en un accidente o enfermedad, o por la estética ya que se desea que determinadas partes del cuerpo tengan un contorno diferente. Los progresos actuales en la Ciencia de los Materiales están posibilitando la mejora de las utilidades clásicas de los biomateriales así como el diseño de nuevas y prometedoras aplicaciones.

El presente trabajo de investigación nos permitió conocer la utilidad de sistemas mixtos que puedan ser incorporados o implantados dentro de un organismo vivo como biomateriales para reemplazar o restaurar alguna función permaneciendo en contacto permanente o intermitente con fluidos corporales.

Dentro de la información proporcionada, se encuentran las gráficas obtenidas por las técnicas de caracterización de los sistemas con las condiciones ya mencionadas, donde se otorga información de sus composiciones en el periodo de envejecimiento el cual fue analizado durante 3 semanas hasta su etapa de gelificación. Presenta información nueva sobre el comportamiento de los sistemas en forma de pellets y su inmersión en Fluido Corporal Simulado durante un tiempo de 15 días, analizando sus propiedades por las técnicas de caracterización. La importancia de esta investigación radica en que los biomateriales restauran funciones de tejidos vivos y órganos en el cuerpo, por lo cual es esencial entender las relaciones existentes entre las propiedades, funciones y estructuras de los materiales, así como el posible uso de distintos materiales sintetizados para esta aplicación como los ya mencionados.





## ALCANCES.

El proyecto se centra en determinar la bioactividad de cinco sistemas sintetizados por el método Sol-Gel que se sometieron a ultrasonidos de alta frecuencia para una mejor interacción molecular, estos fueron Óxido de Silicio-Métoxido, Óxido de Silicio-Etóxido, Óxido de Silicio-Propoxido, Óxido de Silicio-Butóxido y Óxido de Silicio-Isopropoxido, en una relación de 90% de  $\text{SiO}_2$  – 10% de  $\text{TiO}_2$  siendo este la base de cálculo para las cantidades a emplear de los precursores de titanio, el agente quelante y los demás reactivos empleados.

En esta investigación se pretende asimilar el concepto de material bioactivo, las características que debe tener para cumplir esta propiedad y los usos que puede presentar en diferentes contextos.

Conocer el proceso Sol-Gel y sus etapas que permiten la síntesis de sistemas mixtos orgánicos, así como las ventajas que presenta este método por su control en las propiedades de los sistemas.

Explicar la metodología de la correcta elaboración de un Fluido Corporal Simulado (S.B.F.) el cual se ocupó para comprobar la bioactividad de los materiales sintetizados, recalcando las condiciones requeridas de este sistema.

Describir la secuencia de uso en las técnicas de caracterización para los sistemas elaborados únicamente en su estado líquido, durante el periodo de envejecimiento hasta su etapa de gelificación y en su forma de pellets, descartando aquellas que no presenten propiedades bioactivas.



# **CAPÍTULO I.**

# **¿QUÉ SON LOS**

# **MATERIALES**

# **BIOACTIVOS?**

Existen muchas propuestas para su definición, esto produce que no haya una definición final elegida entre los expertos en el campo. Sin embargo, las definiciones siguientes generan una idea de los conceptos que se abarcan:

- Material utilizado en un dispositivo médico, pensado para interactuar mutuamente con sistemas biológicos.
- Cualquier sustancia o combinación de sustancias de origen natural o artificial que puede ser usada durante cierto tiempo como un todo o como parte de un sistema que permite tratar, aumentar o reemplazar algún tejido, órgano o función del cuerpo humano.
- Material sintético empleado para reemplazar parte de un sistema vivo o que está en íntimo contacto con fluidos biológicos.

Claro está que no cualquier material puede ser empleado como biomaterial. Para ello, debe tener una característica muy especial, ser biocompatible.

El hecho concreto es que los biomateriales están preparados para ser utilizados en seres vivos, su estudio es un tema que tiene un auge indiscutible en la actualidad y que ha experimentado un espectacular avance en los últimos años, motivado fundamentalmente por el hecho de que la esperanza de vida de la población aumenta de forma considerable.



*Imagen 1.- Implante de biomaterial.*



## **1.1 BIOCOMPATIBILIDAD.**

Narayan (2009), señala que el término “biocompatibilidad” a menudo se asocia con pruebas de cultivo celular de biomateriales. En muchos casos, los métodos de prueba in vitro simples se emplean con un biomaterial potencial como muestra de prueba. Si se obtiene un resultado positivo, es decir, las células permanecen viables, entonces el material se etiqueta como “biocompatible”. Si las células mueren o se ven afectadas significativamente de manera adversa, el material se etiqueta como “no biocompatible”.

La biocompatibilidad se refiere a la capacidad de un material para realizar una función. La capacidad para realizar y continuar desempeñando esta función depende no solo de su interacción con el tejido, sino también de las propiedades mecánicas y físicas intrínsecas del material.

“La biocompatibilidad generalmente puede considerarse como la capacidad de un material para interactuar con células/tejidos vivos o un ser vivo por no ser tóxico, dañino o causar reacciones inmunológicas mientras realiza su función deseada de manera adecuada”, (Bumgardner, et al., 2004).

Una definición de consenso es más útil, ya que satisface a todos, desde todos los campos por igual. Dicha definición se llegó a la Conferencia de consenso (Sociedad Europea de Biomateriales) sobre Definiciones en Biomateriales (1986), en la que biocompatibilidad se definió como “la capacidad de un material para realizar con una respuesta de host adecuada en una aplicación específica”.

## 1.2 CIENCIA DE LOS BIOMATERIALES.

La ciencia de los biomateriales es el estudio físico y biológico de materiales y su interacción con el entorno biológico. Tradicionalmente, el desarrollo más intenso y la investigación se han dirigido hacia la síntesis de biomateriales, optimización, caracterización, pruebas y la biología de interacciones de material de host. (Ratner, Hoffman, Schoen y Lemons, 2004). Podemos discernir características centrales en el campo de los biomateriales. Aquí hay algunas consideraciones que son centrales.

## 1.3 MULTIDISCIPLINARIO

Más que cualquier otro campo de tecnología contemporánea, la ciencia de los biomateriales reúne a investigadores de diversos antecedentes que deben comunicarse claramente. En la imagen se presenta una lista de algunas de las disciplinas que se encuentran en la progresión desde la identificación de la necesidad de un biomaterial o dispositivo hasta su fabricación, venta e implantación.

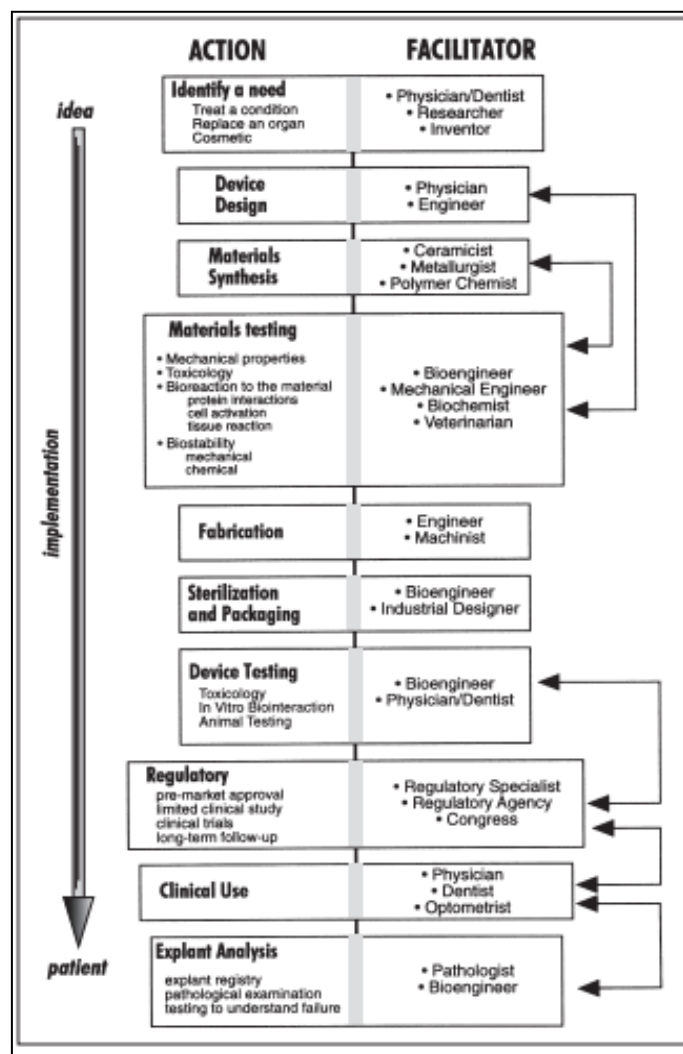


Imagen 2.- Disciplinas reunidas para la elaboración de biomateriales.



## **1.4 MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN.**

No es sorprendente que las diferentes condiciones de uso hayan llevado a una gama igualmente variada de biomateriales aceptados. El reemplazo de tejido con sintéticos se logra al seleccionar el material que tiene propiedades físicas más similares a las del tejido natural. Existen aplicaciones quirúrgicas de grupos de, concretamente, metales, aleaciones, cerámicas, polímeros y materiales compuestos, y la comparación de propiedades mecánicas de materiales biológicos y biomateriales, respectivamente. Aleaciones metálicas rígidas, cerámicas, compuestos reforzados con fibra y polímeros de alto peso molecular se utilizan para reemplazar el hueso y la dentina. Por el contrario, los elastómeros blandos y flexibles se emplean para la reconstrucción de tejidos blandos. Hay metales eléctricamente conductores para electrodos, plásticos ópticamente transparentes para prótesis intraoculares y materiales radio-opacos para actuar como marcadores, (Bhat, 2002).

### **I.4.1 BIOMATERIALES METÁLICOS.**

Los metales fueron los primeros biomateriales que se utilizaron. Ya que en general no se encuentran puros en la naturaleza, (salvo excepciones) se tuvieron que diseñar métodos para extraerlos, además son muy blandos y fáciles de deformar.

En el cuerpo humano, se emplean básicamente como elementos estructurales, con el objetivo de reemplazar algunas partes del cuerpo. Son utilizados para soportar cargas pesadas debido a sus buenas propiedades mecánicas y se suma el hecho de que este tipo de materiales podían llegar a tener resistencia a la corrosión en el organismo humano.



Dentro de los metales, tres aleaciones principales, a saber, titanio-aluminio, acero inoxidable y aleaciones de cobalto-cromo, se utilizan universalmente para la mayoría de las aplicaciones de carga elevada en el sistema esquelético. La conducción de metales como el platino y las aleaciones de platino-iridio se utilizan para la estimulación eléctrica del corazón, (Bhat, 2002).

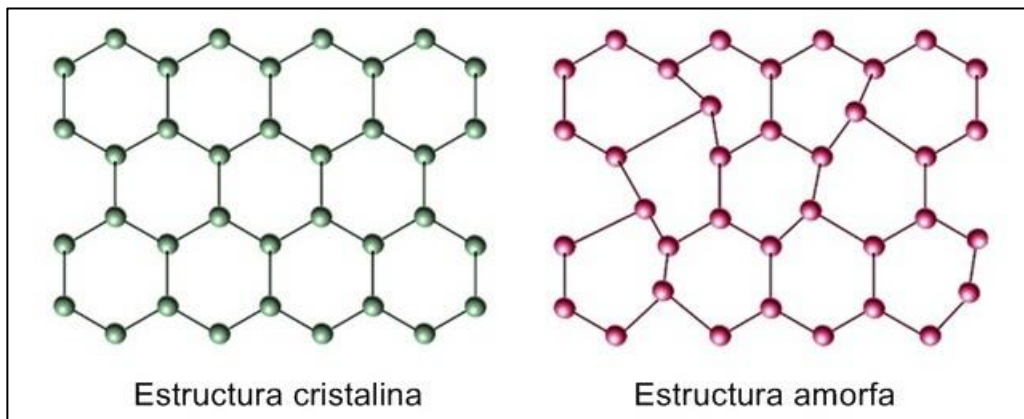
El primer biomaterial metálico del que se tiene conocimiento, se utilizó en la década de 1920, cuando Reiner Erdle (médico-dentista) y Charles Prange (metalúrgico), desarrollaron el 'Vitallium', una aleación de cobalto (65 por ciento de Co, 30 de Cr y 5 de Mo) para restauraciones dentales;(Hernández, Suarez, Robles, Contreras y Mejía, 2016).

Entre sus aplicaciones están la ortopedia, en dispositivos para la fijación de fracturas y en sustitución de articulaciones; y en ortodoncia, para evitar desplazamientos de los dientes y también para realizar implantes o prótesis. Cabe aclarar que aunque los biometales tienen múltiples aplicaciones a nivel médico, el número de aleaciones que pueden soportar el medio tan agresivo que constituye el organismo humano es reducido.

## I.4.2 BIOMATERIALES CERÁMICOS.

Los cerámicos son materiales compuestos por elementos metálicos y no metálicos que se mantienen unidos por enlaces iónicos y/o covalentes.

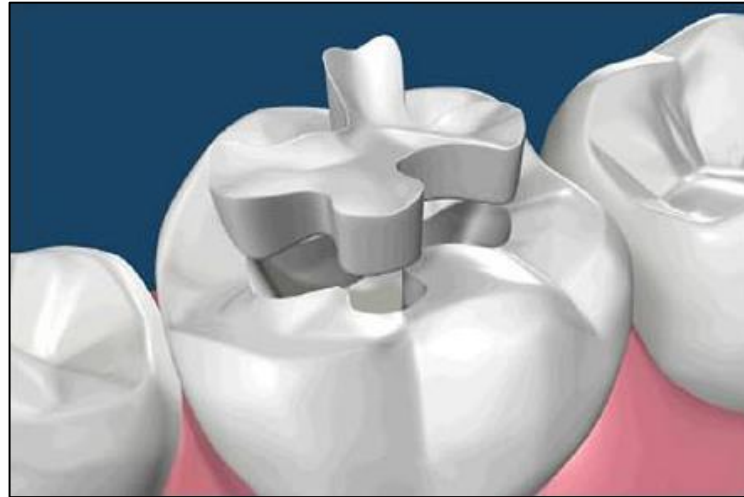
En general, tienen estructuras cristalinas como los metales, excepto los vidrios, que son amorfos. Son malos conductores de electricidad y de calor. La fuerza de los enlaces hace que sean materiales duros y frágiles, y tienen una muy baja de formación plástica.



*Imagen 3.-Estructuras de cerámicas y vidrios.*

Los biomateriales se empezaron a utilizar aproximadamente en la década de 1970, aunque su fragilidad restringió en gran medida su utilización, por lo cual se utilizan solamente para aplicaciones en las cuales no se necesiten altas presiones mecánicas y que no tengan que soportar cargas, por ejemplo en cirugías de oído, relleno de defectos óseos y en recubrimientos de implantes dentales y articulaciones metálicas.





*Imagen 4.- Incrustación de cerámica.*

“La alúmina es un material cerámico extremadamente estable e inerte, que se usa en reemplazos de articulaciones ortopédicas. El vaso bioactivo se utiliza para mejorar las propiedades de la superficie de alúmina y aleaciones metálicas”; (Bhat, 2002).

Las cerámicas degradables, que se basan casi invariablemente en fosfatos de calcio, tienen aplicaciones en la regeneración de tejidos duros. En aplicaciones cardiovasculares, los carbones inertes se usan para mejorar la compatibilidad de la sangre.

#### **I.4.3 BIOMATERIALES COMPUESTOS.**

Sus propiedades son muy variadas según los elementos que los constituyan, usados en todos los campos de la bioingeniería.

Los materiales compuestos consisten en dos o más tipos de fases y en las que las propiedades mecánicas se alteran significativamente en comparación con los constituyentes homogéneos. Tienen buenos enlaces interfaciales entre las fases.

Los materiales compuestos ofrecen una variedad de ventajas en comparación con materiales homogéneos. Estos incluyen: control sobre las propiedades del material a granel y mejoras en las propiedades de la superficie.

Las propiedades a granel de los materiales compuestos dependen de la fracción de volumen, la forma de las heterogeneidades y de la unión interfacial entre los constituyentes.

Refuerzos de partículas y fibras se han utilizado para mejorar las propiedades de los biomateriales. Por ejemplo, la inclusión de partículas de sulfato de bario en el cemento de PMMA mejora considerablemente la rigidez y la fatiga. El caucho utilizado en los catéteres suele estar reforzado con partículas muy finas de sílice ( $\text{SiO}_2$ ) para mejorar la resistencia.

Los materiales compuestos dentales modernos son una mezcla de partículas de vidrio o cerámica dispersa en una matriz de resina orgánica polimérica con los agentes de acoplamiento de silano interconectados. Este último provoca la adhesión entre la matriz de resina y los rellenos de silicato.



*Imagen 5.- Cemento de PMMA.*



Es interesante observar que muchos tejidos naturales son de hecho materiales compuestos que contienen dos o tres fases, que producen las propiedades estructurales y mecánicas necesarias requeridas para cumplir las funciones fisiológicas. Hueso, dientes, articulaciones, ligamentos, piel, etc.; son ejemplos de compuestos naturales. Por lo tanto, los desarrollos futuros en biomateriales involucrarán cada vez más a sistemas multicomponentes.

#### **1.4.4 EN FUNCIÓN DE LA RESPUESTA DEL PROPIO ORGANISMO.**

##### **1.4.4.1 BIOINERTES.**

Presentan una respuesta biológica mínima frente al ambiente fisiológico donde se encuentran; en ellos se da una fijación mecánica caracterizada por la formación de una capa fibrosa delgada no adherente la cual es desfavorable para la unión entre el hueso y el material, ya que se producen micro-movimientos e inestabilidad del implante resultando en la falla y rechazo del mismo.

Los materiales bioinertes no exhiben ningún enlace biológico con el hueso huésped, in vivo. Sin embargo, los materiales bioinertes exhiben adhesión celular y proliferación, aunque en un grado mucho menor que los materiales bioactivos. Por lo tanto, estos materiales son esencialmente cito-compatibles, (Basu, 2017).

Los biomateriales de la primera generación fueron conocidos por su bioinertidad y su desarrollo se centró en la reducción de la respuesta inmune del cuerpo extraño.

Los ejemplos comunes de los biomateriales de primera generación incluyen materiales industriales “listos para usar” no destinados específicamente para uso clínico, tales como caucho de silicona y carbono pirolítico para recubrimiento inerte en válvulas cardíacas artificiales.

Las primeras válvulas cardíacas (hechas de teflón), los stents cardiovasculares, los implantes dentales y las prótesis totales de reemplazo de cadera también pertenecen a los biomateriales de primera generación. Aquí, el foco estaba en las propiedades del material y la naturaleza bioinerte de los materiales; (Basu, 2017).

La mayoría de los materiales metálicos sin modificaciones superficiales son ejemplos de materiales bioinertes. Estos materiales bioinertes se usan genéricamente en juntas articuladas de soporte de carga.

#### **1.4.4.2 BIOACTIVOS.**

Están definidos como aquellos materiales que tienen una respuesta biológica específica en la intercara del material, la cual influye en la formación de un enlace fuerte de éste con el tejido receptor.

La naturaleza, composición y propiedades mecánicas de los materiales bioactivos, hacen que la respuesta biológica al momento de ser implantados difiera en aspectos como el tiempo de integración con los tejidos, el mecanismo de unión, entre otras.



*Imagen 6.- Implantes de oro.*



En general, los materiales bioactivos generan dos tipos de unión en la interfaz de material de implante: reacción osteo-productora y unión osteo-conductiva.

La bioactividad osteo-productiva ocurre cuando un material elige tanto una respuesta intracelular como extracelular en su interfaz. Sin embargo, los materiales osteo-conductivos, por ejemplo, HA sintética, provocan solo una respuesta extracelular en su interfaz. De los materiales bioactivos actuales, solo unos pocos vidrios bioactivos exhiben bioactividad osteo-productiva; (Zhang, 2014).

### **1.5 ANTECEDENTES.**

Lo que, actualmente se denomina ciencia de los biomateriales es muy reciente como disciplina científica; sin embargo, el uso de biomateriales data de tiempos remotos.

En 1829, H. S. Levert realizó los primeros estudios tendientes a determinar la compatibilidad biológica de materiales para implantes, ensayando plata, oro, plomo y platino en perros.

En 1886, el cirujano alemán H. Hansmann empleó por primera vez placas de acero para facilitar la reparación de fracturas de huesos. Éstas adolecían de defectos de diseño y se deterioraban rápidamente en el cuerpo humano. Años más tarde, en el 19° Congreso de la Sociedad Alemana de Cirugía se presentó los primeros conceptos para el trasplante total de cadera, algunos de los cuales todavía están en práctica.



En 1893, W. A. Lane desarrolla un sistema de tornillos de carbón para placas de fijación de fractura de huesos y un par de años más tarde, William Roentgen descubre los Rayos X, los cuales se transforman en una herramienta insustituible de diagnóstico en la ortopedia y traumatología.

En el siglo XX comienza a trabajarse con aceros inoxidables (que fueron desarrollados a partir de 1912), como material resistente a la corrosión y adecuado para dispositivos ortopédicos.

En 1931, un cirujano de Boston, Marius Smith-Petersen desarrolla un dispositivo de vidrio destinado a la aplicación en prótesis parciales de cadera y clavos para la fijación de huesos.

En 1938, cirujanos británicos llevan a cabo el primer reemplazo total de cadera y, como consecuencia de los desarrollos generados por la medicina durante la Segunda Guerra Mundial, se introducen nuevas técnicas ortopédicas y quirúrgicas.

Luego de la Segunda Guerra Mundial, Sir Harold Ridley inventa las lentes intraoculares de acrílico. Esto surge a partir de cuidadosas observaciones realizadas sobre aviadores, quienes como consecuencia de accidentes, tenían implantados en sus ojos fragmentos de parabrisas de los aviones caza Spitfire y Hurricane.

Dichos aviadores no presentaban reacción alérgica al material implantado (lo que hoy denominaríamos Material Biocompatible) y basado en esas observaciones, Ridley averiguó el origen de dicho material (denominado ICI Perspex) y con él, fabricó las primeras lentes intraoculares para ser aplicadas luego de las operaciones de cataratas.



El primer implante se efectuó en noviembre de 1949, y a pesar de los fracasos iniciales, las ingeniosas observaciones de Ridley, su creatividad y talento han permitido la implantación de más de 7 millones de lentes intraoculares por año. El concepto de “biocompatibilidad” de Ridley cambió el curso de la historia y mejoró la calidad de vida de millones de pacientes que sufren de cataratas.

En 1943, P. H. Harmon experimentó con copas de acrílico para el reemplazo de la articulación de cadera y, tres años más tarde, los hermanos Judet introducen una cadera de acrílico. Ésta, poco tiempo después, demuestra ser muy débil, con lo que se concluye que debe realizarse un esfuerzo para estudiar y mejorar las aleaciones metálicas como candidatas para futuras prótesis.

A principios de la década del 50, se desarrollan las aleaciones base titanio, las que aún siguen empleándose con éxito en implantes. En esa misma década, las caderas de acero inoxidable comienzan a ser implantadas en forma regular.

En la década del 70, comienza el uso de materiales porosos para asegurar el crecimiento del hueso alrededor del implante y, en la siguiente década, se mejoran, sustancialmente, tanto los materiales como las técnicas quirúrgicas.

En la actualidad existen grupos académicos enteros dedicados a los biomateriales, muchos programas de estudios de biomateriales en diversas universidades e institutos de investigación que se consagraron a la educación y a la exploración en ciencia e ingeniería de los biomateriales.



Paralelamente a la investigación y al esfuerzo educativo, se han desarrollado cientos de compañías que utilizan biomateriales para fabricar dispositivos biomédicos. Finalmente, es de destacar que recién a partir de 1990 comienza la publicación de libros de texto sobre la ciencia de los biomateriales.

La siguiente tabla refuerza de igual manera los principales desarrollos históricos de los biomateriales.

*Tabla 1.- Desarrollos históricos de biomateriales.*

<b>Año</b>	<b>Autor</b>	<b>Actividad</b>
<b>1860-1870</b>	J. Lister	Técnicas quirúrgicas asépticas desarrolladas
<b>1893-1912</b>	W.A. Lane	Tornillos de acero y placas para la fijación de fracturas
<b>1912</b>	W.D. Sherman	Placa de acero al vanadio, primera aleación desarrollada exclusivamente para uso médico; menos concentración de tensión y corrosión
<b>1926</b>	E.W. Hey-Groves	Tornillo de carpintero usado para la fijación de fracturas de cuello femoral
<b>1931</b>	M.N. Smith-Petersen	Primer clavo de fijación de fractura de cuello femoral diseñado originalmente de acero inoxidable, luego cambiado a Vitallium.
<b>1938</b>	P. Wiles	Primer reemplazo total de cadera.
<b>1944</b>	W.J. Kolff	Hemodializador.
<b>1946</b>	J. Juder and R. Judet	Primera prótesis de cadera diseñada biomecánicamente. Primeros plásticos utilizados en el reemplazo de articulaciones.
<b>1958</b>	J. Chamley	Primer uso de cemento óseo acrílico en reemplazos totales de cadera.
<b>1960</b>	A. Starr, M. I. Edwards	Válvula del corazón.
<b>1980s</b>	W.J. Kolff et al.	Corazón artificial.





## I.6 USOS – APLICACIONES.

Los biomateriales son empleados en distintos contextos y cada uno de ellos asociado a algún tipo de aplicación particular. Veamos algunas posibilidades:

- Para reemplazo de partes dañadas, enfermas o faltantes: máquina para diálisis renal, reemplazo de la articulación de la cadera, implantes y prótesis dentales, etc.
- Para asistir en cicatrizaciones y curaciones: suturas quirúrgicas, placas y tornillos para fijación de fracturas óseas, etc.
- Para mejorar funciones: marcapasos cardíacos, lentes de contacto, etc.
- En correcciones estéticas: modificación de labios, pechos, barbilla, etc.
- Como ayuda para diagnósticos y tratamientos: catéteres, electrodos específicos, drenajes, etc.

*Tabla 2.- Aplicaciones y materiales ocupados como biomateriales.*

<b>Aplicación</b>	<b>Material frecuentemente empleado</b>
<b>Sistema óseo, reemplazo de articulaciones, placas para la fijación de fracturas, cemento para huesos, reparación de defectos óseos, ligamentos y tendones artificiales, implantes dentales.</b>	<b>Aleaciones de titanio, acero inoxidable, polietileno, acero inoxidable, aleación cobalto-cromo, polimetilmetacrilato, hidroxiapatita, teflón, dacrón, titanio, alúmina, fosfato de calcio.</b>
<b>Sistema cardiovascular, prótesis vasculares, válvulas de corazón, catéter.</b>	Dacrón, teflón, poliuretano, tejido reprocessado, acero inoxidable, goma de silicona.
<b>Órganos, corazón artificial, placas para reparación de la piel, riñón artificial (hemodiálisis), respiradores artificiales</b>	<b>Poliuretano, materiales compuestos de silicona-colágeno, celulosa, poliacrilonitrilo, goma de silicona.</b>
Lentes intraoculares, lentes de contacto.	Polimetilmetacrilato, goma de siliconas, silicona-acrilato, hidrogeles.



# **CAPÍTULO II.**

## **¿QUE ES EL**

### **FLUIDO**

#### **CORPORAL**

##### **SIMULADO?**



El Fluido Corporal Simulado (S.B.F.) o plasma humano sintético es una solución con fuerza iónica similar a la del plasma de la sangre humana que se mantiene en las mismas condiciones de pH y temperatura fisiológicas.

El desarrollo de nuevos materiales con aplicaciones biomédicas requiere de la realización previa de determinados ensayos con los materiales que van a entrar en contacto con el cuerpo humano. Indudablemente, gran parte de los primeros ensayos se realiza in Vitro y no in Vivo. Para ello se utilizan medios naturales o creados artificialmente que tratan de simular los procesos que tiene lugar in Vivo; (Pastor, 2008).

El S.B.F. se usa normalmente para probar la bioactividad de un material, es decir, para verificar si un material induce la precipitación espontánea de HA, o para revestir bio-miméticamente materiales bioactivos conocidos con una capa de apatita similar en composición a la fase inorgánica del hueso;(Bertassoni y Coelho, 2015).

S.B.F. fue introducido por primera vez por Kokubo et al., con el fin de evaluar los cambios en una superficie de una vitrocerámica bioactiva. Posteriormente, se sugirió el medio de cultivo celular (como DMEM, MEM,  $\alpha$ -MEM, etc.), en combinación con algunas metodologías adoptadas en cultivo celular como una alternativa a la S.B.F. convencional en la evaluación de la bioactividad de los materiales.



## **2.1 CONDICIONES DEL ESTUDIO.**

La elección de las condiciones a utilizar depende del objetivo del estudio. Dentro de los ensayos in Vitro hay pruebas que requieren la utilización de medios que aporten los nutrientes necesarios para que se produzca el crecimiento de células. En otros casos los ensayos se pueden realizar en sistemas acelulares. Estos casos son mucho más sencillos, pero siempre están definidos mediante un protocolo que permita la reproducibilidad de los mismos.

Los medios utilizados para realizar ensayos biomédicos in Vitro pueden clasificarse en dos grandes grupos: medios naturales y medios artificiales. Estos a su vez pueden subdividirse en distintas categorías.

### **2.1.1 MEDIOS NATURALES.**

#### **2.1.1.1 COAGULOS PLASMA.**

El plasma sanguíneo es el componente líquido de la sangre, en el que se encuentran elementos formes (las células sanguíneas) en suspensión.

El plasma sanguíneo es un líquido amarillento claro constituido por un 95% de agua y el 5% restante por diversas sustancias en solución y suspensión. Estas sustancias incluyen: iones minerales (sodio, potasio, calcio, cloro.....), pequeñas moléculas orgánicas (aminoácidos, ácidos grasos y glucosa) y proteínas plasmáticas (albúminas, fibrinógeno...). En condiciones normales, las proteínas del plasma constituyen el 7-9% del plasma (6-8 g/100 ml), destacando tres grandes grupos de proteínas: albúminas, globulinas y factores de la coagulación como el fibrinógeno y la protrombina, (Reiriz, s.f.).



Las albúminas son las más pequeñas y abundantes y representan el 60% de las proteínas del plasma. Las sintetiza el hígado y actúan como transportadoras de lípidos y hormonas esteroides en la sangre, siendo responsables de la mayor parte de la presión osmótica (presión oncótica) que regula el paso de agua y solutos a través de los capilares.

Las globulinas representan el 40% de las proteínas del plasma. Se dividen en  $\alpha$ -globulinas,  $\beta$ -globulinas y  $\gamma$ -globulinas. Las  $\alpha$  y  $\beta$ -globulinas se sintetizan en el hígado, transportan lípidos y vitaminas liposolubles en la sangre. Las  $\gamma$ -globulinas (gamma globulinas) son anticuerpos producidos por las células plasmáticas y resultan fundamentales en la defensa del organismo frente a las infecciones.

#### **2.1.1.2 FLUIDOS BIOLÓGICOS.**

Como el amniótico, pleural, serum, etc., de estos el serum es el medio más ampliamente utilizado. Este fluido consiste de plasma en el que se han eliminado los factores de coagulación (como fibrina). Este medio puede ser obtenido de sangre de adulto, sangre de caballo, sangre de cordero. Para su utilización hay que tener en cuenta que las diferentes preparaciones de serum pueden diferir en sus propiedades.

#### **2.1.1.3 EXTRACTOS DE TEJIDO.**

“Podemos decir que es el conjunto de técnicas que nos permiten mantener células in vitro con una gran aproximación a sus propiedades y funciones in vivo”; (García, 2002).



Dependiendo del grado de preservación de la estructura del tejido u órgano de origen y del tiempo de su duración distinguimos diferentes tipos de cultivos: de órganos, primarios, secundarios, etc.

El término “cultivo de tejidos” suele ser usado como un término genérico que incluye el de cultivo de órganos y el de cultivo de células.

Algunos ejemplos de esta técnica son: extracto de embrión bovino, hígado, leucocitos, etc.

En el siguiente cuadro se muestran algunos de los hechos históricos más relevantes en el desarrollo de las técnicas y métodos de cultivo de tejidos.

*Tabla 3.- Desarrollo de técnicas y métodos de cultivo de tejidos.*

<b>Año</b>	<b>Autor</b>	<b>Actividad</b>
<b>1910</b>	Burrows	Empleó plasma de pollo para nutrir los cultivos embrionarios de pollo
<b>1916</b>	Rous y Jones	Utilizaron por primera vez extractos enriquecidos en tripsina para disociar células de los tejidos
<b>1961</b>	Hayflick y Moorehead	Describen la vida finita de las células humanas diploides
<b>1977</b>	Wigler y Axel	Desarrollan un método eficiente para introducir una copia simple de genes de mamífero en células en cultivo

### **2.1.2 MEDIOS ARTIFICIALES.**

Diversos organismos internacionales como la United States Pharmacopeia o la European Pharmacopeia han establecido modelos de medios naturales creados artificialmente. Con ellos se realizan diferentes estudios in Vitro, por ejemplo, las velocidades de disolución de fármacos, bioactividad de implantes, desarrollo de cultivos celulares; (Pastor, 2008).



Estos medios pueden clasificarse en acelulares y medios que permiten el crecimiento de las células. Dentro del último el factor determinante para clasificar y elegir es el tiempo durante el cual es necesario que se mantengan las 32 células vivas.

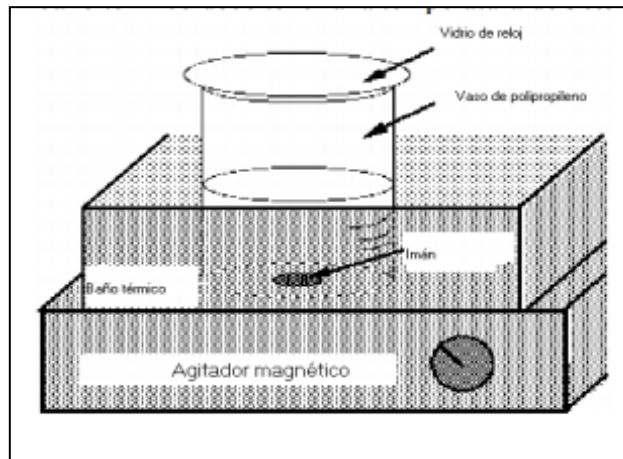
Los medios artificiales utilizados para crecimiento celular se preparan para desarrollar una de las siguientes funciones:

- Supervivencia de células inmediata (soluciones salinas equilibradas).
- Supervivencia prolongada (soluciones salinas equilibradas suplementadas con entre un 5 y un 20% de serum).
- Crecimiento indefinido de las células.
- Desarrollo de funciones especiales, sin que sea necesaria la utilización de células.

En este grupo se encuentra el Fluido Biológico (corporal) Simulado.

## 2.2 PREPARACIÓN.

En la Imagen 7 se presenta el montaje experimental utilizado durante la preparación. El baño térmico debe tener una temperatura de 36.5 °C.



*Imagen 7.- Montaje experimental.*

Es práctico detallar el procedimiento experimental y como se ha hecho el fluido biológico simulado. Cualquier variación de la técnica de preparación de los fluidos simulados puede alterar el resultado final.

A partir de las sales: NaCl, NaHCO<sub>3</sub>, KCl, K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>\*3H<sub>2</sub>O, MgCl<sub>2</sub>\*6H<sub>2</sub>O, CaCl<sub>2</sub> y Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, se prepara una disolución que contiene concentraciones de iones similares a los del plasma de la sangre.

Se mantiene un pH ácido y a la hora de ajustar el pH a 7.4, se añade la cantidad de solución tris indicada, 6.063 g. Tras esta adición es necesario ajustar el pH final.

La disolución debe calentarse hasta 36.5 °C, si no el pH real de la disolución a esa temperatura, nunca resultará ser menor.





Al calentar desde temperatura ambiente a 36.5 °C va disminuyendo el pH. Una vez alcanzada la temperatura deseada se debe ir añadiendo con agitación HCl 1M.

La cantidad de HCl 1M a añadir para llegar a un pH 7.4 depende de la cantidad de cada sal y de la concentración real de HCl, ya que esta puede variar ligeramente, y no ser 1,000 M. Por eso en la tabla se indica que hay que añadir aproximadamente 0.8 mL de HCl al final.

Una vez preparado el fluido se guarda en el frigorífico a 4 °C en un recipiente esterilizado y hermético hasta su consumo.

*Tabla 4.- Concentración de iones del S.B.F. en comparación con la del plasma sanguíneo humano.*

Ion	Plasma sanguíneo (mM)	SBF (mM)
Na <sup>+</sup>	142,0	142,0
K <sup>+</sup>	5,0	5,0
Mg <sup>2+</sup>	1,5	1,5
Ca <sup>2+</sup>	2,5	2,5
Cl <sup>-</sup>	103,0	147,8
HCO <sup>3-</sup>	27,0	4,2
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1,0	1,0
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0,5	0,5
pH	7,2-7,4	7,40



**CAPÍTULO III.**  
**SÍNTESIS DE**  
**MATERIALES**  
**BIOACTIVOS POR**  
**SOL - GEL**

### 3.1 ¿QUÉ ES EL PROCESO SOL-GEL?

El método sol-gel se desarrolló desde hace más de 40 años como una alternativa tecnológica para la preparación de vidrios y cerámicos a temperaturas considerablemente bajas.

El método de sol-gel que implica la generación de suspensiones coloidales (“soles”) que posteriormente se convierten en geles viscosos y de allí a materiales sólidos.

El sistema inicial representa una solución donde diferentes procesos de polimerización y policondensación conllevan a la formación gradual de la red de fase sólida; (Klein, 1988).

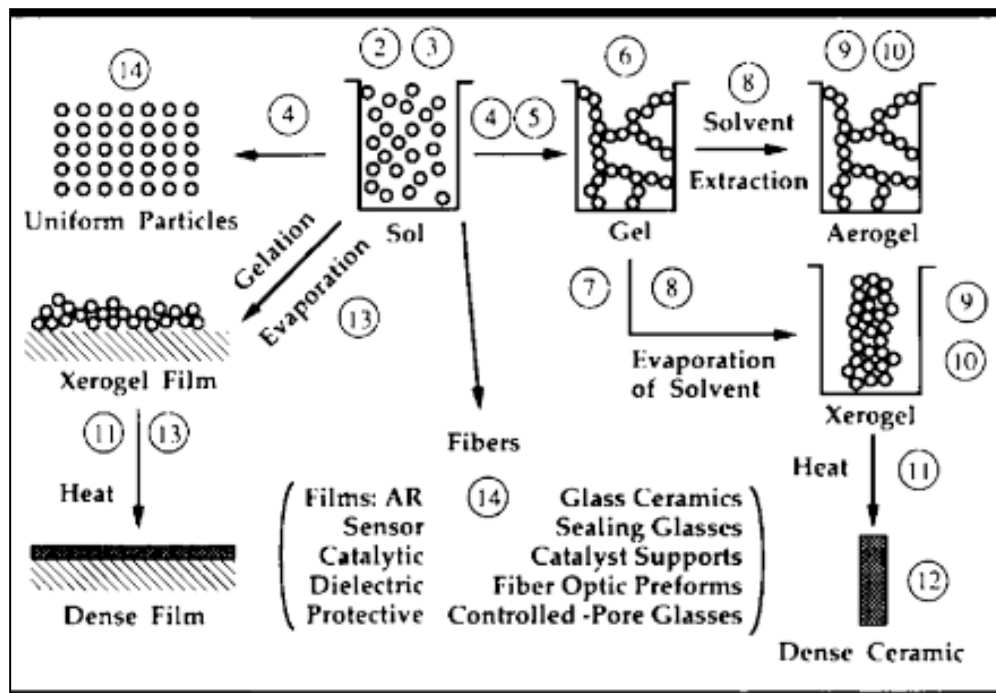


Imagen 8.- Etapas del proceso sol-gel.



Inicialmente el proceso sol-gel producía sólidos, vidrios, fibras ópticas, objetos grandes como espejos o lentes formados con precisión a baja temperatura, siendo esto su mayor ventaja comparado con los métodos de obtención tradicionales. El proceso sol-gel se clasifica dentro de los llamados procedimientos suaves de síntesis de materiales, muchas veces con base de óxidos metálicos.

Con el tiempo este proceso ha sido mejorado y reorientado para obtener diversos materiales con tamaño de partícula hasta del orden de nanómetros, los cuales presentan un gran potencial tecnológico; (De León, 2008).

Es una herramienta muy versátil para la preparación de óxidos mixtos con estructura porosa debido a la posibilidad para el control de propiedades de textura y superficiales; además, estos materiales presentan estructuras amorfas, no cristalinas de tipo mesoporoso.

En el proceso de sol-gel, los precursores (compuestos de partida) para la preparación de un coloide consisten en un elemento de metal o metaloide rodeado por varios ligandos (apéndices que no incluyen otro átomo de metal o metaloide). Por ejemplo, los precursores comunes para el óxido de aluminio incluyen sales inorgánicas (que no contienen carbono), tales como  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  y compuestos orgánicos tales como  $\text{Al}(\text{OC}_4\text{H}_9)_3$ ; (Brinker y Scherer, 1990).

Este último es un ejemplo de un alcóxido, la clase de precursores más ampliamente utilizada en la investigación sol-gel.

Commonly Used Ligands.			
<i>Alkyl</i>		<i>Alkoxy</i>	
methyl	•CH <sub>3</sub>	methoxy	•OCH <sub>3</sub>
ethyl	•CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	ethoxy	•OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
<i>n</i> -propyl	•CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	<i>n</i> -propoxy	•O(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
<i>iso</i> -propyl	H <sub>3</sub> C(•C)HCH <sub>3</sub>	<i>iso</i> -propoxy	H <sub>3</sub> C(•O)CHCH <sub>3</sub>
<i>n</i> -butyl	•CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	<i>n</i> -butoxy	•O(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>
<i>sec</i> -butyl	H <sub>3</sub> C(•C)HCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	<i>sec</i> -butoxy	H <sub>3</sub> C(•O)CHCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
<i>iso</i> -butyl	•CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	<i>iso</i> -butoxy	•OCH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
<i>tert</i> -butyl	•C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	<i>tert</i> -butoxy	•OC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>
<hr/>			
<i>Other</i>			
acetylacetonate	$H_3COC(\bullet O)CH_2(O\bullet)COCH_3$ $  \begin{array}{ccccccc}  & H & & H & & H & \\  H & -O- & C- & C- & C- & O- & H \\  & H & &   & H &   & H \\  & & & O & & O & \\  & & & \bullet & & \bullet &   \end{array}  $		
acetate	$\bullet OOCCH_3$ $  \begin{array}{ccc}  & H & \\  H & -C- & O\bullet \\  &   & \\  & H & \\  & O &   \end{array}  $		

Imagen 9.- Lista de los ligando alcoxi más utilizados comúnmente.

### 3.2 ETAPAS.

El método sol-gel ocurre en dos etapas, hidrólisis de alcóxidos metálicos para producir grupos hidroxilo en presencia de cantidades estequiométricas de agua y catalizador ácido o básico, en esta etapa se obtienen soles, es decir una suspensión de aspecto similar a una disolución, que contiene partículas de tamaño inferior a 100 nm y se forman grupos silanol (Si OH) al tiempo en que se libera el alcohol correspondiente (ROH).



“La segunda etapa es de policondensación de los grupos hidroxilo resultantes y de los grupos alcoxi residuales para formar redes tridimensionales”; (Brinker y Scherer, 1990).

Diferentes alcóxidos metálicos basados en silicio, aluminio, titanio, zirconio, estaño entre otros, se han utilizado como precursores de reacciones sol-gel.

Al final de la condensación se forma un gel sólido lleno de solvente, más o menos compacto y denso, lo cual dependerá de las condiciones de secado.

El solvente se remueve del gel con un secado a temperatura ambiente, el transcurso de este tiempo se nombra envejecimiento, en el cual el gel se encogerá expulsando el solvente y agua residual. Al término del tiempo de envejecimiento, por lo general aún se tienen solventes y agua en el material, además de que el tamaño del poro es considerable. Para solucionar esto, el material se somete a un tratamiento térmico, al final del cual obtendremos nuestro material en forma de monolito o de película delgada.

Las propiedades de los materiales sol-gel, como la transparencia, la porosidad, la distribución del tamaño de poro, la funcionalidad de la superficie, dependen en gran medida del método de preparación y de las condiciones de la reacción inicial como son la temperatura y el tipo de catalizador. Al controlar las condiciones durante las etapas posteriores del proceso: hidrólisis, condensación, envejecimiento, secado, se pueden ajustar las características del material resultante; (Wright y Sommerdijk, 2001).



### 3.3 ANTECEDENTES.

Los científicos e ingenieros de materiales prestaron atención a la posibilidad de este método para dar materiales conformados directamente desde una solución sin pasar por el proceso de polvo y el hecho de que la temperatura máxima requerida para el procesamiento es muy baja en comparación con la tecnología convencional para preparar vasos y cerámicas. Por lo tanto, se han realizado muchos esfuerzos en la preparación de cuerpos a granel, películas de revestimiento, membranas, fibras y partículas, y nacieron muchos productos comerciales.

Las características significativas únicas del método sol-gel se hicieron evidentes, cuando los materiales híbridos orgánico-inorgánicos fueron preparados por H. Schmidt y los materiales de sílice que contenían moléculas orgánicas funcionales fueron preparados por Avnir a principios de los años ochenta. Dichos materiales se producen a bajas temperaturas cerca de la temperatura ambiente, donde no tiene lugar la descomposición de la materia orgánica. La síntesis y preparación de materiales a baja temperatura es el mundo de los químicos; (Kozuka, 2005).

Los materiales Sol-Gel se conocen desde principios de la década de 1960, cuando se prepararon los primeros materiales inorgánicos utilizando este método. Los métodos de procesamiento Sol-Gel se utilizaron por primera vez históricamente para materiales básicos. En los últimos 30 años, se han desarrollado muchas aplicaciones nuevas; (Levy y Zayat, 2015).

“En 1923, W.A. Patrick fue pionero en el campo de los desecantes de sol-gel, catálisis y materiales absorbentes”; (Wright y Sommerdijk, 2001).



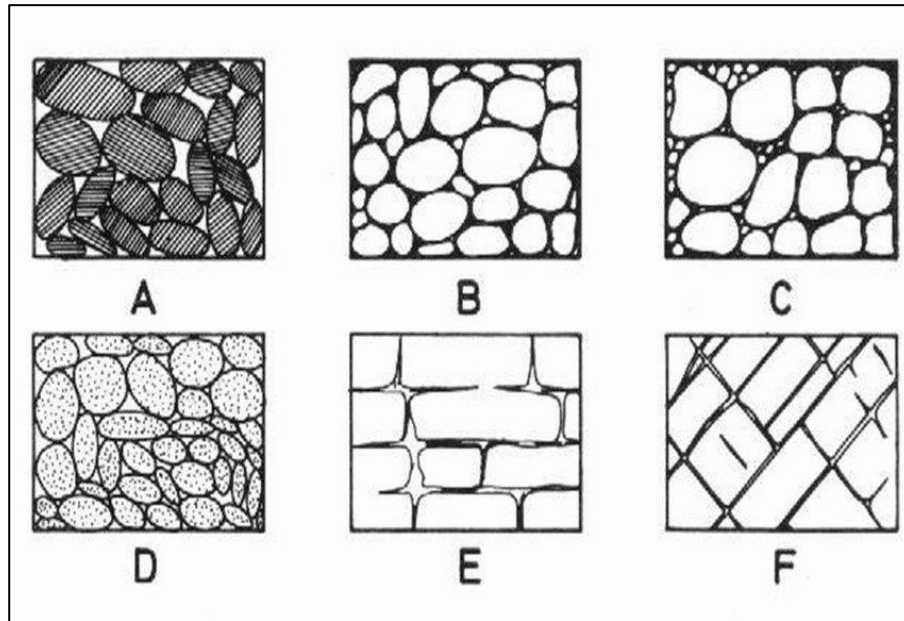
En 1930, Geffcen y Berger de la compañía Shott, establecieron la forma de lograr un proceso de sol-gel para realizar capas de óxido sobre vidrios industriales utilizando combinaciones de precursores.

Después D. Roy y R. Roy propusieron un método de preparación para fundidos más homogéneos y vidrios que usan un proceso de sol-gel.

En la década de los sesenta, H. Schroeder depositó recubrimientos transparentes sobre superficies de vidrios con el fin de corregir el índice de refracción utilizando butóxido de titanio.

C. Jeffrey Brinker es ampliamente reconocido por ser pionero en la química sol-gel. Sus esfuerzos iniciales fueron dirigidos al procesamiento de vidrios refractarios como el cuarzo a bajas temperaturas. Posteriormente, fijó su atención en la preparación de materiales porosos útiles para un amplio rango de aplicaciones incluyendo recubrimientos anti-reflejantes, sensores, membranas, adsorbentes y aislantes térmicos y acústicos. Su trabajo más importante es la publicación del libro Sol-Gel Science en 1990, el cual permanece como la más alta referencia citada en este campo; (Ramírez, Huirache, Espinosa y Hernández, 2010).





*Imagen 10.- Materiales porosos.*

### 3.4 TÉCNICAS.

Actualmente, se utilizan dos técnicas principales de sol-gel. La primera implica soluciones acuosas de sales como precursores y la segunda se basa en la hidrólisis de precursores moleculares orgánicos de metales, tales como alcóxidos metálicos (principalmente en alcoholes como disolventes); (Innocenzi, Zub y Kessler, 2007).

Las soluciones acuosas de precursores de sal libres de cualquier aditivo se emplean únicamente en métodos de sol-gel para procesar geles de sílice y aluminosilicatos amorfos (especialmente a escala industrial) usando silicato de sodio y aluminato, así como ácidos minerales. Con respecto a las soluciones acuosas de otras sales de metales polivalentes, el proceso de sol-gel se puede realizar, por regla general, quelando iones metálicos mediante ligandos orgánicos tales como citratos u oxalatos, formando así precursores de gel poliméricos.



El método tradicional de síntesis de sol-gel usando alcóxidos de metal polivalente puede tener una variedad de modificaciones, por ejemplo, el uso de técnicas de sol-gel no hidrolíticas.

Sin embargo, se debe tener en cuenta que a pesar de muchas perspectivas atractivas de usar alcóxidos en la síntesis de materiales sol-gel (condiciones químicas suaves, miscibilidad fácil de diferentes metales, alta pureza de productos, uso de precursores funcionalizados, etc.), este método generalizado posee una serie de limitaciones. De hecho, los alcóxidos no siempre están disponibles y son fáciles de manejar, y también son bastante caros y volátiles, sensibles a la humedad atmosférica; Por otra parte, la aplicación de disolventes orgánicos habituales (por ejemplo, alcohol) en el método sol-gel a escala industrial es muy peligrosa debido a su inflamabilidad.

Es bien sabido que los métodos de química húmeda (precipitación y coprecipitación, síntesis de sol-gel a partir de alcóxidos, etc.), son ampliamente practicados ahora para la producción de catalizadores y soportes de catalizadores. Sin embargo, tienen algunos inconvenientes graves: la imposibilidad de un proceso tecnológico continuo, la necesidad de la etapa de granulación (tableteado, extrusión con un aglutinante, etc.) y un control deficiente de las características porométricas.



### 3.5 VENTAJAS DE LA SÍNTESIS DE SOL-GEL.

En la siguiente lista se ponen de manifiesto varias razones para el valor particular y el interés en los materiales sintetizados con sol-gel:

- Las temperaturas requeridas para todas las etapas además de la densificación son bajas, con frecuencia cercanas a la temperatura ambiente. De este modo, se reduce al mínimo la degradación térmica tanto del material en sí mismo como de cualquier especie atrapada, y se puede lograr una alta pureza y estequiometría.
- Precursores tales como alcóxidos metálicos y alquil/alcóxidos mixtos son frecuentemente volátiles y se purifican fácilmente a niveles muy altos (por ejemplo, mediante destilación o sublimación) usando técnicas desarrolladas para la industria de la microelectrónica. Esto contribuye aún más a productos de alta pureza.
- Dado que los precursores organometálicos que implican diferentes metales son con frecuencia miscibles, es fácil lograr el dopaje controlado homogéneo.
- Las condiciones químicas son leves. La hidrólisis y la condensación son catalizadas por ácidos y bases, pero las condiciones extremas de pH pueden evitarse fácilmente, especialmente mediante el uso de métodos de "dos etapas" en los que la hidrólisis catalizada por ácido es seguida por una neutralización o amortiguación rápida. De esta forma, especies orgánicas sensibles al pH (por ejemplo, colorantes) e incluso especies biológicas que incluyen enzimas y células completas pueden quedar atrapadas y aún retener sus funciones.
- Materiales altamente porosos y materiales nanocristalinos pueden prepararse de esta manera.



- Mediante una modificación química apropiada de los precursores, se puede lograr el control sobre las velocidades de hidrólisis y condensación, y sobre el tamaño de partícula coloidal y el tamaño de poro, la porosidad y la química de la pared de los poros del material final.
- Usando precursores funcionalizados, es posible la unión covalente de especies orgánicas y biológicas a estructuras de vidrio de silicato poroso.
- Al controlar las condiciones de envejecimiento y secado, se puede lograr un mayor tamaño de poro y control de la resistencia mecánica.
- Mediante el uso de precursores organometálicos que contienen ligandos orgánicos polimerizables, se pueden producir materiales que contienen redes poliméricas tanto inorgánicas como orgánicas.
- Las especies orgánicas atrapadas pueden servir como plantillas para la creación de poros con tamaño y forma controlados. La eliminación posterior de estas especies (por ejemplo, mediante tratamiento con calor o ácido fuerte) deja "huellas moleculares" con potencial como sitios catalíticos.
- Como se utilizan precursores líquidos, es posible fundir materiales cerámicos en una gama de formas complejas y producir películas delgadas o fibras, así como monolitos, sin la necesidad de mecanizar o fundir.
- La calidad óptica de los materiales a menudo es buena, lo que conduce a aplicaciones para componentes ópticos.
- La baja temperatura de los procesos de sol-gel generalmente está por debajo de la temperatura de cristalización para los materiales de óxido, y esto permite la producción de materiales amorfos inusuales.



- Este método se puede combinar con el tratamiento hidrotérmico como una alternativa a la calcinación para la cristalización de titanio en condiciones suaves, por los cuales se obtienen materiales a muy bajas temperaturas; (Wright y Sommerdijk, 2001).

### **3.6 LIMITACIONES DE LA SÍNTESIS SOL-GEL.**

A pesar de todas estas ventajas, los materiales sol-gel no están exentos de limitaciones. Falta de familiaridad con el método. Riesgo en la salud con soluciones orgánicas. Los precursores son a menudo costosos y sensibles a la humedad, limitando las plantas de producción a gran escala a aplicaciones especializadas como los recubrimientos ópticos.

La transformación del gel húmedo en un gel monolítico seco conlleva problemas, debido a que la eliminación del disolvente y la eliminación de los residuos orgánicos pueden hacer variar el encogimiento y el tamaño del poro. El proceso también requiere mucho tiempo, especialmente cuando se requiere un cuidadoso envejecimiento y secado. Si bien esto no tiene por qué ser un factor limitante cuando se prevén largos y continuos procesos de producción, significa que el volumen total de material en la línea de procesamiento es inevitablemente significativamente mayor que en los procesos más rápidos.



# **CAPÍTULO IV.**

## **TÉCNICAS DE**

# **CARACTERIZACIÓN**



La preparación y la caracterización de materiales forman aspectos cruciales y vitales de la investigación de materiales, y ahora se dispone de sofisticados instrumentos para aplicar un enfoque interdisciplinario para comprender la amplia gama de procesos, mecanismos y materiales que interactúan entre sí; (Zhang, Li y Kumar, 2008).

La caracterización de los materiales representa muchas disciplinas diferentes. Estos conceptos van desde el del científico, que lo considera en términos atómicos, hasta el del ingeniero de procesos, que lo considera en términos de propiedades, procedimientos y garantía de calidad.

La definición seleccionada para el ASM-International Materials Characterization Handbook es la siguiente: “La caracterización describe aquellas características de la composición y estructura (incluyendo defectos) de un material que son significativas para una preparación particular, estudio de propiedades o uso, y suficientes para la reproducción del material.”

Esta definición limita los métodos de caracterización a aquellos que proporcionan información sobre composición, estructura y defectos, y excluye aquellos métodos que proporcionan información relacionada principalmente con las propiedades del material, como propiedades térmicas, eléctricas y mecánicas.



#### 4.1 ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA VISIBLE (UV-VIS).

La espectroscopia ultravioleta-visible o espectrofotometría ultravioleta-visible (UV-Vis) se basa en la medición de absorción de radiación UV o visible por determinadas moléculas, la radiación correspondiente a estas regiones del espectro electromagnético causa transiciones electrónicas a longitudes de onda características de la estructura molecular de un compuesto.

La espectroscopia UV-visible se utiliza para identificar algunos grupos funcionales de moléculas, y además, para determinar el contenido y fuerza de una sustancia. Se utiliza de manera general en la determinación cuantitativa de los componentes de soluciones de iones de metales de transición y compuestos orgánicos altamente conjugados.

Aunque los espectros UV-visible no permiten una identificación absoluta, se usan frecuentemente para confirmar la identidad de una sustancia mediante la comparación del espectro medido con uno de referencia.

El color aparente de un material, es decir, la luz reflejada por él, es el complemento del color del absorbente de luz incidente. Por ejemplo, una solución acuosa de sulfato de cobre (II) aparece azul porque absorbe la luz amarilla.

La base de la espectroscopia Visible y Ultravioleta consiste en medir la intensidad del color (o de la radiación absorbida en UV) a una longitud de onda específica comparándola con otras soluciones de concentración conocida (soluciones estándar) que contengan la misma especie absorbente. Para tener esta relación se emplea la Ley de Beer.





#### 4.1.1 LEY DE BEER.

Esta ley afirma que la totalidad de luz que emana de una muestra puede disminuir debido a tres fenómenos de la física, que serían los siguientes:

- El número de materiales de absorción en su trayectoria, lo cual se denomina concentración.
- Las distancias que la luz debe atravesar a través de las muestra. Denominamos a este fenómeno, distancia del trayecto óptico.
- Las probabilidades que hay de que el fotón de esa amplitud particular de onda pueda absorberse por el material. Esto es la absorbencia o también coeficiente de extinción. La relación anterior puede ser expresada de la siguiente manera:

$$A = -\epsilon * c * d$$

A medida que la luz atraviesa un medio que la absorbe, la cantidad de luz absorbida en cualquier volumen corresponde a la intensidad de luz que incide, luego se multiplica por el coeficiente de la absorción. Frecuentemente la intensidad de un haz de luz incidente declina significativamente a medida que pasa a través del medio absorbente.



#### 4.1.2 APLICACIONES.

- **Amplio campo de aplicación:** Como ya se ha mencionado, las técnicas espectroscópicas UV-Vis, son ampliamente empleadas ya que son muchas las especies que son activas en el Visible, y muchas más las que con un tratamiento adecuado son capaces de formar especies coloridas. Lo mismo puede decirse de la espectroscopia UV.
- **Buena exactitud y precisión:** En estas técnicas espectroscópicas es normal tener errores relativos del 1 al 3%, por lo cual se puede considerar que se tendrán resultados analíticos con un mínimo de incertidumbre si se procede en la forma correcta.
- **Facilidad y conveniencia:** Aunque existen instrumentos altamente sofisticados acoplados a computadoras y con sistemas ópticos y electrónicos de alta precisión, es posible obtener resultados muy aceptables para análisis de rutina, con instrumentos o espectrofotómetros de los más sencillos en el mercado, a un costo muy accesible.

#### 4.1.3 ESPECTROFOTÓMETRO ULTRAVIOLETA-VISIBLE.

El instrumento utilizado en la espectrometría ultravioleta-visible se llama espectrofotómetro UV-Vis. Mide la intensidad de luz que pasa a través de una muestra ( $I$ ), y la compara con la intensidad de luz antes de pasar a través de la muestra ( $I_0$ ). La relación  $I/I_0$  se llama transmitancia, y se expresa habitualmente como un porcentaje ( $\%T$ ). La absorbancia ( $A$ ) se basa en la transmisión:

$$A = -\log (\%T)$$



Las partes básicas de un espectrofotómetro son una fuente de luz (a menudo una bombilla incandescente para las longitudes de onda visibles, o una lámpara de arco de deuterio en el ultravioleta), un soporte para la muestra, una rejilla de difracción o monocromador para separar las diferentes longitudes de onda de la luz, y un detector.

El detector suele ser un fotodiodo o un CCD. Los fotodiodos se usan con monocromadores, que filtran la luz de modo que una sola longitud de onda alcanza el detector. Las rejillas de difracción se utilizan con CCDs, que recogen la luz de diferentes longitudes de onda en píxeles.

Un espectrofotómetro puede ser único o de doble haz. En un instrumento de un solo haz, toda la luz pasa a través de la célula muestra. La  $I_0$  debe medirse retirando la muestra. Este fue el primer diseño, y todavía está en uso en la enseñanza y laboratorios industriales. En un instrumento de doble haz, la luz se divide en dos haces antes de llegar a la muestra. Un haz se utiliza como referencia, y el otro haz de luz pasa a través de la muestra. Algunos instrumentos de doble haz tienen dos detectores (fotodiodos), y el haz de referencia y el de la muestra se miden al mismo tiempo. En otros instrumentos, los dos haces pasan a través de un bloqueador que impide el paso de un haz. El detector alterna entre la medida del haz de muestra y la del haz de referencia.

Las muestras para espectrofotometría UV-Vis suelen ser líquidas, aunque la absorbancia de los gases e incluso de los sólidos también puede medirse. Las muestras suelen ser colocadas en una célula transparente, conocida como cubeta. Las cubetas suelen ser rectangulares, con una anchura interior de 1 cm. Esta anchura se convierte en la longitud de ruta,  $L$ , en la Ley de Beer-Lambert.



También se pueden usar tubos de ensayo como cubetas en algunos instrumentos. Las mejores cubetas están hechas con cuarzo de alta calidad, aunque son comunes las de vidrio o plástico.

El cristal y la mayoría de los plásticos absorben en el UV, lo que limita su utilidad para longitudes de onda visibles; (Pérez, Sin Fecha).



*Imagen 11.- Cubeta o celda de cuarzo.*

#### **4.2 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FT IR).**

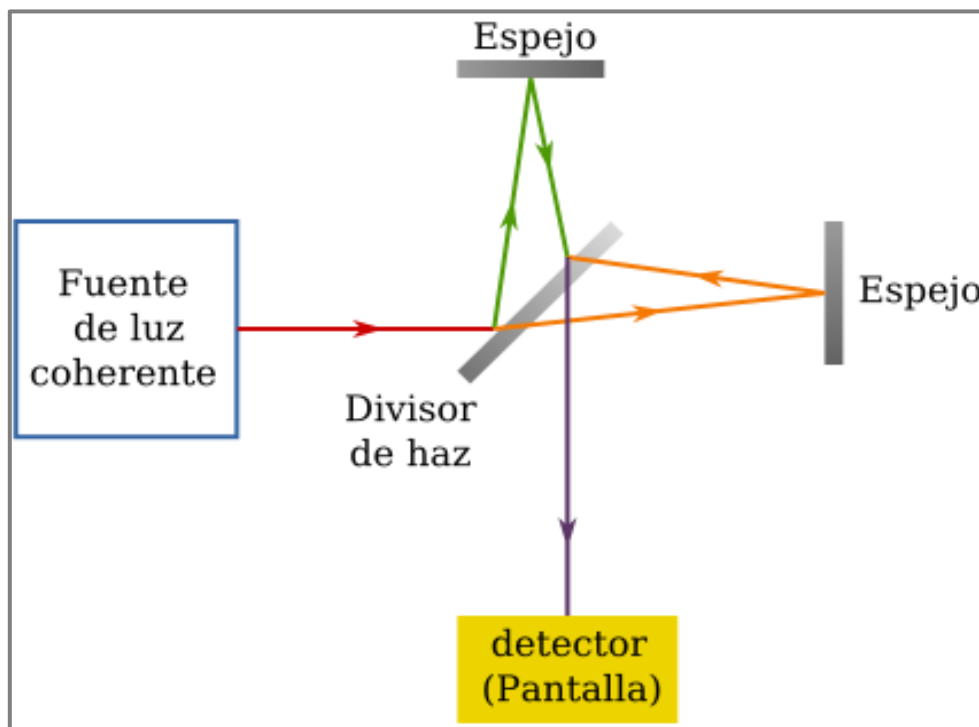
FTIR significa infrarrojo de transformada de Fourier. La espectroscopia IR es una técnica analítica rápida, relativamente barata y ampliamente utilizada para la caracterización de biomateriales. Es una forma de espectroscopia vibracional basada en la interacción de la radiación IR y las vibraciones naturales de los enlaces químicos entre los átomos que componen el material.

En la espectroscopia IR, la muestra se irradia con radiación IR parte de la radiación se absorbe y parte pasa (se transmite), se miden los cambios en la absorción de esta radiación por parte de la muestra. La muestra absorbe radiación en la región IR solo cuando hay una coincidencia (resonancia) entre las frecuencias de la radiación IR con la vibración molecular y las vibraciones naturales son dos tipos: estiramiento (que cambia la longitud del enlace) y flexión (que cambia el ángulo de unión). Estos cambios en el movimiento vibratorio dan lugar a bandas de absorción en el espectro vibratorio.

Cuando la radiación infrarroja pasa a través de una muestra, La señal resultante en el detector es un espectro que representa una “huella dactilar” molecular de la muestra. La utilidad de la espectroscopia infrarroja surge porque diferentes estructuras químicas (moléculas) producen diferentes huellas dactilares espectrales.

Esta técnica proporciona un espectro de reflexión de las bandas de los grupos funcionales de las sustancias inorgánicas y orgánicas, por lo cual es posible realizar una identificación de los materiales.

La mayoría de los instrumentos de FTIR se basan en el interferómetro de Michelson, el cual consiste básicamente en un medio de dividir un rayo óptico en dos partes, introducir una diferencia en la trayectoria seguida por cada una de ellas y luego recombinarlas para observar el patrón de interferencia. Este interferómetro fue inventado en 1891.



*Imagen 12.- Interferómetro de Michelson.*



Lo que se hace en un instrumento de FTIR, entonces, es que un haz de luz infrarroja es dividido en dos por medio de un separador que provoca que aproximadamente la mitad de la intensidad de la luz pase hacia un espejo móvil, en tanto que la otra mitad es reflejada hacia un espejo fijo.

Después de la reflexión en sus respectivos espejos, ambos haces de luz son reflejados y enviados al separador nuevamente, de donde son dirigidos al detector. El haz de luz que alcanza el detector consiste de porciones aproximadamente iguales de radiación que ha viajado por dos diferentes trayectorias.

#### **4.2.1 APLICACIONES.**

La espectroscopia infrarroja es una de las técnicas espectroscópicas más versátiles y de mayor aplicación. Algunas de las aplicaciones más importantes son:

- Caracterización e identificación de materiales
  - Polímeros y plásticos
  - Sólidos inorgánicos (minerales, catalizadores, materiales compuestos...)
- Análisis de productos farmacéuticos y de síntesis
- Análisis de contaminantes
- Ciencia Forense (identificación)
- Biomedicina (análisis de tejidos)
- Conservación artística (análisis de pigmentos, materiales utilizados...)
- Industria del reciclaje (identificación de materiales poliméricos)
- Agricultura y alimentación (IR cercano)
- Seguimiento de procesos químicos

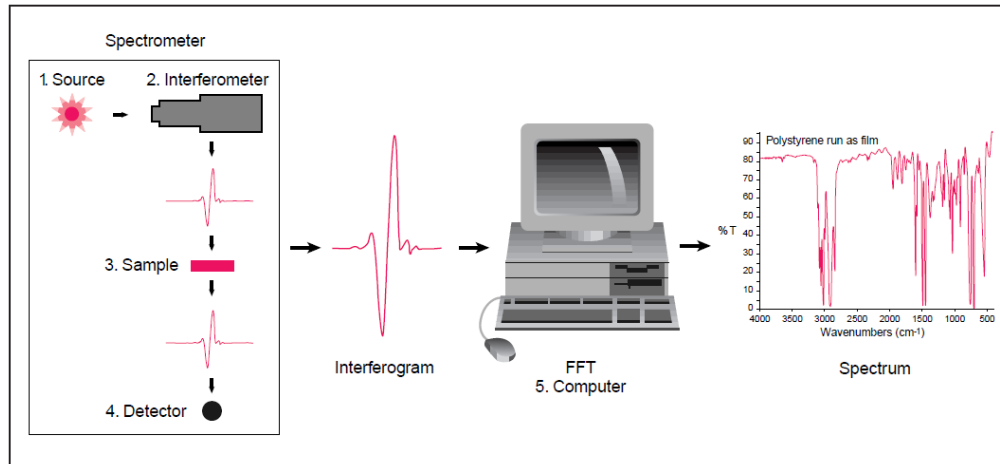


Se pueden aplicar en todas las fases del ciclo de vida del producto, incluido el diseño, la fabricación y el análisis de fallas. Esto lo convierte en una herramienta útil para científicos e ingenieros involucrados en el desarrollo de productos, control de calidad y resolución de problemas.

#### **4.2.2 EL PROCESO DE ANÁLISIS DE MUESTRA.**

El proceso instrumental normal es el siguiente:

- La fuente: la energía infrarroja se emite desde una brillante fuente de cuerpo negro. Esta viga pasa a través de una apertura que controla la cantidad de energía presentada a la muestra (y, en última instancia, al detector).
- El interferómetro: el haz entra al interferómetro donde toma la “codificación espectral” lugar. La señal del interferograma resultante sale del interferómetro.
- La muestra: el rayo entra al compartimiento de la muestra donde se transmite a través o se refleja fuera de la superficie de la muestra, dependiendo del tipo de análisis que se realice. Esto es donde se absorben frecuencias específicas de energía, que son características únicas de la muestra.
- El detector: el rayo finalmente pasa al detector para la medición final. Los detectores utilizados están especialmente diseñados para medir la señal especial del interferograma.
- La computadora: la señal medida se digitaliza y se envía a la computadora donde la transformación de Fourier tiene lugar. El espectro infrarrojo final se presenta luego al usuario para interpretación y cualquier manipulación adicional.



*Imagen 13.- Proceso de análisis de muestra.*

#### **4.2.3 VENTAJAS DE LA ESPECTROSCOPIA FT-IR.**

La primera ventaja de la espectroscopia infrarroja es que es casi universal. Muchas moléculas tienen absorbancias fuertes en el infrarrojo medio, lo cual es parte de por qué medimos los espectros en esta región. Muchos tipos de muestras, incluyendo sólidos, líquidos, gases, semisólidos, polvos, polímeros, compuestos orgánicos, inorgánicos, materiales biológicos, sustancias puras y mezclas, pueden medir sus espectros infrarrojos.

La segunda ventaja de la espectroscopia infrarroja es que los espectros infrarrojos son ricos en información. Las posiciones de los picos proporcionan las estructuras de las moléculas en una muestra, las intensidades de los picos dan las concentraciones de las moléculas en una muestra y los anchos de los picos son sensibles a la matriz química de la muestra, incluido el pH y los enlaces de hidrógeno.

La tercera ventaja de la espectroscopia infrarroja es que medir espectros infrarrojos es relativamente rápido y fácil.





Por supuesto, la naturaleza de la muestra y la técnica de muestreo elegida afectarán la velocidad y la facilidad de análisis, y algunas muestras serán más difíciles que otras. Sin embargo, muchas muestras pueden tener sus espectros infrarrojos medidos en cinco minutos o menos.

La cuarta ventaja de la espectroscopia infrarroja es que es relativamente económico. Se puede obtener un espectrómetro infrarrojo de calidad hoy (2010) por \$15K. Esto puede parecer mucho dinero, pero en el mundo de los instrumentos de laboratorio no es un gasto inusualmente grande.

La quinta ventaja de la espectroscopia infrarroja es su sensibilidad, que es una medida de la cantidad mínima de material que proporciona un espectro utilizable. Para el FTIR promedio, las muestras de miligramos ( $10^{-3}$  gramos) son ideales, y los microgramos ( $10^{-6}$  gramos) de material pueden detectarse de manera rutinaria. Si un cromatógrafo de gases está conectado a un FTIR, se pueden detectar rutinariamente nanogramos ( $10^{-9}$  gramos) de material; (Smith, 2011).



**CAPÍTULO V.**  
**SÍNTESIS DE**  
**MATERIALES EN**  
**EL**  
**LABORATORIO**  
**DISEÑO**  
**EXPERIMENTAL**



El desarrollo experimental se llevó a cabo en el Laboratorio de Investigación No. 2, Segundo Piso de la Unidad Multidisciplinaria de Investigación Experimental de Zaragoza (UMIEZ), de la Facultad de Estudios Superiores Zaragoza.

Las condiciones ambientales fueron las de la Ciudad de México con una presión barométrica aproximadamente de 585 mm de Hg y con una temperatura ambiente promedio de 23°C.

Para la síntesis del Sol Stock y Sol A2, la temperatura de trabajo fue de 60°C.

La síntesis del Fluido Corporal Simulado (S.B.F) se realizó a una temperatura de 36.5°C.

En la obtención de los soles mixtos de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> en función de los precursores de Métoxido, Etóxido, Propóxido, Isopropóxido y Butóxido, la temperatura y presión empleadas fueron ambientales.

Para la obtención del Xerogel de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>, la temperatura utilizada fue de 60°C.

La caracterización por espectroscopia de Ultravioleta Visible (UV-Vis), se realizó en estado líquido hasta la Gelificación, a temperatura y presión ambientales.

La caracterización por espectroscopia de Infrarrojos por Transformada de Fourier (FT-IR), fue llevada en fase líquida hasta la Gelificación a temperatura y presión ambientales.

La relación molar aplicada a estos sistemas fue 90% del precursor de Silicio, 10% del precursor de Titanio (Métoxido, Etóxido, Propóxido, Isopropóxido y Butóxido).



## 5.1 MATERIALES.

- a) Para la síntesis de la solución de Sol Stock y Sol A2.

*Tabla 5.- Materiales para la síntesis de Sol Stock y Sol A2*

<b>MATERIALES UTILIZADOS EN LASINTESIS DE SOL STOCK Y SOL A2</b>	
<b>CANTIDAD</b>	<b>MATERIAL</b>
1	Crisol de Porcelana
1	Embudo de Separación
1	Matraz Aforado de 100ml
1	Matraz de Tres Bocas de 500 ml
1	Probeta de 100 ml
1	Pipeta Graduada de 2 ml
1	Pipeta Graduada de 5 ml
3	Pipetas Graduadas desechables con graduación menor
1	Termómetro de -20 °C a 180 °C
1	Vaso de Precipitado de 25 ml
1	Vaso de Precipitado de 50 ml
1	Vaso de Precipitado de 100 ml
1	Pinzas de Doble Presión
1	Pinzas de Tres Dedos con Nuez
1	Soporte Universal
1	Agitador Magnético
1	Perilla de Seguridad
3	Recipientes Pequeños de Plástico con Tapa

- b) Para la preparación del Fluido Corporal Simulado (S.B.F.).

*Tabla 6.- Materiales para la síntesis de S.B.F.*

<b>MATERIALES UTILIZADOS EN LASINTESIS DEL S.B.F.</b>	
<b>CANTIDAD</b>	<b>MATERIAL</b>
1	Embudo
1	Matraz aforado de vidrio de 1000 ml
1	Pipeta
1	Termómetro
3	Vidrios de reloj
1	Agitador magnético
1	Botella de plástico de 1000 ml
1	Recipiente de plástico de 1000 ml

c) Equipo eléctrico utilizado en la síntesis de los incisos a y b.

*Tabla 7.- Equipo eléctrico para la síntesis de los incisos a) y b).*

EQUIPO UTILIZADO EN LA SINTESIS	
CANTIDAD	EQUIPO
1	Balanza analítica
1	Estufa de secado
1	Homogeneizador Ultrasónico Cole Parmer CPX 750
1	Mantilla de Calentamiento
1	Mufla Programable
2	Parillas de Agitación y Calentamiento
1	Reóstato

## 5.2 REACTIVOS QUÍMICOS.

a) Para la síntesis del Sol Stock y Sol A2.

*Tabla 8.- Reactivos para la síntesis de Sol Stock v Sol A2.*

REACTIVOS	CANTIDAD
Etanol Anhidro (C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O)	0.2691 (Rel. Mol.)
TEOS (SiC <sub>8</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub> )	1.031 (Rel. Mol.)
Agua Destilada H <sub>2</sub> O	0.2611 (Rel. Mol.)
Acido Clorhídrico HCl a 1 M.	0.00019 (Rel. Mol.)
Caolín (Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub> )	3 gr
Agua Destilada (H <sub>2</sub> O)	9.72 ml
Acido Clorhídrico HCl a 1 M.	4.5 Ml



*Fotografía 1.- Reactivos químicos empleados en la síntesis de reacción.*

b) Para la síntesis de los sistemas mixtos de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>.

*Tabla 9.- Cantidades de reactivos para la síntesis de sistemas mixtos de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>.*

REACTIVOS	CANTIDAD
Acetilacetona acaH(C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub> )	1.45 ml
Etanol Anhidro (C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O)	25 ml
Métoxido de Titanio Ti(OMe) <sub>4</sub>	0.2481 g
Etóxido de Titanio Ti(OEt) <sub>4</sub>	0.3424 ml
Propóxido de Titanio Ti(OPr) <sub>4</sub>	0.3969 ml
Butóxido de Titanio Ti(OBut) <sub>4</sub>	0.4908 ml
Isopróxido de Titanio: Ti(OI-Pr) <sub>4</sub>	0.4226 ml



*Fotografía 2.- Reactivos para la síntesis de sistemas mixtos de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>.*

c) Para la síntesis de S.B.F.

*Tabla 10.- Reactivos y pureza para la síntesis de S.B.F.*

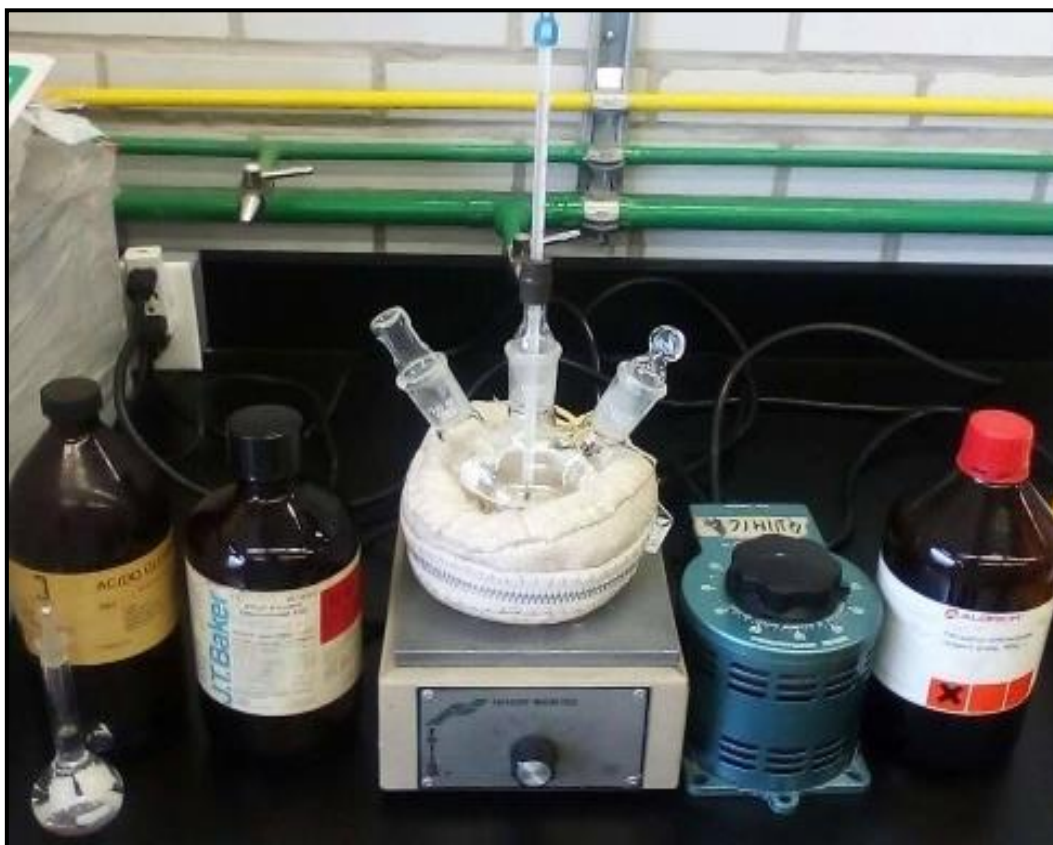
REACTIVOS	PUREZA (%)
NaCl	>99.5
NaHCO <sub>3</sub>	>99.5
KCl	>99.5
K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ·3H <sub>2</sub> O	>99.0
MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	>98.0
1.0 M HCl	-----
CaCl <sub>2</sub>	>95.0
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	>99.0
TRIS	>99.9
1.0 M HCl	-----

Para los estudios de caracterización los reactivos químicos requeridos por los equipos de caracterización de Ultravioleta Visible (UV-Vis) e Infrarrojos por Transformada de Fourier (FT-IR) fueron Etanol Anhidro (EtOH: C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O).

### 5.3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.

#### 5.3.1 SÍNTESIS DE SOL STOCK Y SOL A2.

A partir de los cálculos realizados y la estequiometría de las reacciones involucradas en el proceso de síntesis, en un Matraz de tres bocas se hicieron reaccionar Tetraetoxisilano (TEOS:  $\text{SiC}_8\text{H}_{20}\text{O}_4$ ), Etanol (EtOH:  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ), Agua desionizada ( $\text{H}_2\text{O}$ ) y Ácido Clorhídrico (HCl) a una concentración 1M en una relación molar de 0.2691: 1.031: 0.2611: 0.00019, respectivamente.



*Fotografía 3.- Sistema de reacción para la síntesis del Sol A2.*

Esta mezcla se procedió a calentar a una temperatura de  $60^\circ\text{C}$  en constante agitación durante  $1\frac{1}{2}$  hora obteniendo así el Sol Stock.

Posteriormente se hidrolizo la mezcla nuevamente agregando una cantidad adicional de Agua desionizada ( $H_2O$ ) y solución de Acido Clorhídrico ( $HCl$ ) de acuerdo a la estequiometria, en agitación constante durante 1 hora y esperando al enfriamiento total de la mezcla.



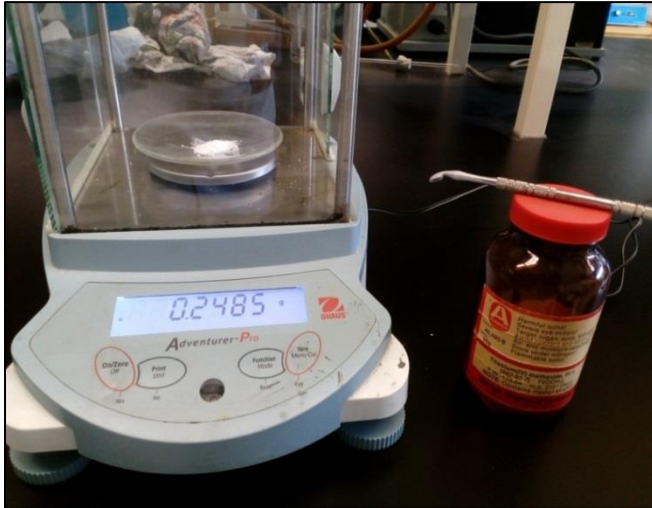
*Fotografía 4.- Filtrado de la solución y obtención de Sol A2.*

A la solución obtenida se la agregaron 5 gr de Caolín ( $Al_2 Si_2 O_5(OH)_4$ ), evitando la agitación de la mezcla y dejando esta en digestión durante 10 minutos efectivos, observando el enturbiamiento de la mezcla debido al polvo opaco, por lo cual se procedió a filtrar la solución con la ayuda de un embudo, obteniendo finalmente el Sol A2.



### 5.3.2 SINTESIS DE LOS SOLES MIXTOS DE $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .

En un Vaso de Precipitados se hicieron reaccionar 5 ml de Etanol Anhidro ( $\text{EtOH}$ :  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ) con 0.2 g del precursor de Metóxido de Titanio  $\text{Ti}(\text{OPr}^i)_4$ -(Solución a). Se dejó en agitación durante 30 minutos.

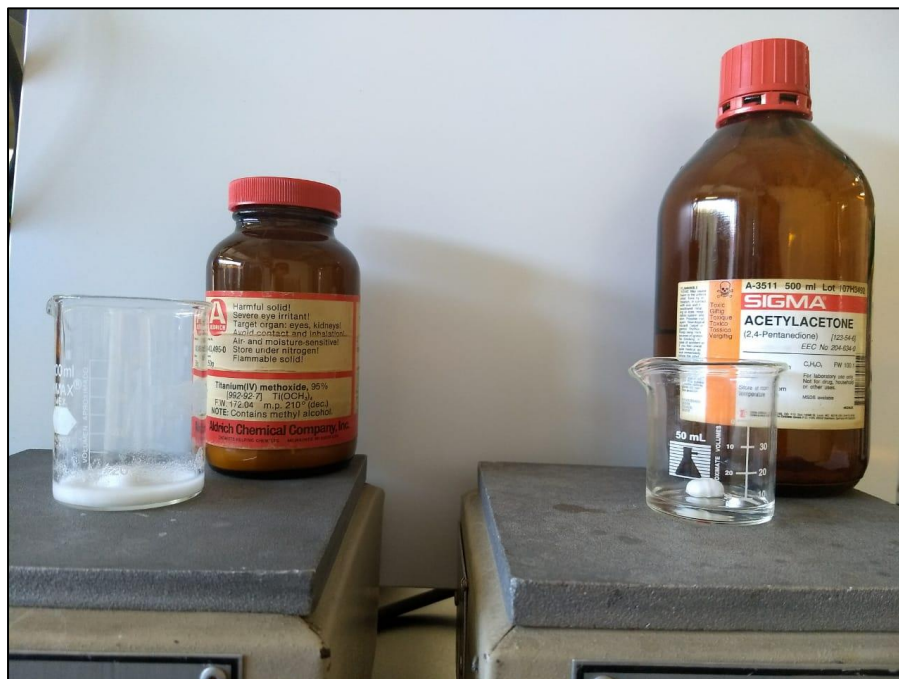


Fotografía 5.- Peso del reactivo Metóxido de Titanio.



Fotografía 6.- Reactivos Metóxido de Titanio y agente quelante Acetilacetona.

En un segundo Matraz se hicieron reaccionar 5 ml de Etanol Anhidro ( $\text{EtOH}$ :  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ) con el agente quelante Acetilacetona ( $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$ )-(Solución b). Se dejó en agitación durante 30 minutos.



Fotografía 7.-Solución a y b.

Se hicieron reaccionar la solución a y b, dejando en agitación 30 minutos más (Solución c).

Pasado el tiempo de reacción, fue adicionado el Sol de Silicio (Sol A2) a la solución c, y se dejó en constante agitación durante 15 min-(Solución d).



*Fotografía 8.- Adición del Sol de silicio (Sol A2) a la solución c.*



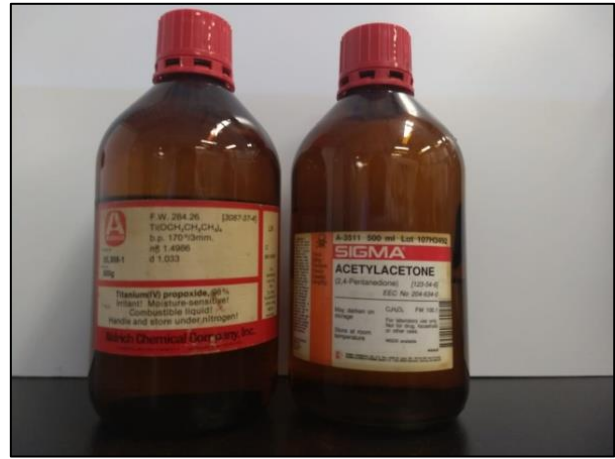
*Fotografía 9.- Aplicación de Ultrasonidos de alta frecuencia.*

Finalmente la muestra obtenida del sistema ternario fue introducida en el Homogeneizador Ultrasónico Cole Parmer CPX 750, para aumentar la viscosidad de dicha muestra, a una temperatura de 60°C, durante 12 minutos; la energía utilizada fue de 18905 Joules. De esta manera fue obtenido el sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> en base al alcóxido Metóxido de Titanio.

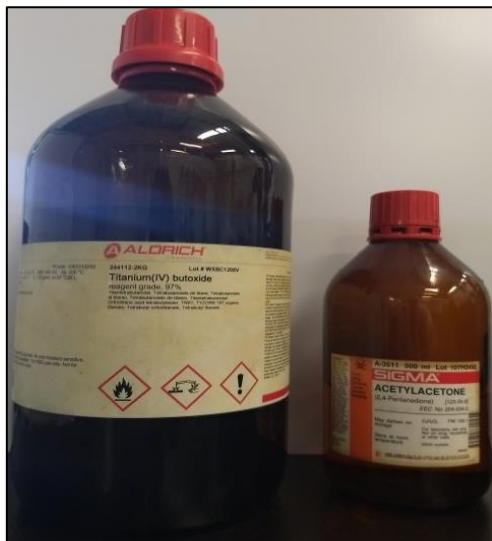
Mediante el mismo procedimiento se prepararon el resto de los sistemas variando el precursor de Titanio a Etóxido, Propóxido, Isopróxido y Butóxido.



Fotografía 10.- Reactivo Etóxido de titanio y agente quelante.



Fotografía 11.- Reactivo Propóxido de titanio y agente quelante.



Fotografía 12.- Reactivo Butóxido de Titanio y agente quelante.



Fotografía 13.- Reactivo Isopróxido de Titanio y agente quelante.



Los sistemas mixtos sintetizados de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  presentan las siguientes características:

*Tabla 11.- Características de los sistemas mixtos.*

No.	SISTEMA MIXTO DE $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .	CARACTERÍSTICAS
1	<b>MÉTOXIDO</b>	Exceso de Acido utilizado en la síntesis de reacción, no aplica como Biomaterial
2	<b>ETÓXIDO</b>	Exceso de Acido utilizado en la síntesis de reacción, no aplica como Biomaterial
3	<b>PROPOXIDO</b>	Sistema de coloración amarilla, presenta homogeneidad y transparencia
4	<b>ISOPRÓPOXIDO</b>	Sistema de coloración amarilla, presenta homogeneidad y transparencia
5	<b>BUTÓXIDO</b>	Sistema de coloración amarilla, presenta homogeneidad y transparencia

Es importante destacar que debido al exceso de Acido utilizado en la síntesis del Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  en base al Metóxido y Etóxido para la obtención de sistemas homogéneos y transparentes, estos fueron descartados para el análisis de Bioactividad.

Una vez obtenidos los sistemas mixtos en base a los precursores de Métoxido, Etóxido, Propoxido, Isoprópoxido y Butóxido, se procedió a realizar la caracterización por espectroscopias de Ultravioleta Visibles (UV-Vis) e Infrarrojos por Transformadas de Fourier (FT-IR) en fase líquida hasta que las muestras llegaran a la Gelificación, registrando los tiempos en los cuales cada una de las muestras llegó a esta etapa, los cuales se muestran en la siguiente Tabla.

*Tabla 12.- Tiempos de gelificación de los sistemas mixtos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .*

No.	SISTEMA MIXTO DE $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .	TIEMPO DE GELIFICACION (días)
1	<b>MÉTOXIDO</b>	2
2	<b>ETÓXIDO</b>	2
3	<b>PROPOXIDO</b>	25
4	<b>ISOPRÓPOXIDO</b>	25
5	<b>BUTÓXIDO</b>	25



*Fotografía 14.- Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> de Metóxido.*



*Fotografía 15.- Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> de Etoxido.*



*Fotografía 16.- Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> de Propóxido.*



*Fotografía 17.- Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> de Isopropóxido.*



*Fotografía 18.- Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> de Butoxido.*

Una vez llegada a la etapa de Gelificación, las muestras se colocaron en una estufa de secado a 60°C, para retirar el exceso de Etanol (EtOH: C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O) presentes en la muestra, para la obtención correspondiente de los Xerogeles.

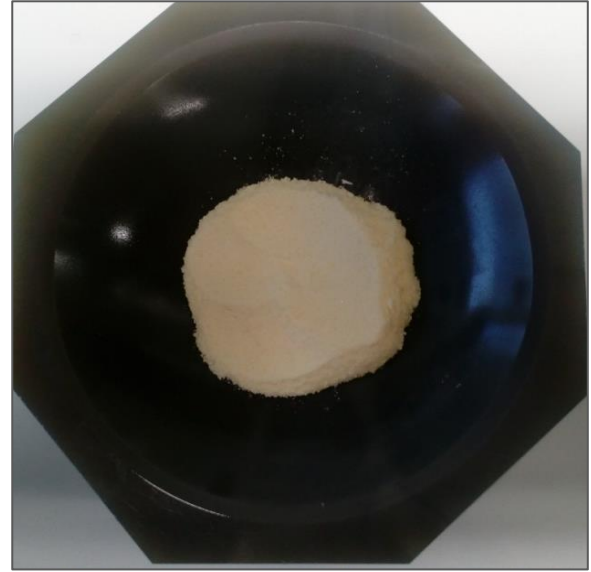
*Fotografía 19.- Xerogel del sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>.*



Los Xerogeles de las muestras en base al Propoxido, Isopróxido y Butóxido fueron triturados en un Mortero de Agata, hasta la obtención de un polvo para realizar nuevamente la caracterización por espectroscopia de Infrarrojos por Transformada de Fourier (FT-IR) en esta fase.



*Fotografía 20.- Fase polvo del sistema mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Propoxido.*



*Fotografía 21.- Fase polvo del sistema mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Isopropoxido.*



*Fotografía 22.- Fase polvo del sistema mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Butoxido.*

## 5.4 SÍNTESIS DEL FLUIDO CORPORAL SIMULADO (S.B.F.)

En esta segunda parte experimental se preparo una solución de Fluido Corporal Simulado en base al método planteado por T. Kokubo, para lo cual se utilizaron los siguientes reactivos químicos, con las cantidades que muestran en la siguiente Tabla.

Para iniciar con el procedimiento de preparación, en un recipiente de plástico, fueron añadidos aproximadamente 700 ml de agua pura destilada de 1000 ml y se agita por medio de un agitador magnético mientras se llegaba a la temperatura de 36.5°C.

*Tabla 13.- Reactivos y cantidades para el S.B.F.*

REACTIVOS	CANTIDAD (g)
<b>NaCl</b>	8.036
<b>NaHCO<sub>3</sub></b>	0.325
<b>KCl</b>	0.225
<b>K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>·3H<sub>2</sub>O</b>	0.230
<b>MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O</b>	0.311
1.0M HCl	40ml
<b>CaCl<sub>2</sub></b>	0.293
<b>Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	0.072
TRIS	6.063
1.0M HCl	Aprox. 0.8ml



*Fotografía 23.- Armado del sistema para la preparación del S.B.F.*

Posteriormente, fueron agregados los reactivos dentro del recipiente de plástico con agua pura destilada, siguiendo el orden mostrado en la Tabla 13 y esperando que cada reactivo haya sido completamente disuelto antes de agregar el siguiente.



Fotografía 24.- 8.036 gr. de NaCl.



Fotografía 25.- 0.325 gr. de  $\text{NaHCO}_3$ .



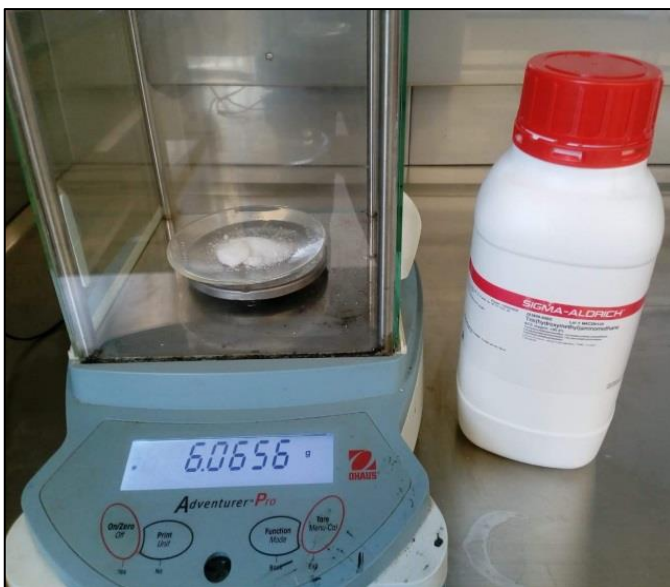
Fotografía 26.- 0.225 gr. de KCl.



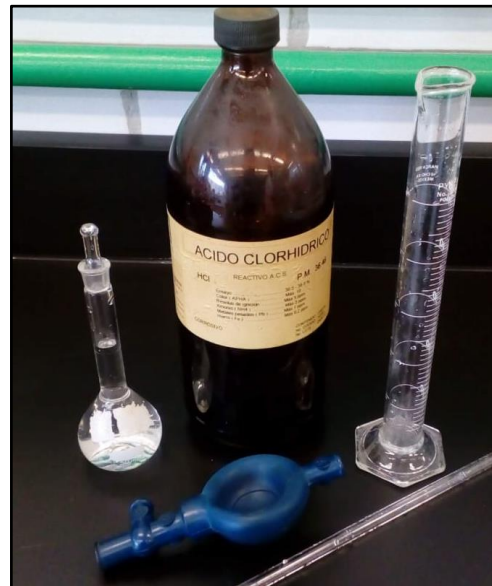
Fotografía 27.- 0.230 gr de  $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .



Fotografía 28.- 0.072 gr. de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .



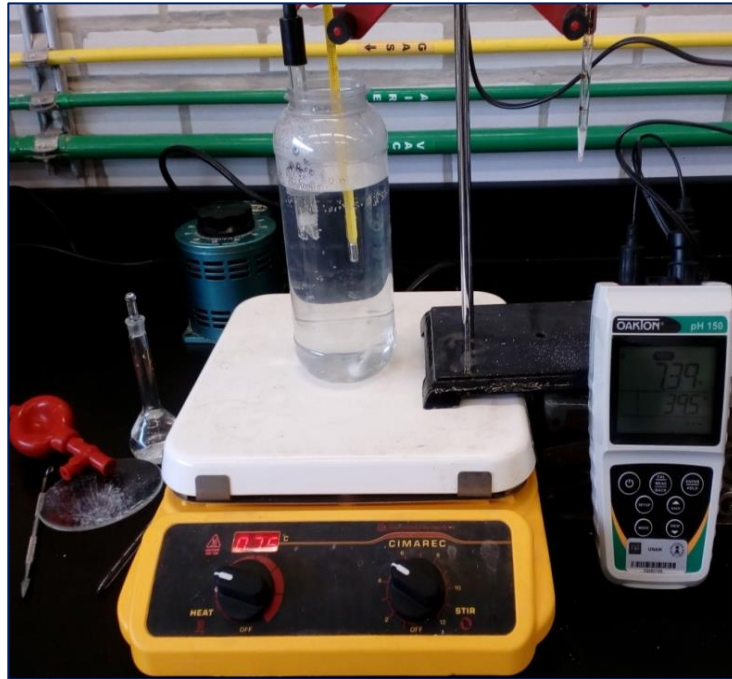
Fotografía 29.- 6.0656 gr. de TRIS.



Fotografía 30.- 40 mL de HCl 1 M.



Se introdujo el recipiente de plástico, con todos los reactivos disueltos, dentro de un baño térmico a  $36.5-37^{\circ}\text{C}$  y se ajusto el pH a 7.4, mediante la adición de 1M HCl, manteniendo el sistema en agitación durante todo el proceso.



*Fotografía 31.- Sistema finalizado de S.B.F.*

La solución del recipiente de plástico fue trasvasada a un matraz aforado de vidrio de 1000 ml, dejando enfriar hasta  $20^{\circ}\text{C}$ , para ajustar el volumen total a 1000 ml añadiendo agua destilada.

Nuevamente se trasvaso la solución a la botella de plástico de 1000 ml tapándola, y colocándola en refrigeración.

## 5.5 DEPOSICIÓN DE PELLETS DE LOS SISTEMAS MIXTOS CON LA VARIACION DE ALCOXIDOS EN FLUIDO CORPORAL SIMULADO (S.B.F.)

Con el polvo obtenido de la trituración de los Xerogeles en base a los precursores de Propóxido, Isopróxido y Butóxido de Titanio, se prepararon pellets, los cuales fueron depositados en 35 ml del Fluido Corporal Simulado por un lapso de 15 días, con el fin de comprobar la Bioactividad de los materiales sintetizados aplicando nuevamente un estudio de espectroscopia por Transformada de Infrarrojos de Fourier verificando que las muestras analizadas contenían en su estructura química enlaces con los iones característicos de la solución de S.B.F. como lo son el  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{PO}_4^{+2}$  y  $\text{Na}^+$ .



Fotografía 32.- Pastilla de Propóxido de titanio.



Fotografía 33.- Pastilla de Isopróxido de titanio.



Fotografía 34.- Pastilla de Butóxido de titanio.



*Fotografía 35.- Inmersión de las pastillas en S.B.F.*



# **CAPÍTULO VI.**

# **CARACTERIZACIÓN**

# **DE LOS MATERIALES**

# **EN EL LABORATORIO**

## 6.1 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA VISIBLE (UV-VIS).

Los espectros de UV-Vis se obtuvieron en un Espectrofotómetro Modelo DU 650 en un intervalo de 190-280nm usando celdas de cuarzo.



*Fotografía 36.- Equipo de UV-VIS.*

La secuencia del Análisis de las muestras se realizó en base a las instrucciones de uso de operación del equipo presentadas a continuación:



1. Encender el Espectrofotómetro con el botón verde que tiene en la parte trasera y esperar 10 minutos a que el equipo se estabilice en las variaciones de corriente.
2. En el software del equipo configurar los comandos de [UV-OFF] y [VIS-OFF] a [UV-ON] y [VIS-ON]
3. Llenar una celda de cuarzo con Etanol (Blanco) y hacerla correr en el Espectrofotómetro esto para calibrar el equipo.
4. Llenar la celda de cuarzo con la muestra a analizar e introducirla en el Espectrofotómetro.
5. El software proporciona los gráficos, con los cuales se puede observar la evolución que presenta la muestra.

### **6.1.1 INTERPRETACIÓN DE LOS GRÁFICOS OBTENIDOS EN EL UV-VIS.**

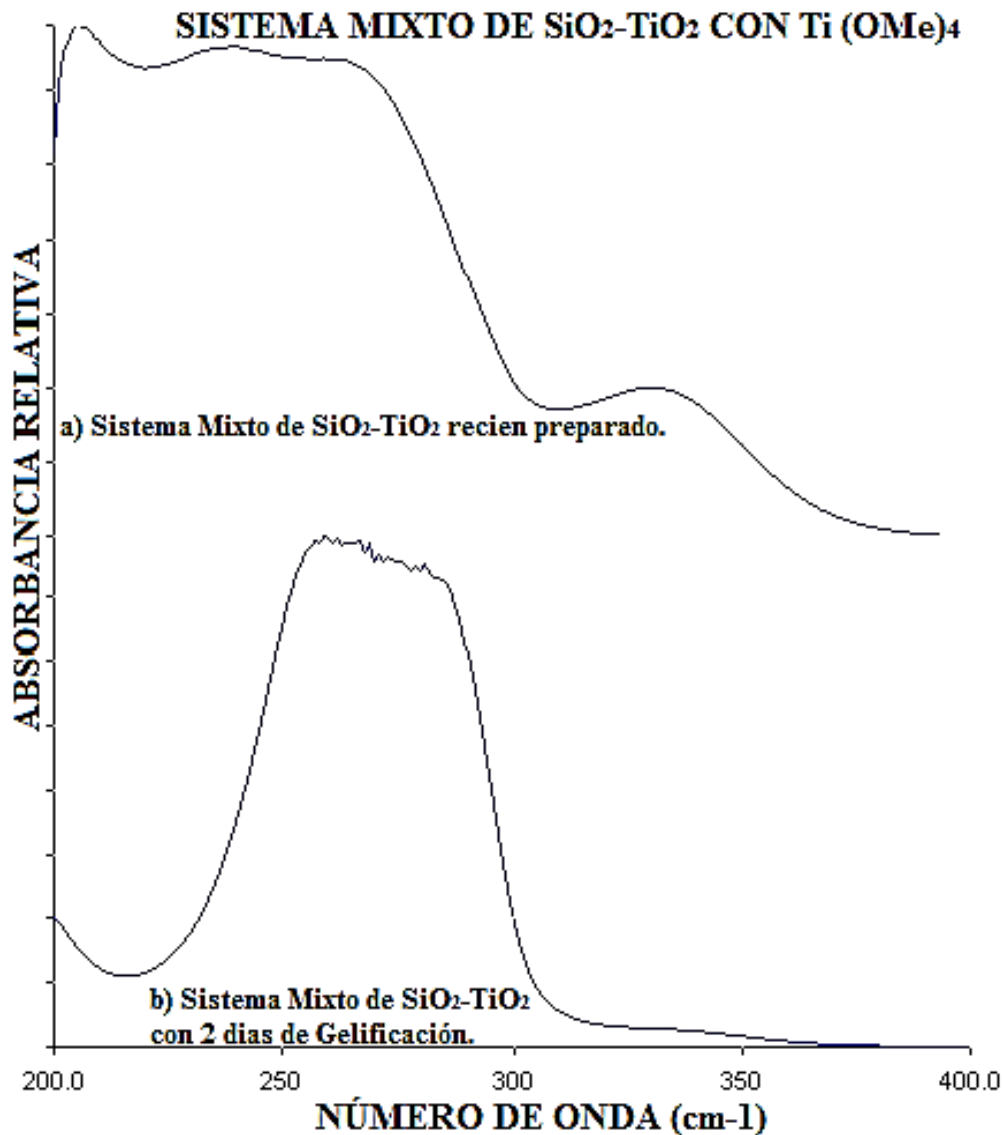
La espectroscopía UV-VIS revela los cambios que presentan las muestras durante el proceso de gelificación, la aparición y desaparición de especies consecuencia de la polimerización, en las Gráficas 1 a 5 se presentan los espectros de UV-Vis de los sistemas mixtos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , y donde los sistemas fueron estabilizados con el agente quelante Acetilacetona, el cual puede actuar como ligante mono y bidentado.

*Tabla 14.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia UV-Vis, para la muestra mixta de sol de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Métoxido.*

**ANÁLISIS COMPARATIVO DE LOS SISTEMAS OBTENIDOS CON RESPECTO AL ESTUDIO DE UV-VISSISTEMA DE SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> CON MÉTOXIDO.**

DÍAS DE POLIMERIZACIÓN DEL GEL	NO. DE BANDAS	LONGITUD DE ONDA (nm)	TRANSICIÓN ELECTRONICA
Recién Preparado	1°	210	n → σ*
	2°	230	n → σ*
2 días	1°	260	n → π*

La Gráfica 1 presenta los espectros UV-VIS del sistema mixto SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Metóxido, este sistema se estabilizo con el agente quelante Acetilacetona.



*Gráfica 1.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Metóxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.*

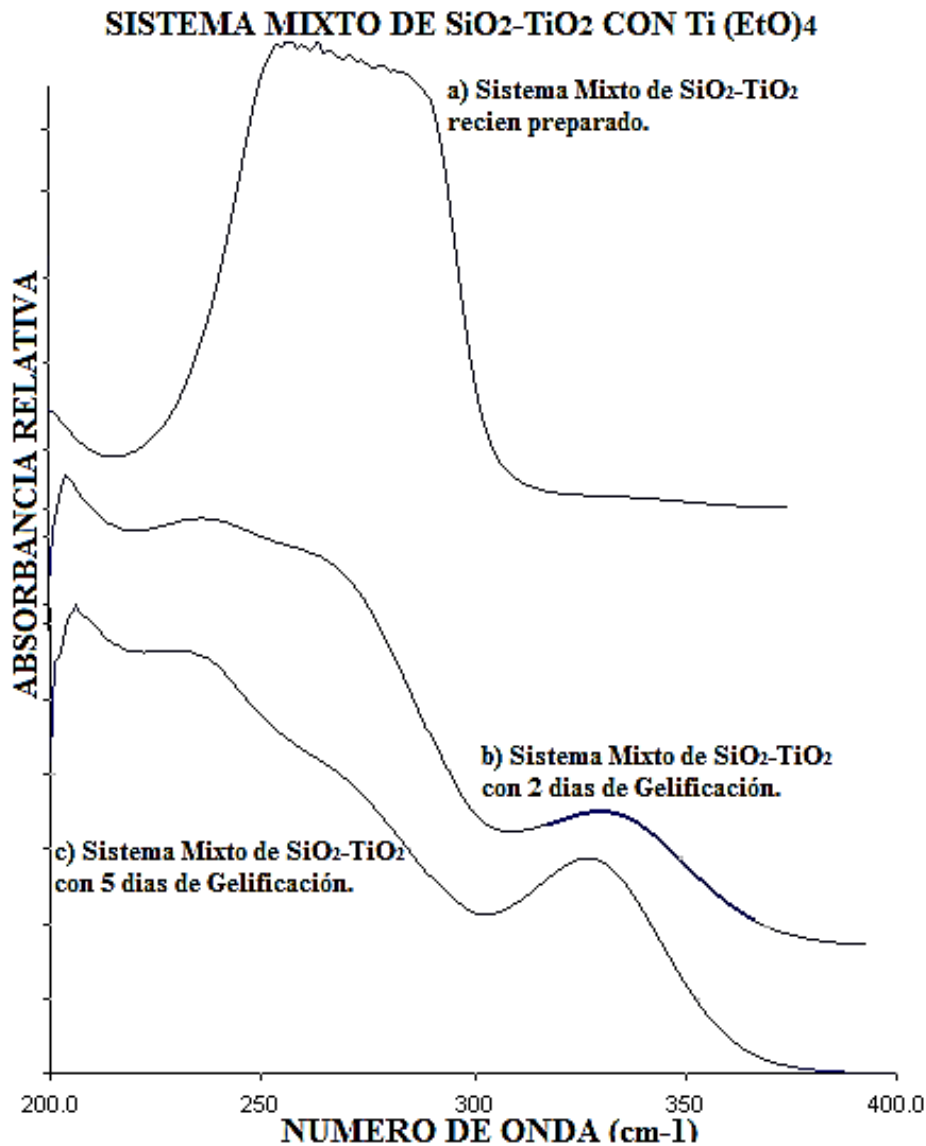
Tabla 15.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia UV-Vis, para la muestra mixta de sol de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Etóxido.

**ANÁLISIS COMPARATIVO DE LOS SISTEMAS OBTENIDOS CON RESPECTO AL ESTUDIO DE UV-VIS SISTEMA DE SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> CON ETÓXIDO.**

DÍAS DE POLIMERIZACIÓN DEL GEL	NO. DE BANDAS	LONGITUD DE ONDA (nm)	TRANSICIÓN ELECTRONICA
Recién Preparado	1°	255	n → π*
2 días	1°	208	n → σ*
5 días	2°	335	n → π*
	1°	210	n → σ*
	2°	330	n → π*

La Gráfica 2 presenta los espectros UV-VIS del sistema mixto SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con

Etóxido de Titanio.



Gráfica 2.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Etóxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.





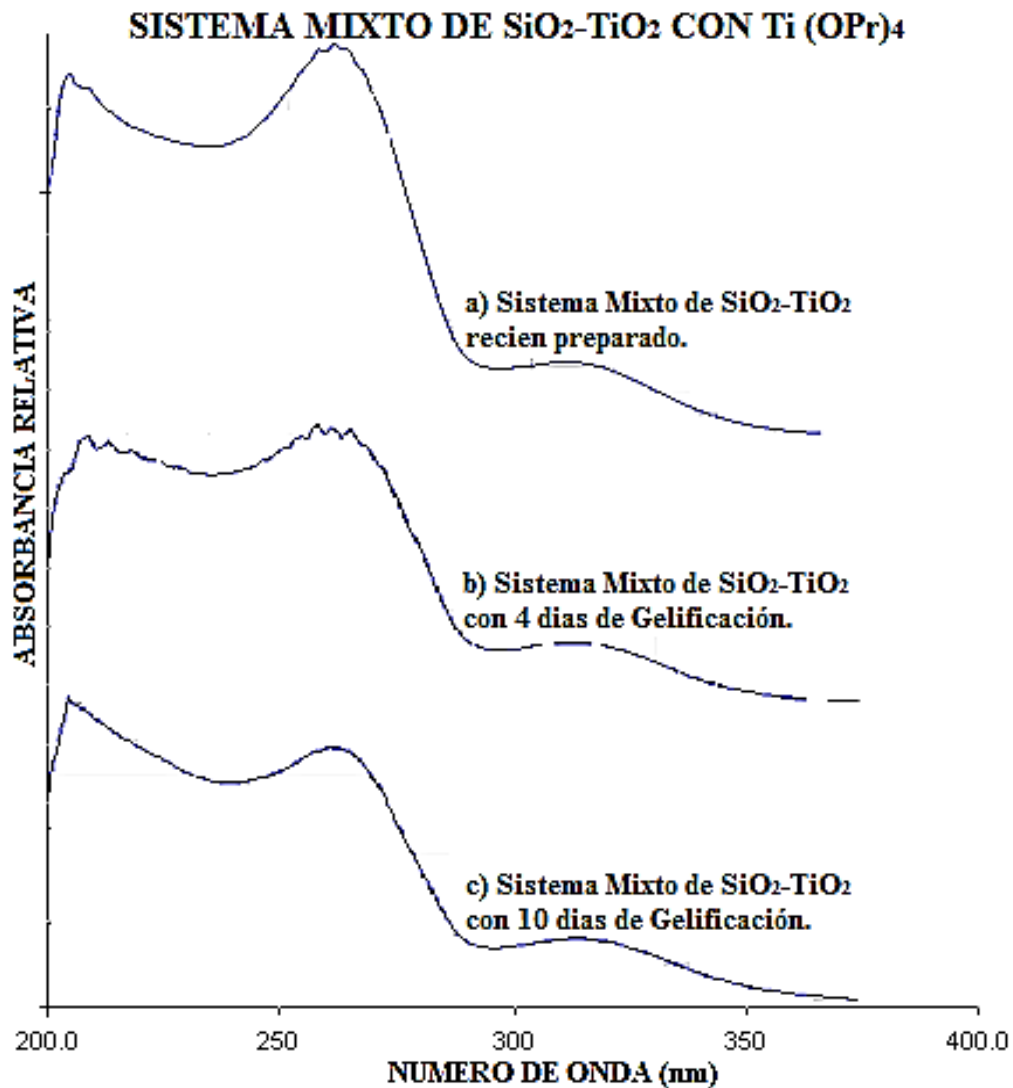
Tabla 16.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia UV-Vis, para la muestra mixta de sol de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Pronoxido.

**ANÁLISIS COMPARATIVO DE LOS SISTEMAS OBTENIDOS CON RESPECTO AL ESTUDIO DE UV-VIS SISTEMA DE SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> CON PROPOXIDO.**

DÍAS DE POLIMERIZACIÓN DEL GEL	NO. DE BANDAS	LONGITUD DE ONDA (nm)	TRANSICION ELECTRONICA
Recién Preparado	1°	210	n → σ*
	2°	270	n → π*
4 días	1°	212	n → σ*
	2°	268	n → π*
10 días	1°	208	n → σ*
	2°	265	n → π*

La Gráfica 3 presenta los espectros UV-VIS del sistema mixto SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con

Propoxido de Titanio.



Gráfica 3.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Propoxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.

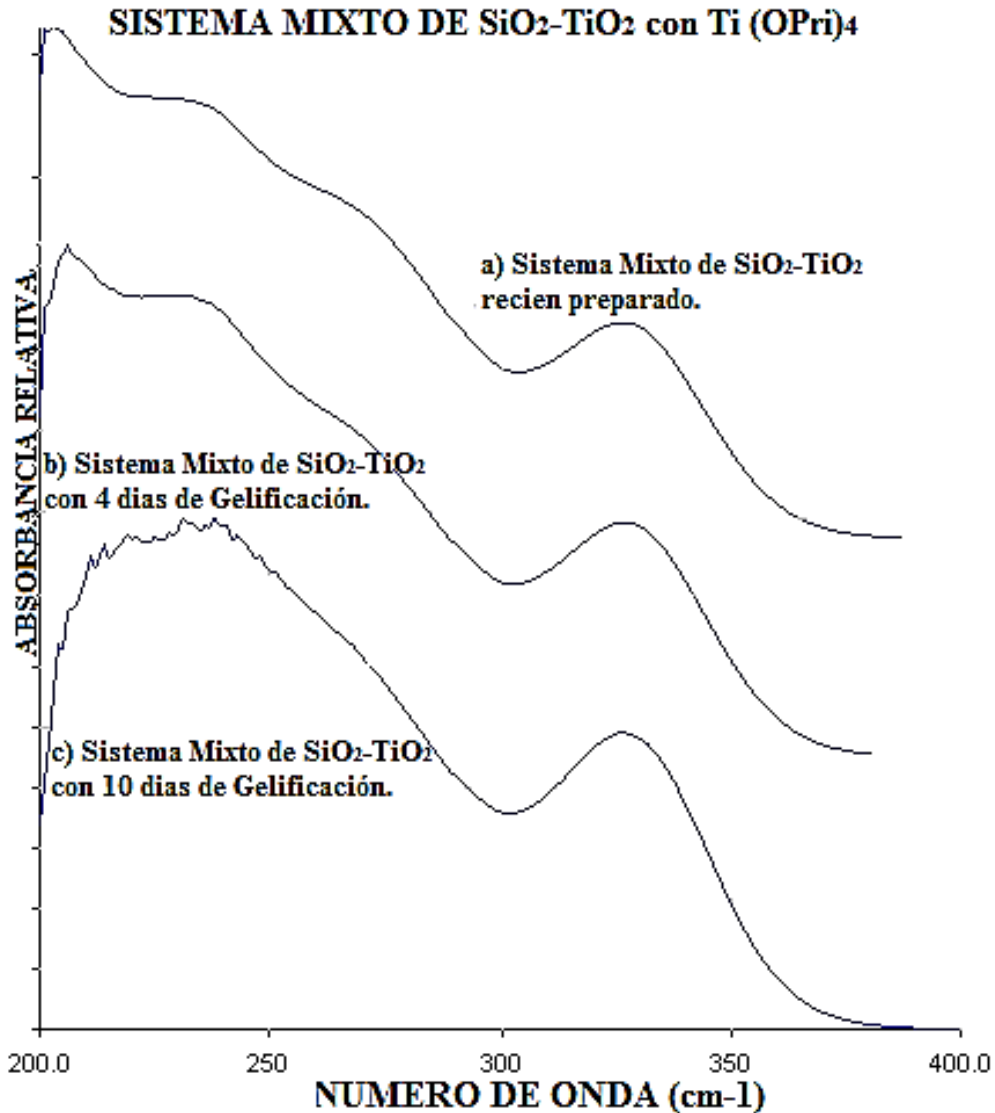
Tabla 17.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia UV-Vis, para la muestra mixta de sol de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Isopropoxido.

**ANÁLISIS COMPARATIVO DE LOS SISTEMAS OBTENIDOS CON RESPECTO AL ESTUDIO DE UV-VIS SISTEMA DE SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> CON ISOPROPOXIDO.**

DÍAS DE POLIMERIZACIÓN DEL GEL	NO. DE BANDAS	LONGITUD DE ONDA (nm)	TRANSICION ELECTRONICA
Recién Preparado	1°	210	n → σ*
	2°	335	n → π*
4 días	1°	212	n → σ*
	2°	333	n → π*
10 días	1°	225	n → σ*
	2°	330	n → π*

La Gráfica 4 presenta los espectros UV-VIS del sistema mixto SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con

Isopropoxido de Titanio.



Gráfica 4.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Isopropoxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.

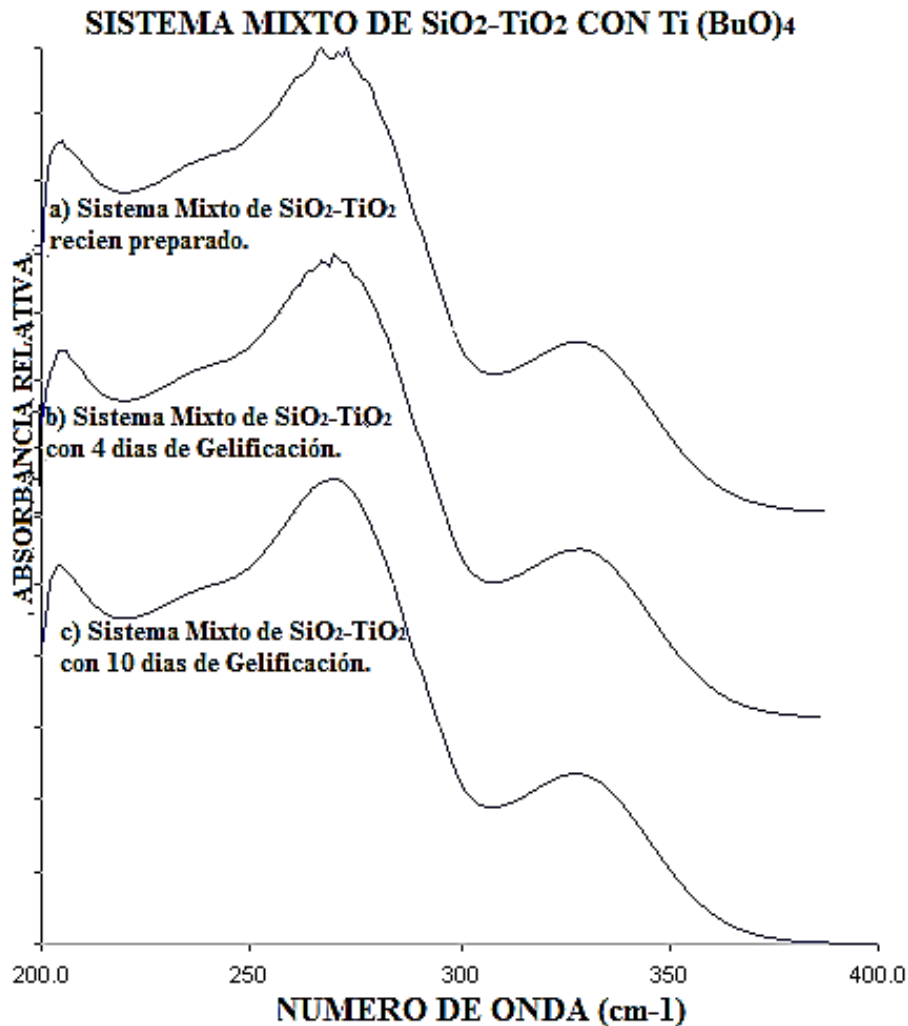
Tabla 18.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia UV-Vis, para la muestra mixta de sol de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Butóxido.

**ANÁLISIS COMPARATIVO DE LOS SISTEMAS OBTENIDOS CON RESPECTO AL ESTUDIO DE UV-VIS SISTEMA DE SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> CON BUTÓXIDO.**

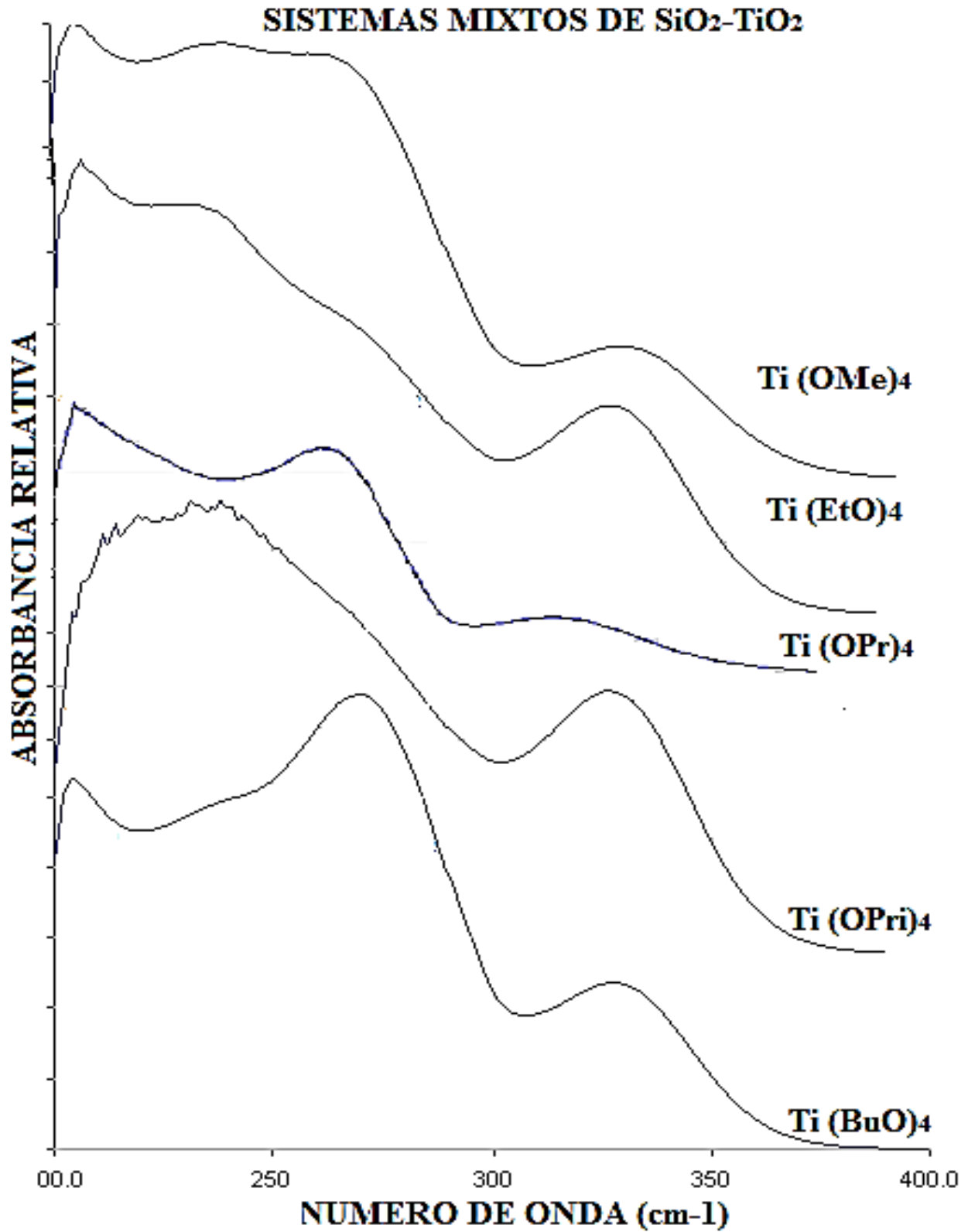
DÍAS DE POLIMERIZACIÓN DEL GEL	NO. DE BANDAS	LONGITUD DE ONDA (nm)	TRANSICION ELECTRONICA
<b>Recién Preparado</b>	1°	208	n → σ*
	2°	275	n → π*
	3°	330	n → π*
<b>4 días</b>	1°	208	n → σ*
	2°	270	n → π*
	3°	325	n → π*
<b>10 días</b>	1°	206	n → σ*
	2°	268	n → π*
	3°	323	n → π*

La Gráfica 5 presenta los espectros UV-Vis del sistema mixto SiO<sub>2</sub>-

TiO<sub>2</sub> sintetizado con Butóxido de Titanio.



Gráfica 5.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Butóxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.



Gráfica 6.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> en la última etapa de Gelificación de los Precursores de Titanio.

## 6.2 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJOS POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FT-IR).

Se utilizó un Espectrofotómetro Varian 640-IR usando el accesorio de placas de platino.



*Fotografía 37.- Equipo de FT-IR.*

La secuencia del Análisis de las muestras se realizó en base a las instrucciones de uso de operación del equipo presentadas a continuación:



1. Encender el equipo con el botón que tiene en la parte trasera y esperar por un tiempo de 10 minutos que se estabilice en las variaciones de corriente.
2. En el equipo de cómputo, abrir el software correspondiente al equipo y proporcionar los datos de la muestra.
3. Con un gotero colocar 1 gota de Etanol en el orificio de la placa de platino para realizar la calibración del equipo.
4. Limpiar con alcohol de 96° toda el área de la placa de platino que estuvo en contacto con el Etanol.
5. Colocar 1 gota del sistema a analizar en el orificio de la placa de platino y hacer correr la muestra.
6. El software proporciona las bandas, con las cuales se pueden observar los enlaces y especies químicas presentes de la muestra.

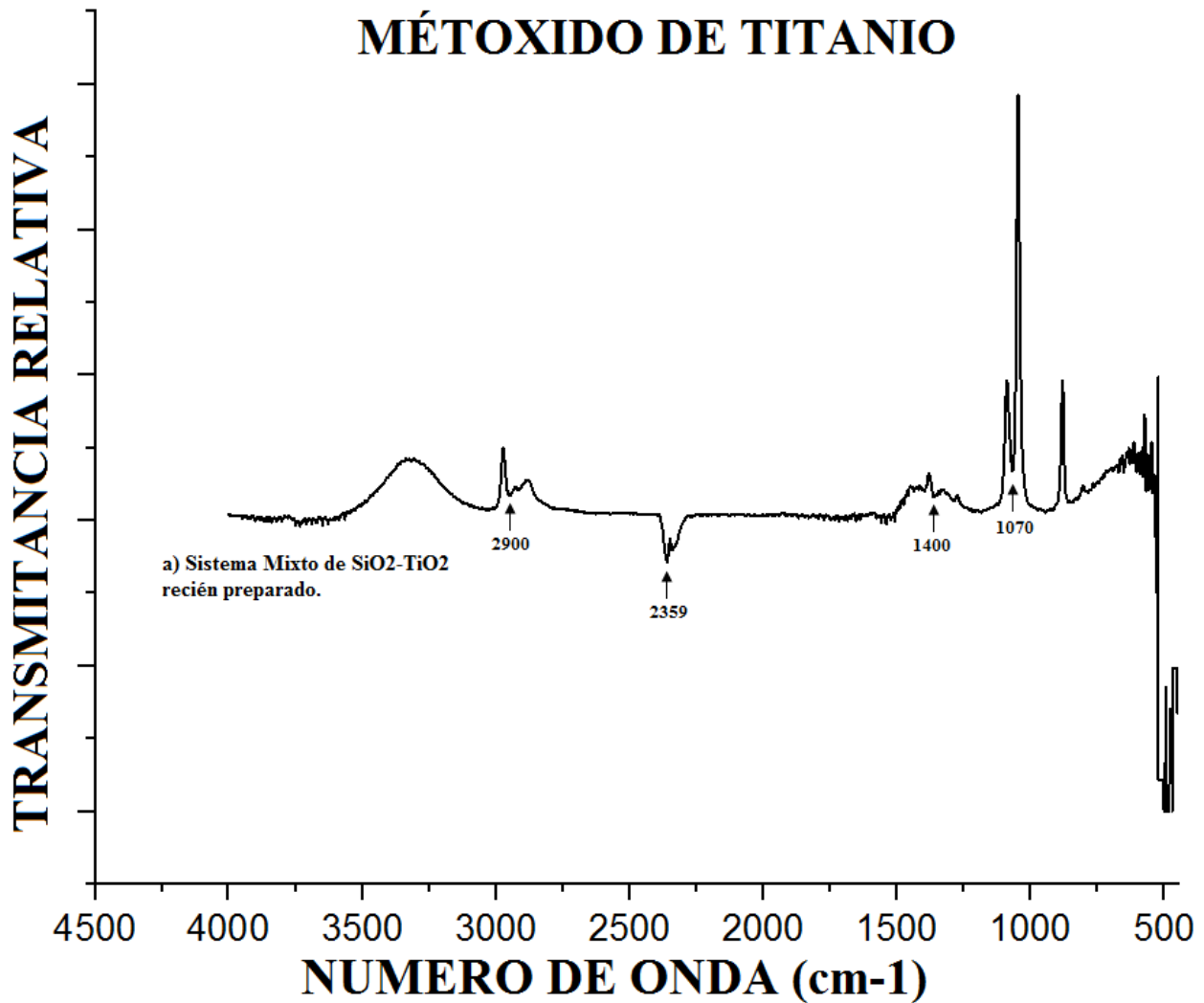
### **6.2.1 INTERPRETACIÓN DE LOS GRÁFICOS OBTENIDOS EN EL FT-IR.**

En la Gráfica 7 se presentan los espectros FT-IR del sistema mixto  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  sintetizado con Métoxido y se observan distintas bandas.

Las bandas de  $2900\text{cm}^{-1}$  corresponden a la vibración de enlace de alcanos. Los enlaces de  $\text{CO}_2$  se deben a las bandas de  $2359\text{cm}^{-1}$ . La vibración de valencia de enlace parcial  $\text{C}=\text{C}$  se debe a las bandas con  $1400\text{cm}^{-1}$ . Las bandas medianas a  $1070\text{cm}^{-1}$  corresponden al estiramiento del enlace  $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ .

Tabla 19.- Asignación de bandas de la espectroscopia FT-IR del sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Métoxido de Titanio.

Sistema mixto de SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> con Métoxido	
ASIGNACIÓN DE BANDAS EN LOS ESPECTROS	NUMERO DE ONDA (cm <sup>-1</sup> )
	FASE SOL
	Recién Preparado
Vibración de enlace de alcanos (Hernández, 2019).	2900
Enlace de CO <sub>2</sub> (Amand y Tullin).	2359
Vibración de valencia de enlace parcial C=C	1400
Estiramiento del enlace Si-O-Si (Budiarti, Puspitasari, Hatta, Risanti y Risanti, 2017).	1070



Gráfica 7.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Métoxido Recién Preparado.



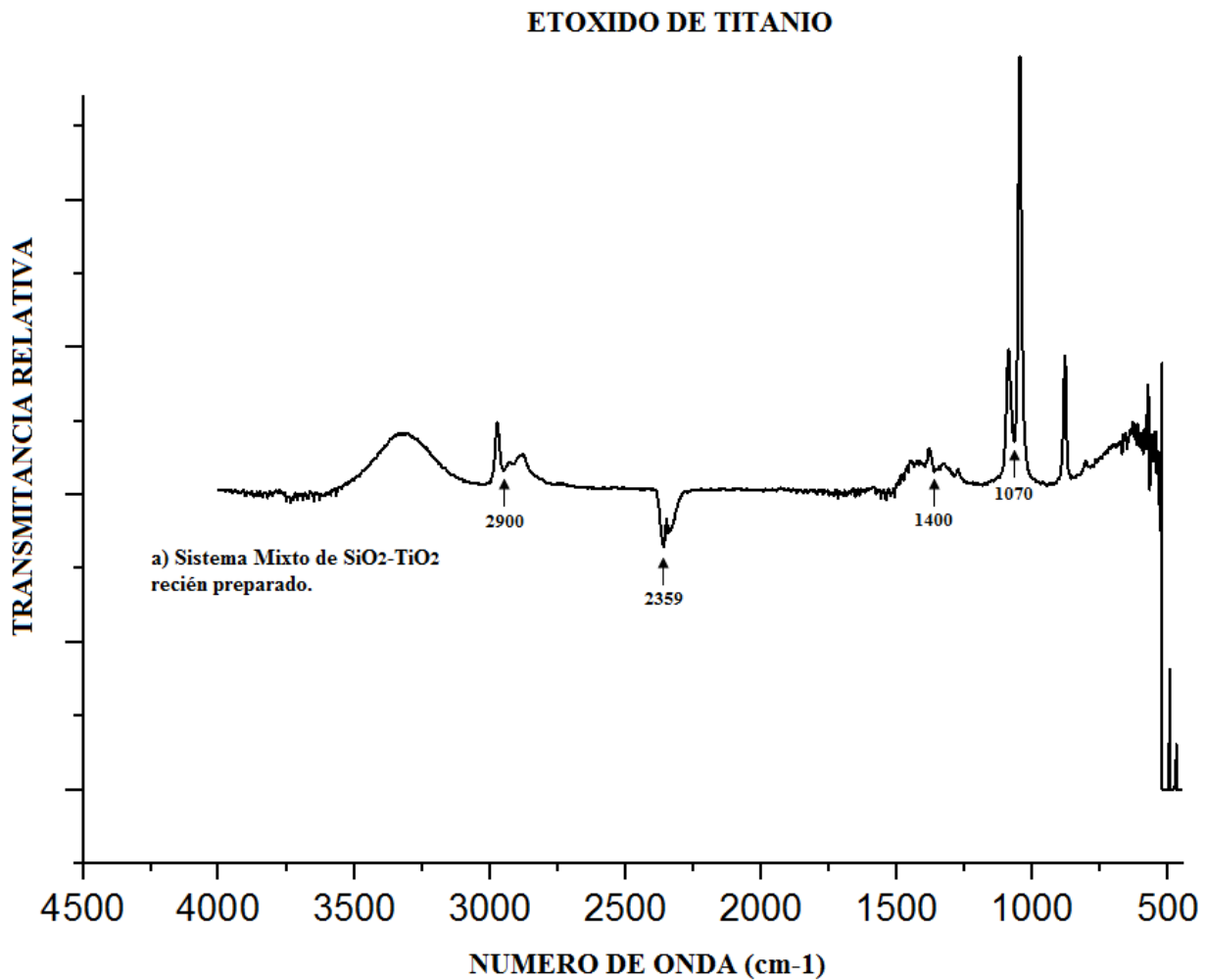
En la Gráfica 8 se presentan los espectros FT-IR del sistema mixto  $\text{SiO}_2$ -  $\text{TiO}_2$  sintetizado con Etoxido y se observan distintas bandas.

Las bandas de  $2900\text{cm}^{-1}$  corresponden a la vibración de enlace de alcanos. Los enlaces de  $\text{CO}_2$  se deben a las bandas de  $2359\text{cm}^{-1}$ . La vibración de valencia de enlace parcial  $\text{C}=\text{C}$  se debe a las bandas con  $1400\text{cm}^{-1}$ . Las bandas medianas a  $1070\text{cm}^{-1}$  corresponden al estiramiento del enlace  $\text{Si-O-Si}$ .



Tabla 20.- Asignación de bandas de la espectroscopia FT-IR del sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Etóxido de Titanio.

Sistema mixto de SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> con Etóxido	
ASIGNACIÓN DE BANDAS EN LOS ESPECTROS	NUMERO DE ONDA (cm <sup>-1</sup> )
	FASE SOL
	Recién Preparado
Vibración de enlace de alcanos (Hernández, 2019).	2900
Enlace de CO <sub>2</sub> (Amand y Tullin).	2359
Vibración de valencia de enlace parcial C=C	1400
Estiramiento del enlace Si-O-Si (Budiarti, Puspitasari, Hatta, Risanti y Risanti, 2017).	1070



Gráfica 8.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Etóxido Recién Preparado.



En la Gráfica 9 se presentan los espectros FT-IR del sistema mixto  $\text{SiO}_2$ -  $\text{TiO}_2$  sintetizado con Propoxido y se observan distintas bandas.

Para las gráficas a) Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  recién preparado y b) Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  con 15 días de Gelificación se observan las mismas bandas que se discuten a continuación.

Las bandas de  $3292\text{cm}^{-1}$  corresponden a los enlaces de O-H. La vibración de los enlaces de alcanos se debe a las bandas de  $2972\text{cm}^{-1}$ . Las bandas a  $1250\text{cm}^{-1}$  corresponden al grupo Si-O. Las bandas medianas a  $1070\text{cm}^{-1}$  corresponden al estiramiento del enlace Si-O-Si. Las siguientes bandas débiles a  $962\text{cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones de estiramiento asimétricas de Ti-O-Si.

Para la gráfica c) Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  en inmersión de S.B.F., las bandas se discuten a continuación:

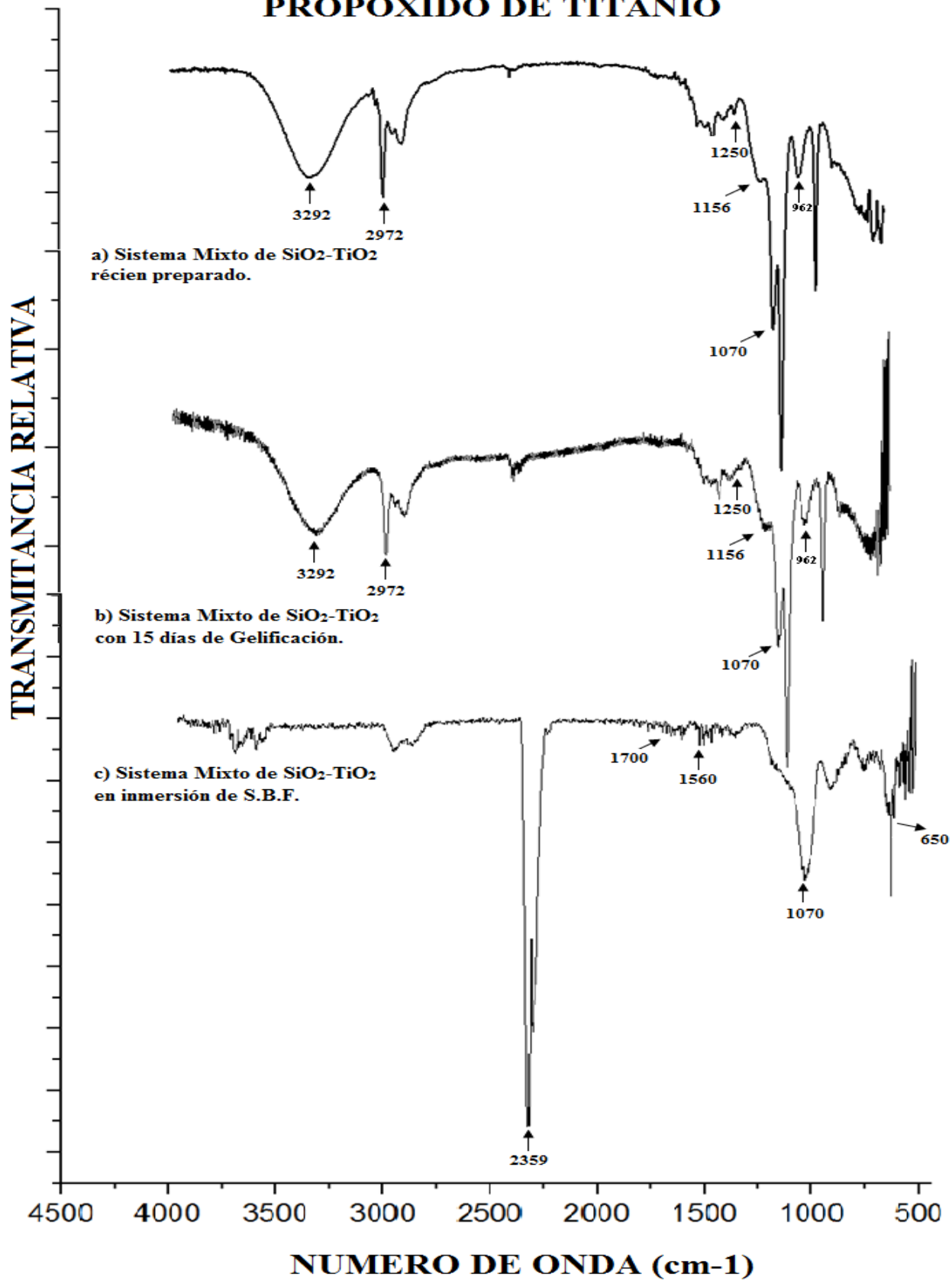
Las bandas de  $2359\text{cm}^{-1}$  corresponden a los enlaces de  $\text{CO}_2$ . Los enlaces de Ca-O se deben a las bandas de  $1700\text{cm}^{-1}$ . Las siguientes bandas a  $156\text{cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones de estiramiento asimétricas de C-O-Ti. Las bandas a  $1156\text{cm}^{-1}$  corresponden al agente quelante Acetilacetona. Las bandas medianas a  $1070\text{cm}^{-1}$  corresponden al estiramiento del enlace Si-O-Si. Las bandas medianas a  $1040\text{cm}^{-1}$  corresponden al grupo  $\text{PO}_4$ . La matriz de  $\text{TiO}_2$  se debe a las bandas con  $650\text{cm}^{-1}$ .



**Tabla 21.- Asignación de bandas de la espectroscopia FT-IR del sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Propoxido de Titanio, antes y después de la inmersión en S.B.F.**

<b>Sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Propoxido</b>			
<b>ASIGNACIÓN DE BANDAS EN LOS ESPECTROS</b>	<b>NUMERO DE ONDA (cm<sup>-1</sup>)</b>		
	<b>FASE SOL</b>	<b>FASE SOL</b>	<b>BIOACTIVIDAD</b>
	Recién Preparado	15 días	
Enlace de O-H (Hernández, 2019).	3292	3292	-
Vibración de enlace de alcanos (Hernández, 2019).	2972	2972	-
Enlace de CO <sub>2</sub> (Amand y Tullin).	-	-	2359
Enlace de Ca-O (Pattanayak et al., 2005).	-	-	1700
Vibración de estiramiento C-O-Ti asimétrica (Yang y Haile, 2005).	-	-	1560
Bandas del Si-O (Oh y Choi, 2010).	1250	1250	-
Bandas de Acetilacetona (Ndwandwe, Tshibangu y Dikio, 2011).	1156	1156	-
Estiramiento del enlace Si-O-Si (Budiarti, Puspitasari, Hatta, Risanti y Risanti, 2017).	1070	1070	1070
Bandas de Estiramiento de Ti-OSi (Mahyar, Behnajady y Modirshahla, 2010).	962	962	-
Matriz de TiO <sub>2</sub> (Zhang y Zheng, 2008).	-	-	650

## PROPOXIDO DE TITANIO



Gráfica 9.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Propoxido Recién Preparado, con varios días de Polimerización y en inmersión de S.B.F.



En la Gráfica 10 se presentan los espectros FT-IR del sistema mixto  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  sintetizado con Isopropóxido y se observan distintas bandas.

Para las gráficas a) Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  recién preparado y b) Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  con 15 días de Gelificación se observan las mismas bandas que se discuten a continuación.

Las bandas de  $3292\text{cm}^{-1}$  corresponden a los enlaces de O-H. La vibración de los enlaces de alcanos se debe a las bandas de  $2972\text{cm}^{-1}$ . Las bandas a  $1250\text{cm}^{-1}$  corresponden al grupo Si-O. Las bandas medianas a  $1070\text{cm}^{-1}$  corresponden al estiramiento del enlace Si-O-Si. Las bandas a  $1156\text{cm}^{-1}$  corresponden al agente quelante Acetilacetona. Las siguientes bandas débiles a  $962\text{cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones de estiramiento asimétricas de Ti-O-Si.

Para la gráfica c) Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  en inmersión de S.B.F., las bandas se discuten a continuación:

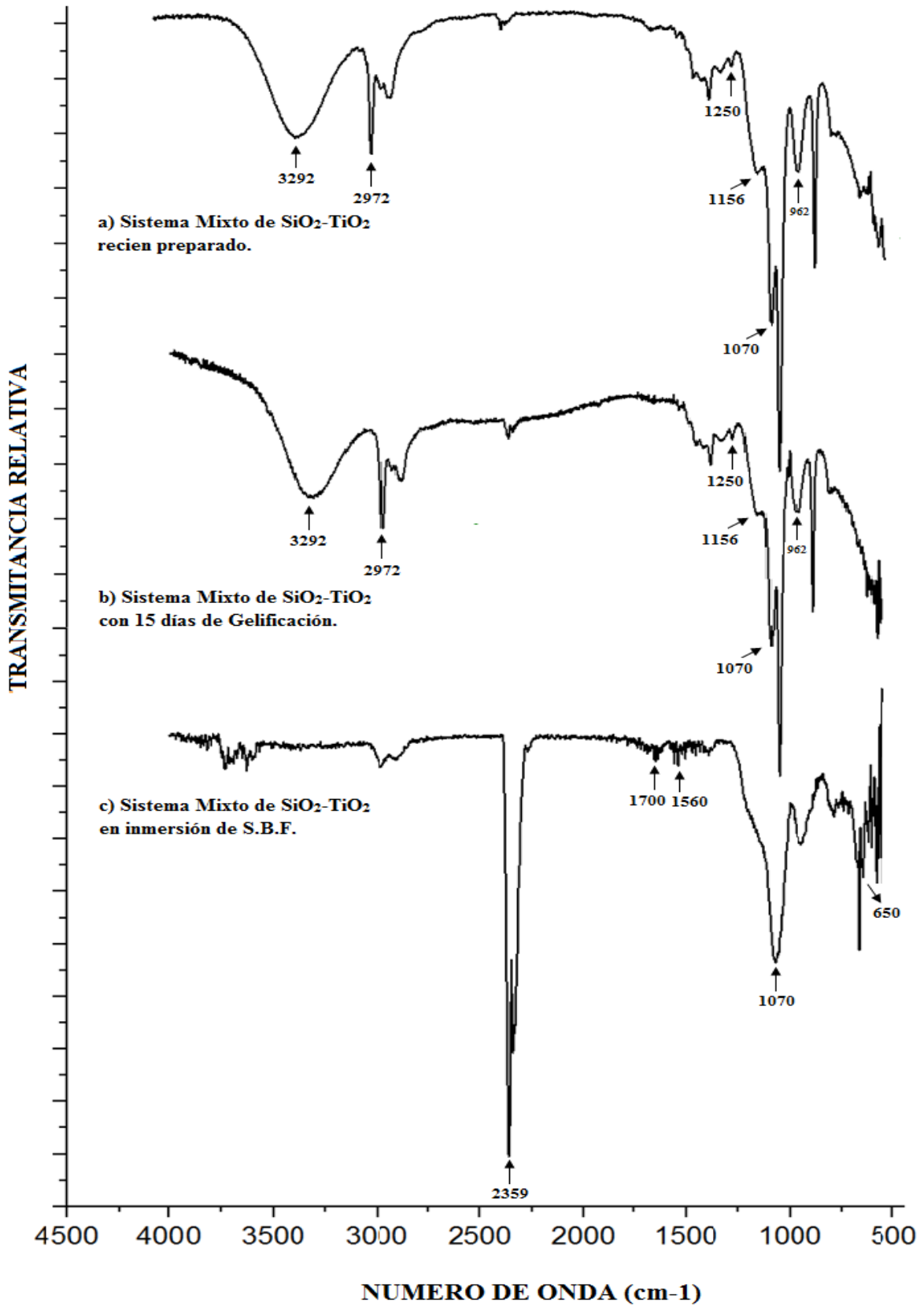
Las bandas de  $2359\text{cm}^{-1}$  corresponden a los enlaces de  $\text{CO}_2$ . Los enlaces de Ca-O se deben a las bandas de  $1700\text{cm}^{-1}$ . Las siguientes bandas a  $1560\text{cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones de estiramiento asimétricas de C-O-Ti. Las bandas medianas a  $1070\text{cm}^{-1}$  corresponden al estiramiento del enlace Si-O-Si. La matriz de  $\text{TiO}_2$  se debe a las bandas con  $650\text{cm}^{-1}$ .



**Tabla 22.- Asignación de bandas de la espectroscopia FT-IR del sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Isopropoxido de Titanio, antes y después de la inmersión de S.B.F.**

<b>Sistemamixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Isopropoxido</b>			
<b>ASIGNACIÓN DE BANDAS EN LOS ESPECTROS</b>	<b>NUMERO DE ONDA (cm<sup>-1</sup>)</b>		
	<b>FASE SOL</b>	<b>FASE SOL</b>	<b>BIOACTIVIDAD</b>
	Recién Preparado	15 días	
Enlace de O-H (Hernández, 2019).	3292	3292	-
Vibración de enlace de alcanos (Hernández, 2019).	2972	2972	-
Enlace de CO <sub>2</sub> (Amand y Tullin).	-	-	2359
Enlace de Ca-O (Pattanayak et al., 2005).			1700
Vibración de estiramiento C-O-Ti asimétrica (Yang y Haile, 2005).	-	-	1560
Bandas del Si-O (Oh y Choi, 2010).	1250	1250	-
Bandas de Acetilacetona (Ndwandwe, Tshibangu y Dikio, 2011).	1156	1156	-
Estiramiento del enlace Si-O-Si (Budiarti, Puspitasari, Hatta, Risanti y Risanti, 2017).	1070	1070	1070
Bandas de Estiramiento de Ti-O-Si (Mahyar, Behnajady y Modirshahla, 2010).	962	962	-
Matriz de TiO <sub>2</sub> (Zhang y Zheng, 2008).	-	-	650

### ISOPROPOXIDO DE TITANIO



Gráfica 10.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Isopropoxido Recién Preparado, con varios días de Polimerización y en inmersión de S.B.F.



En la Gráfica 11 se presentan los espectros FT-IR del sistema mixto  $\text{SiO}_2$ -  $\text{TiO}_2$  sintetizado con Butoxido y se observan distintas bandas.

Para las gráficas a) Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  recién preparado y b) Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  con 15 días de Gelificación se observan las mismas bandas que se discuten a continuación.

Las bandas de  $3292\text{cm}^{-1}$  corresponden a los enlaces de O-H. La vibración de los enlaces de alcanos se debe a las bandas de  $2972\text{cm}^{-1}$ . Las bandas a  $1250\text{cm}^{-1}$  corresponden al grupo Si-O. Las bandas a  $1156\text{cm}^{-1}$  corresponden al agente quelante Acetilacetona. Las siguientes bandas débiles a  $962\text{cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones de estiramiento asimétricas de Ti-O-Si.

Para la gráfica c) Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  en inmersión de S.B.F. las bandas se discuten a continuación:

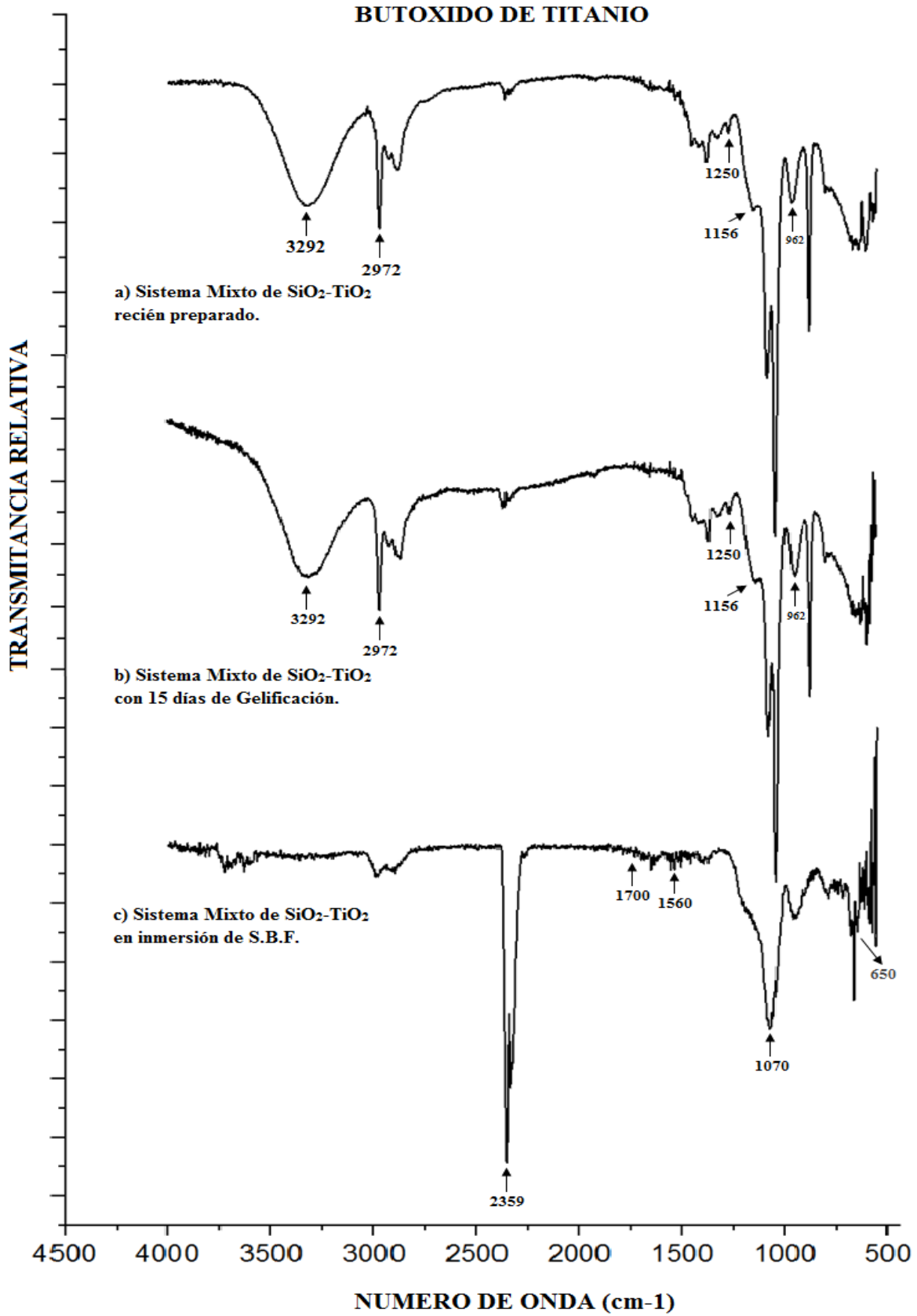
Las bandas de  $2359\text{cm}^{-1}$  corresponden a los enlaces de  $\text{CO}_2$ . Los enlaces de Ca-O se deben a las bandas de  $1700\text{cm}^{-1}$ . Las siguientes bandas a  $1560\text{cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones de estiramiento asimétricas de C-O-Ti. Las bandas medianas a  $1070\text{cm}^{-1}$  corresponden al estiramiento del enlace Si-O-Si. La matriz de  $\text{TiO}_2$  se debe a las bandas con  $650\text{cm}^{-1}$ .





**Tabla 23.- Asignación de bandas de la espectroscopia FT-IR del sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Butóxido de Titanio, antes y después de la inmersión en S.B.F.**

<b>Sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Butóxido</b>			
<b>ASIGNACIÓN DE BANDAS EN LOS ESPECTROS</b>	<b>NUMERO DE ONDA (cm<sup>-1</sup>)</b>		
	<b>FASE SOL</b>	<b>FASE SOL</b>	<b>BIOACTIVIDAD</b>
	Recién Preparado	15 días	-
Enlace de O-H (Hernández, 2019).	3292	3292	-
Vibración de enlace de alcanos (Hernández, 2019).	2972	2972	-
Enlace de CO <sub>2</sub> (Amand y Tullin).	-	-	2359
Enlace de Ca-O (Pattanayak et al., 2005).	-	-	1700
Vibración de estiramiento C-O-Ti asimétrica (Yang y Haile, 2005).	-	-	1560
Bandas del Si-O (Oh y Choi, 2010).	1250	1250	-
Bandas de Acetilacetona (Ndwandwe, Tshibangu y Dikio, 2011).	1156	1156	-
Estiramiento del enlace Si-O-Si (Budiarti, Puspitasari, Hatta, Risanti y Risanti, 2017).	-	-	1070
Bandas de Estiramiento de Ti-OSi (Mahyar, Behnajady y Modirshahla, 2010).	962	962	-
Matriz de TiO <sub>2</sub> (Zhang y Zheng, 2008).	-	-	650



Gráfica 11.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Butoxido Recién Preparado, con varios días de Polimerización y en inmersión de S.B.F.



## ANÁLISIS DE RESULTADOS.

En este apartado se hace énfasis a los resultados obtenidos de este trabajo de investigación experimental, destacando primeramente la síntesis en la obtención de materiales, para después analizar los gráficos obtenidos por medio de la técnica de espectroscopia Ultravioleta Visible (UV-Vis) y espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier aplicadas al sistema de óxidos mixtos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ , en función del precursor de Titanio aplicado en la síntesis de reacción.

Para la obtención del sistema mixto fue necesario realizar los respectivos cálculos en base a la estequiometría de las reacciones y que estos fueran aplicados en las cantidades a utilizar de los precursores en la síntesis; y a base de prueba y error en la experimentación a nivel laboratorio se tomó la decisión de trabajar el sistema en una relación 90%-10%, ya que este sistema demostraba una estabilidad química sin precipitación de los precursores utilizados; es importante destacar que existen trabajos de investigación que han reportado particularmente que el sistema de silicio-titanio trabajan con una relación molar máxima de 80%-20% respectivamente, sin embargo al área a la que se enfocan dichas investigaciones son muy diversas.

Aunado a lo anterior, a partir de la aplicación de la metodología Sol Gel se apreciaba de manera cualitativa la homogeneidad y transparencia de los cinco sistemas, y cuyas características son propiedades de este método, así también observando inicialmente que las muestras tomaban una coloración amarilla al momento de la preparación de los sistemas.



Realizando el análisis de las muestras por espectroscopia de Ultra Violeta Visible (UV-Vis), se pudo observar por medio de los gráficos, el avance de la polimerización en los cinco sistemas, apreciando así también la evolución de las especies químicas ya que en el Silicio- Metoxido y Silicio-Etoxido su tiempo máximo de gelificación fue de dos días y para los sistemas de Silicio-Propoxido, Silicio-Isopropoxido y Silicio-Butoxido el rango de gelificación fue de 20 a 25 días.

En base a lo anterior, se puede deducir que es como consecuencia de dos factores; primeramente en la síntesis del sistema mixto con los precursores de Metoxido y Etoxido hubo necesidad de agregar cantidades adicionales de catalizador (HCl), ya que para evitar su precipitación y obtener la homogeneidad y transparencia que caracterizan al proceso Sol Gel, hubo la necesidad de adicionar este componente y lo cual influyo en la pronta gelificación de estos sistemas. El segundo factor es consecuencia de la aparición y desaparición de especies químicas presentes en los cinco sistemas y los cuales se realizaron a temperatura ambiente. Aunado a esto, también se pudo relacionar la parte teórica acerca del funcionamiento del equipo de UV-Vis así como los accesorios de los que está compuesto este equipo de análisis y con ello poder aplicar los conocimientos investigados así como la operación del equipo a las muestras sintetizadas.

En el análisis por Espectroscopia Infrarroja por (FTIR) se pudieron determinar los grupos funcionales presentes en cada una de las cinco muestras, partiendo de base de la misma técnica y la cual toma como referencia la vibración de las moléculas, dando como resultado bandas características de cada especie dentro del espectro.



A través de una adecuada interpretación, se determinaron enlaces de O-H, de alcanos correspondientes al grupo Si-O. Y posterior a la inmersión de S.B.F., bandas nuevas que se generaron, mostrando en el espectro enlaces de Ca-O, lo cual es un indicio de la presencia de hidroxiapatita en los sistemas sintetizados y donde el principal objetivo de este proyecto de investigación fue poder demostrar la compatibilidad de los sistemas sintetizados con la incorporación de estos iones de  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Na}^{+}$  para poder cumplir las características de un material bioactivo.

También es importante destacar, que de los sistemas sintetizados de Silicio-Propoxido, Silicio-Isopropoxido y Silicio-Butoxido; el sistema que muestra una mejor tendencia a la incorporación de los iones representativos del S.B.F. ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Na}^{+}$  y  $\text{PO}_4$ ) es el que fue sintetizado a base del precursor de Isopropoxido, ya que en su respectivo espectro se le puede ver una banda con mayor intensidad a los  $1700\text{cm}^{-1}$  y la cual corresponde a presencia de iones de Calcio, deduciendo así que en esa región para en este sistema en particular hay una mayor concentración de dichos iones.

Además de las técnicas de caracterización utilizadas en este proyecto de investigación pueden aplicarse otras que permitan proporcionar mas información acerca de la incorporación de nuevas especies químicas en la estructura de los sistemas como la espectroscopia atómica la cual es una técnica capaz de detectar y determinar cuantitativamente alrededor de 50% de los elementos de la Tabla Periódica o el análisis elemental el cual permite determinar el contenido total de carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre presentes en un amplio rango de muestras de naturaleza orgánica e inorgánica, pero estos análisis pueden ser llevados a cabo en un futuro como continuación a este proyecto de investigación para complementar a detalle esta investigación.



## CONCLUSIONES.

Se logró el objetivo principal planteado en este proyecto de investigación, ya que se sintetizaron materiales de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  variando el precursor de titanio a Metóxido, Etoxido, Propóxido, Isopropóxido y Butoxido, todos ellos en una relación molar 90% de silicio y 10% de titanio, aplicando el proceso Sol-Gel y observando en dichos sistemas las particularidades características de este método como la homogeneidad y transparencia de las muestras y determinando así sus principales propiedades a través de las caracterizaciones de dichas muestras por espectroscopia UV-Vis y FT-IR.

Las técnicas de caracterización que se emplearon tanto la espectroscopia de UV-VIS como la espectroscopia FT-IR permitieron demostrar la presencia de bioactividad en los sistemas a escalas moleculares y lo cual abre una gran gama de posibilidades en cuanto a la utilización de este sistema para estudios posteriores obtenidos mediante el proceso Sol-Gel, apreciando así los enlaces de Si-O-Ti en cada sistema, de igual manera se pudo comprobar la bioactividad de los sistemas al observar los enlaces característicos de la hidroxiapatita, a excepción de las muestras Silicio-Metóxido y Silicio-Etoxido con lo cual se responde a una cuestión importante de la investigación la cual hacía referencia si el estado físico en la síntesis de los sistemas afectaría al sistema, siendo la respuesta positiva, ya que se tuvo que utilizar un catalizador ácido para poder llegar a la transparencia y homogeneidad que necesitaba el sistema, pero alterando su pH siendo este ya no aceptable para el S.B.F.



Se recomienda hacer estudios variando la relación de síntesis del sistema de 90% SiO<sub>2</sub>–10% TiO<sub>2</sub> de igual manera variando el agente quelante ocupado para así poder determinar la influencia en los enlaces que se formaran para estos nuevos sistemas y como cambia su relación con la bioactividad usando como referencia las bandas reportadas.

Por último, pudimos observar los cambios que se generaron en los sistemas antes de su inmersión en S.B.F. y después de su inmersión en forma de pellet lo cual también fue uno de los objetivos de la investigación, contrastando así con otros estudios que han realizado pruebas en S.B.F sin la forma de pellet, en donde encontramos la aparición de algunas bandas nuevas y algunas que desaparecieron.

En base a las técnicas utilizadas (espectroscopias UV-Vis y FT-IR), se concluye que los sistemas de óxidos mixtos de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> a base de los precursores de Metoxido, Etoxido, Propoxido, Isopropoxido y Butoxido pueden ser obtenidos por la metodología Sol-Gel aplicando la correcta estequiometría y también que los sistemas de Silicio-Propoxido, Silicio-Isopropoxido y Silicio-Butoxido presentan indicios de la incorporación de iones PO<sub>4</sub><sup>+2</sup>, Ca<sup>+2</sup> y Na<sup>+</sup> en su estructura molecular y, deduciendo su posible aplicación como materiales bioactivos, se descartan los sistemas de Silicio-Metoxido y Silicio Etoxido ya que para la obtención de estos hubo la necesidad de adicionar un catalizador ácido, modificando así el pH estas muestras.



## BIBLIOGRAFÍA

- Amand, L. E., y Tullin, C. J. "The Theory Behind FTIR analysis Application Examples From Measurement at the 12 MW Circulating Fluidized Bed Boiler at Chalmers", curso presentado en The Centre of Combustion Science and Technology CECOST on "Measurement Technology". Sin fecha.
- Basu, B. (2017). Biomaterials Science and Tissue Engineering Principles and Methods. India, Cambridge University Press.
- Bertassoni, L. E., y Coelho P. G. (2015). Engineering Mineralized and Load Bearing Tissues. USA: Springer.
- Bhat, S. (2002). Biomaterials. U.K.: Alpha Science.
- Brinker, C. y Scherer, G. (1990). The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. London: ACADEMIC PRESS, INC.
- Budiarti, H. A., Puspitasari, R. N., Hatta, A. M., Risanti S. D., y Risanti, S. D. Synthesis and Characterization of  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  and  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  Core-Shell Structure Using Lapindo Mud Extract via Sol-Gel Method. Marzo de 2017, archivo.
- Bumgardner D., Vasques M., Fulzele K., Smith D., Branch K., Christian S., y Williams D. (2004). Biocompatibility Testing, In Encyclopedia of Biomaterials and Biomedical Engineering. New York: Marcel Dekker.
- De León Santillán, A. (2008). Diseño y caracterización de nuevos materiales híbridos con partículas de sílice embebidas en una matriz polimérica de resina epóxica funcionalizada. Tesis de Licenciatura. Instituto Tecnológico de Zacatecas.
- Duffo, G. (2011). Materiales y materias primas. Ciudad Autónoma de Buenos Aires. García, J. (2002). Introducción al cultivo de tejidos. Recuperado el 8 de Junio de 2002, de <http://histolii.ugr.es/jmgarcia/cultivos/cultivos.pdf>
- González, E., y Paz, A. (2009). Composición de las disoluciones y parámetros de los procesos empleados en la aplicación de recubrimientos biomiméticos sobre titanio. Revista CENIC, Volumen (40), pp. 73-74.
- Hernández A., Suarez C., Robles A., Contreras C., y Mejía J. (2016). Biomateriales. Contextualización general, Tipos y aplicaciones. Colombia.
- Hernández C. A. "Curso de espectroscopia Infrarroja y Raman con aplicaciones en la Industria Farmacéutica", curso presentado en Universidad Nacional Autónoma de México, del 12-15 de Febrero de 2019.
- Innocenzi P., Zub Y. y Kessler V. (2007). Sol-Gel Methods for Materials Processing. Ukraine: Springer.





- Levy D. y Zayat M. (2015). The Sol-Gel Handbook Volume 1: Synthesis and Processing. Germany: WILEY-VCH.
- Mahyar A., Behnajady M.A., y Modirshahla N. (2010). “Characterization and photocatalytic activity of SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> mixed oxide nanoparticles prepared by sol-gel method”, Indian Journal of Chemistry, Volume (49A), pp. 1593-1600.
- Metals Handbook,(2002).Materials Characterization, ASM Handbook Committee, ASM-International. Metals Park, Ohio.
- Narayan, R. (2009).Biomedical Materials.USA: Springer.
- Ndwandwe S., Tshibangu, y Dikio E.D. (2011). “Synthesis of Carbon Nanospheres From Vanadium β-Diketonate Catalyst”. International Journal of Electrochemical Science. Volume (6), pp. 749-760.
- Oh, T., y Choi, C. K. (2010). “Comparison between SiOC Thin Films Fabricated by Using Plasma Enhance Chemical Vapor Deposition and SiO<sub>2</sub> Thin Films by Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy”. Journal of the Korean Physical Society. Volumen 56 (4), pp. 1150-1155.
- Owen, T. (2000). Fundamentos de la espectroscopía UV-visible moderna. Alemania.
- Pabón, E., Borja, S.M., y Ordoñez Loza, J. (2013). Síntesis y Caracterización de Óxidos Mixtos de Sílice-Titania preparados por Método Sol-Gel y Tratamiento Hidrotérmico. Revista EIA, Volumen (10), pp. 125.
- Pastor, E. L. (2008). Contribución al Estudio del Comportamiento de Silicio Poroso Nanoestructurado en Fluidos Corporales Simulados para el Desarrollo de Nuevos Materiales Biocompatibles y Biodegradables. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Valencia.
- Pattanayak, D. K., P, D., Upadhyay, S., Prasad, R. C., Rao, B. T., y Mohan, R. R. (2005). Synthesis and Evaluation of Hydroxyapatite Ceramics. Trends Biomater. Artif. Organs, Volumen (18).
- Pérez, G. (Sin Fecha). Espectrometría ultravioleta-visible.
- Ramírez. M., Huirache, R., Espinosa, G., y Hernández, G., (2010) Estado del arte del proceso sol-gel en México. CIENCIA ergo sum. 17(2), 183-188. Recuperado julio-octubre de 2010 de la base de datos REDALYC.
- Ratner, B., Hoffman, A., Schoen, F., y Lemons, J. (2004). Biomaterials Science: A Multidisciplinary Endeavor.USA.
- Reiriz, J. (Sin fecha). Sistema Inmune y la sangre. Recuperado de <https://www.infermeravirtual.com/files/media/file/102/Sangre.pdf?1358605574>
- Sakka, S. (2005).Handbook of Sol-Gel Science and Technology Processing Characterization and Applications.Japan.Kluwer Academic Publishers.



- Skoog, Holler., y Nieman. (2001). Principios de análisis instrumental. España.
- Smith, B. (2011). Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy. USA: CRC Press.
- Thermo Nicolet Corporation. (2001). Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry. USA.
- Williams, D. (Marzo de 1986). European Society for Biomaterials. Definitions in Biomaterials: Proceedings of a Consensus Conference of the European Society for Biomaterials, Chester, England.
- Wright, J., y Sommerdijk, N. (2001). Sol-Gel Materials Chemistry and Applications. USA: CRC PRESS.
- Yang, L., Lai, Y., y Chen, J. S. (2005). "Compositional tailored sol-gel SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> thin films: Crystallization, chemical bonding configuration, and optical properties". J. Mater. Res. Volumen 20 (11).
- Yang, W. D., y Haile, S. M. (2005) Highly Preferred Oriented Lead Barium Titanate Thin Films Using Acetylacetone as Chelating Agent in a Sol-Gel Process. Materials Science. Volumen (10), pp. 143-148.
- Zhang, S., Li, L. y Kumar, A. (2008). Materials Characterization Techniques. USA: CRC Press.
- Zhang, X. (2014). Inorganic Biomaterials: Structure, Properties and Applications. U.K.: Smithers Rapra.
- Zhang, X., y Zheng, H. (2008). "Synthesis of TiO<sub>2</sub>-doped SiO<sub>2</sub> composite films and its applications". Indian Academy of Sciences. Volumen 31(5), pp. 787-790.



## GLOSARIO.

- **Elastómeros:** Son aquellos tipos de compuestos que incluyen no metales en su composición y que muestran un comportamiento elástico.
- **Radio-opaco:** Todo cuerpo que ofrece resistencia a ser atravesado por los rayos X y es visible en la radiografía como una zona blanca.
- **Material a granel:** Es un material en grano o también quebrado fluido. Las características de cada material a granel quedan determinadas por la granulación y la distribución de los granos, pero también por la temperatura del producto, la densidad aparente, la humedad y el ángulo de fricción.
- **Cemento de PMMA:** Un cemento acrílico usado para reparar fracturas del hueso, y en otros procedimientos ortopédicos.
- **Fatiga:** Se refiere a un fenómeno por el cual la rotura de los materiales bajo cargas dinámicas cíclicas se produce más fácilmente que con cargas estáticas.
- **Proliferación:** Reproducción o multiplicación de algún organismo vivo, especialmente de las células.
- **Cito-compatibles:** Material o sustancia que no produce reacciones perjudiciales en uno o varios tipos celulares cuando interacciona con ellos.
- **Sten:** Es un tubo pequeño y autoexpandible que se coloca en un vaso sanguíneo o arteria que se haya cerrado u obstruido, con el fin de reabrirlo y que luego se mantenga abierto.
- **Osteoconductiva:** La osteoconducción se define como un fenómeno que se encuentra regularmente en los implantes óseos y esto significa crecimiento óseo en una superficie de biomaterial. Los materiales de implantes de baja biocompatibilidad, como el cobre, la plata y el cemento óseo, muestran poca o ninguna osteoconducción.
- **HA sintética:** Es un fosfato de calcio con una composición química muy similar a la del hueso humano, lo cual la hace biocompatible con los tejidos vivos.



- Hemodializador: Máquina que se utiliza para purificar la sangre en la insuficiencia renal severa.
- In vitro: Se refiere a una técnica para realizar un determinado experimento en un tubo de ensayo, o generalmente en un ambiente controlado fuera de un organismo vivo.
- Biomimeticamente: Es el término más utilizado en literatura científica e ingeniería para hacer referencia al proceso de entender y aplicar a problemas humanos soluciones procedentes de la naturaleza.
- Pleural: Es una membrana delgada que recubre el exterior de los pulmones y reviste el interior de la cavidad torácica.
- Humor acuoso: Líquido que se halla en el globo del ojo delante del cristalino.
- Mesoporo: Material sólido y poroso, con carácter natural o sintético, de tamaño medio de poro comprendido entre el microporoso (menor de 2 nm) y el macroporoso (mayor de 50 nm). La estructura de poros puede estar ordenada o no y proporciona un área superficial extremadamente alta en una cantidad relativamente pequeña de material.
- Sales de metales polivalentes: Pueden presentar una valencia u otra en función del compuesto que se forme.
- Coprecipitación: Es el proceso por el cual una especie que normalmente es soluble se separa de la disolución durante la formación de un precipitado. Especies solubles que precipitan sobre la superficie de un sólido que se precipitó con anterioridad.
- Fotón: Partícula mínima de energía luminosa o de otra energía electromagnética que se produce, se transmite y se absorbe.
- Fotodiodo: Es un semiconductor construido con una unión PN, sensible a la incidencia de la luz visible o infrarroja.
- Xerogeles: Sólido formado por la deshidratación de un gel.
- Pellet: Término utilizado para referirse a pequeñas porciones de material aglomerado o comprimido de diferentes materiales.



- Coloides: Son suspensiones de partículas de dimensiones lineales entre 1 nm ( $10\text{\AA}$ ) y  $1\ \mu\text{m}$  ( $10^4\text{\AA}$ ).
- Sol: Es una dispersión de partículas coloidales suspendidas en movimiento browniano dentro de una matriz fluida.



## APENDICE

### LISTA DE FOTOGRAFIAS

*Fotografía 1.- Reactivos químicos empleados en la síntesis de reacción.*

*Fotografía 2.- Reactivos para la síntesis de sistemas mixtos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .*

*Fotografía 3.- Sistema de reacción para la síntesis del Sol A2.*

*Fotografía 4.- Filtrado de la solución y obtención de Sol A2.*

*Fotografía 5.- Peso del reactivo Metóxido de Titanio.*

*Fotografía 6.- Reactivos Metóxido de Titanio y agente quelante Acetilacetona.*

*Fotografía 7.-Solución a y b.*

*Fotografía 8.- Adición del Sol de silicio (Sol A2) a la solución c.*

*Fotografía 9.- Aplicación de Ultrasonidos de alta frecuencia.*

*Fotografía 10.- Reactivo Etóxido de titanio y agente quelante.*

*Fotografía 11.- Reactivo Propoxido de titanio y agente quelante.*

*Fotografía 12.- Reactivo Butóxido de Titanio y agente quelante.*

*Fotografía 13.- Reactivo Isoprópoxido de Titanio y agente quelante.*

*Fotografía 14.- Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Metoxido.*

*Fotografía 15.- Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Etoxido.*

*Fotografía 16.- Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Propoxido.*

*Fotografía 17.- Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Isopropoxido.*

*Fotografía 18.- Sistema Mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Butoxido.*

*Fotografía 19.- Xerogel del sistema mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .*

*Fotografía 20.- Fase polvo del sistema mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Propoxido.*

*Fotografía 21.- Fase polvo del sistema mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Isopropoxido.*

*Fotografía 22.- Fase polvo del sistema mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  de Butoxido.*

*Fotografía 23.- Armado del sistema para la preparación del S.B.F.*

*Fotografía 24.- 8.036 gr. de NaCl.*

*Fotografía 25.- 0.325 gr. de  $\text{NaHCO}_3$ .*



*Fotografía 26.- 0.225 gr. de KCl.*

*Fotografía 27.- 0.230 gr de  $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ .*

*Fotografía 28.- 0.072 gr. de  $Na_2SO_4$ .*

*Fotografía 29.- 6.0656 gr. de TRIS.*

*Fotografía 30.- 40 mL de HCl 1 M.*

*Fotografía 31.- Sistema finalizado de S.B.F.*

*Fotografía 32.- Pastilla de Propóxido de titanio.*

*Fotografía 33.- Pastilla de Isopróxido de titanio.*

*Fotografía 34.- Pastilla de Butóxido de titanio.*

*Fotografía 35.- Inmersión de las pastillas en S.B.F.*

*Fotografía 36.- Equipo de UV-VIS.*

*Fotografía 37.- Equipo de FT-IR.*



## LISTA DE GRÁFICAS

*Gráfica 1.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Metóxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.*

*Gráfica 2.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Etóxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.*

*Gráfica 3.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Propóxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.*

*Gráfica 4.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Isoprópoxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.*

*Gráfica 5.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Butóxido. Recién Preparados y con varios días de Polimerización.*

*Gráfica 6.- Espectros de UV-Vis correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> en la última etapa de Gelificación de los Precursores de Titanio.*

*Gráfica 7.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Métoxido Recién Preparado.*

*Gráfica 8.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Etoxido Recién Preparado.*

*Gráfica 9.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Propóxido Recién Preparado, con varios días de Polimerización y en inmersión de S.B.F.*

*Gráfica 10.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Isopropóxido Recién Preparado, con varios días de Polimerización y en inmersión de S.B.F.*

*Gráfica 11.- Espectros de FT-IR correspondientes al Sistema Mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Butoxido Recién Preparado, con varios días de Polimerización y en inmersión de S.B.F.*





## LISTA DE IMÁGENES

*Imagen 1.- Implante de biomaterial.*

*Imagen 2.- Disciplinas reunidas para la elaboración de biomateriales.*

*Imagen 3.-Estructuras de cerámicas y vidrios.*

*Imagen 4.- Incrustación de cerámica.*

*Imagen 5.- Cemento de PMMA.*

*Imagen 6.- Implantes de oro.*

*Imagen 7.- Montaje experimental.*

*Imagen 8.- Etapas del proceso sol-gel.*

*Imagen 9.- Lista de los ligando alcoxi más utilizados comúnmente.*

*Imagen 10.- Materiales porosos.*

*Imagen 11.- Cubeta o celda de cuarzo.*

*Imagen 12.- Interferometro de Michelson.*

*Imagen 13.- Proceso de análisis de muestra.*



## LISTA DE TABLAS

*Tabla 1.- Desarrollos históricos de biomateriales.*

*Tabla 2.- Aplicaciones y materiales ocupados como biomateriales.*

*Tabla 3.- Desarrollo de técnicas y métodos de cultivo de tejidos.*

*Tabla 4.- Concentración de iones del S.B.F. en comparación con la del plasma sanguíneo humano.*

*Tabla 5.- Materiales para la síntesis de Sol Stock y Sol A2.*

*Tabla 6.- Materiales para la síntesis de S.B.F.*

*Tabla 7.- Equipo eléctrico para la síntesis de los incisos a) y b).*

*Tabla 8.- Reactivos para la síntesis de Sol Stock y Sol A2.*

*Tabla 7.- Cantidades para la síntesis de sistemas mixtos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .*

*Tabla 8.- Reactivos y pureza para la síntesis de S.B.F.*

*Tabla 9.- Cantidades de reactivos para la síntesis de sistemas mixtos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .*

*Tabla 10.- Reactivos y pureza para la síntesis de S.B.F.*

*Tabla 11.- Características de los sistemas mixtos.*

*Tabla 12.- Tiempos de gelificación de los sistemas mixtos de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ .*

*Tabla 13.- Reactivos y cantidades para el S.B.F.*

*Tabla 14.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia uv-vis para la muestra mixta de sol de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  con Métoxido.*

*Tabla 15.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia uv-vis para la muestra mixta de sol de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  con Etóxido.*

*Tabla 16.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia uv-vis para la muestra mixta de sol de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  con Propoxido.*

*Tabla 17.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia uv-vis, para la muestra mixta de sol de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  con Isopropoxido.*

*Tabla 18.-Determinación de la presencia de sustancias por espectroscopia uv-vis para la muestra mixta de sol de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  con Butóxido.*

*Tabla 19.- Asignación de bandas de la espectroscopia ft-ir del sistema mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  con Métoxido en fase sol, polvo y en cuanto a su bioactividad.*

*Tabla 20.- Asignación de bandas de la espectroscopia FT-IR del sistema mixto de  $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$  con Etóxido en fase sol, polvo y en cuanto a su bioactividad.*



*Tabla 21.- Asignación de bandas de la espectroscopia FT-IR del sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Propoxido en fase sol, polvo y en cuanto a su bioactividad.*

*Tabla 22.- Asignación de bandas de la espectroscopia FT-IR del sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Isopropoxido en fase sol, polvo y en cuanto a su bioactividad.*

*Tabla 23.- Asignación de bandas de la espectroscopia FT-IR del sistema mixto de SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> con Butóxido en fase sol, polvo y en cuanto a su bioactividad.*



# DIPLOMA

Perkin Elmer de México, S.A.

Certifica que:

*Leonardo Granados Guerrero*

Ha concluido de manera satisfactoria el Curso Teórico – Práctico denominado

*Espectroscopia Infrarroja y Raman con aplicaciones  
Farmacéuticas*

Llevado a cabo del 12 al 15 de Febrero del 2019, en las Instalaciones de la UNAM, Edif. H "Mario Molina"  
Con un total de 28 horas, con evaluación.

Se extiende el presente diploma a los 15 días del mes de Febrero del 2019.

M.C. Cláudia Hernández A.  
Asesora de Caracterización de Materiales  
Perkin Elmer de México

Registro ante la STPS: PEM-650731-QC3-0013