

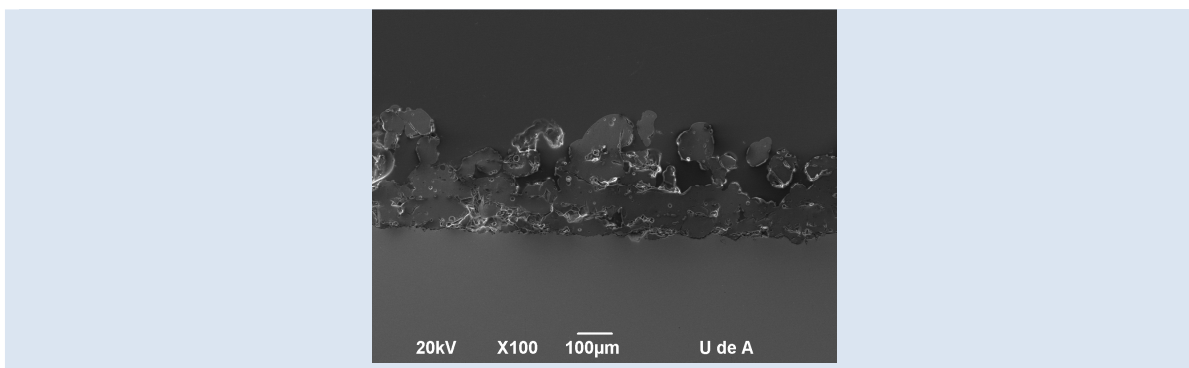
## INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS DE DEPOSICIÓN EN LA POROSIDAD Y ADHERENCIA DE RECUBRIMIENTOS DE BIOVIDRIOS DEL SISTEMA $31\text{SiO}_2\text{-}11\text{P}_2\text{O}_5\text{-}51\text{CaO-}7\text{MgO}$ ELABORADOS MEDIANTE PROYECCIÓN TÉRMICA POR COMBUSTIÓN OXIACETILÉNICA

Raúl Correa<sup>1</sup>, Mónica Monsalve<sup>1\*</sup>, Esperanza López<sup>1</sup>, Francisco Bolívar<sup>1</sup>, Fabio Vargas<sup>1</sup>, Tatiana Ríos<sup>2</sup> y Andrea Muñoz<sup>2</sup>.

1: Departamento de Ingeniería Metalúrgica y de Materiales. Grupo de Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales. Universidad de Antioquia. Colombia

2: Industrias Médicas Sampedro. Colombia

\* e-mail: emjma886@udea.edu.co



### RESUMEN

Se estudió el efecto de la distancia de proyección y de la entalpía de la llama sobre la adherencia, la rugosidad superficial, la porosidad y la microdureza de recubrimientos de biovidrio del sistema  $31\text{SiO}_2\text{-}11\text{P}_2\text{O}_5\text{-}51\text{CaO-}7\text{MgO}$  depositados sobre acero AISI 316L mediante proyección térmica por combustión oxiacetilénica. Como material de partida se utilizaron polvos micrométricos ( $45\text{--}75\ \mu\text{m}$ ). La distancia entre la antorcha y el sustrato fue de 8 y 10 cm y la entalpía de la llama utilizada fue variada a partir de mezclas de acetileno:oxígeno de 1:1,5 y de 1:2 en volumen. Los recubrimientos obtenidos con la relación de gases 1:2 mostraron mejores propiedades físicas y mecánicas que los depositados con la relación 1:1,5, ya que con esta relación se generan splats homogéneos que se empaquetan más eficientemente formando una capa menos porosa. En lo que respecta a la distancia de proyección dos efectos contrarios fueron detectados: cuando se utiliza la relación  $\text{C}_2\text{H}_2\text{:O}_2$  de 1:1,5 la reducción de la distancia aumenta las salpicaduras producidas por efecto de la temperatura excesiva de las partículas al momento del impacto con el sustrato y en consecuencia la estructura obtenida es más irregular, mientras que con la relación de gases de 1:2 la reducción de la distancia de proyección hace que las partículas lleguen al sustrato a una temperatura adecuada y por lo tanto, la estructura obtenida es más homogénea y el grado de cristalización del recubrimiento es mayor.

**Palabras Claves:** Biovidrio, Proyección Térmica por Llama, Recubrimientos Bioactivos.

### INFLUENCE OF DEPOSITION PARAMETERS ON THE POROSITY AND ADHERENCE OF COATINGS SPRAYED BY COMBUSTION FLAME FROM $31\text{SiO}_2\text{-}11\text{P}_2\text{O}_5\text{-}51\text{-CaO-}7\text{MgO}$ BIOGLASSES

#### ABSTRACT

It was studied the influence of both: the flame enthalpy and spray distance on the adhesion, the surface roughness, the porosity and the micro hardness of coatings elaborated by flame spraying from bioactive glass powders of the system  $31\text{SiO}_2\text{-}11\text{P}_2\text{O}_5\text{-}51\text{CaO-}7\text{MgO}$ . Two acetylene-oxygen volumetric ratios: 1:1,5 and 1:2 were used to produce the flame; the distribution size particles of powders sprayed was between 45 and 75  $\mu\text{m}$ ; the spray distances were 8 and 10 cm and AISI 316L steel was used as substrate. The coatings obtained using the 1:2 gas ratio showed both better physical and mechanical properties than those obtained by the 1:1,5 gas ratio due to their more homogeneous structure. Regarding to the spray distance, two opposite effects were detected: when a 1:1,5  $\text{C}_2\text{H}_2\text{:O}_2$  gas ratio was used, the temperature of melted particles was excessive producing splashing during the impact of these particles on the substrate and then the structure obtained in the coatings was more irregular and porous, while, using a 1:2 gas ratio the particles reached the substrate surface at an adequate temperature to produce a more homogeneous structure and a higher crystallization.

**Keywords:** Bioglass, flame thermal spray, bioactive coatings.

## 1. INTRODUCCIÓN

Los daños en los tejidos duros como los huesos, cadera, rodillas, dientes y tendones entre otros son cada vez más frecuentes en los seres humanos. El incremento en la necesidad de reemplazar partes del cuerpo enfermas o dañadas ha motivado numerosas investigaciones tendientes a desarrollar materiales que puedan dar respuesta a estas necesidades. Dentro de los materiales más estudiados se encuentran los cerámicos, los vidrios bioactivos, los biovidrios cerámicos, los compuestos bioactivos, los recubrimientos porosos y bioactivos [1]; siendo los vidrios bioactivos los que han mostrado mejor biocompatibilidad gracias a que pueden enlazarse directa y firmemente al hueso adyacente sin la formación de tejido fibroso a su alrededor [2].

A pesar de la gran flexibilidad en la composición y el excelente comportamiento biológico de los biovidrios, su utilización es limitada debido a que estos poseen unas bajas propiedades mecánicas, lo que restringe su uso a aplicaciones en las que no estén expuestos a grandes cargas o son utilizados como recubrimiento de aleaciones metálicas las cuales deben soportar el esfuerzo mecánico [3].

Las aleaciones de Titanio y Cobalto, así como algunos aceros inoxidable, se encuentran dentro de los materiales empleados con mayor frecuencia en cirugía ortopédica. En los países más desarrollados, el acero inoxidable es utilizado únicamente para implantes temporales debido a que presenta liberación de iones metálicos hacia los tejidos circundantes, produciendo especies reactivas de oxígeno (ERO) y daño en ADN, factores que aumentan el riesgo de aparición de tumores locales y fallas mecánicas del implante. Sin embargo, en países en vía de desarrollo el empleo del acero inoxidable para implantes permanentes es habitual, debido a su menor costo respecto a las aleaciones de titanio y de cobalto, a pesar de los inconvenientes que pueda presentar a largo plazo para la salud de los pacientes. Una estrategia utilizada para disminuir la liberación de iones es la modificación superficial de los implantes metálicos por medio de recubrimientos inorgánicos, cerámicos o vítreos. Estos recubrimientos sirven para dos propósitos: mejorar la osteointegración de los implantes y proteger el metal contra la corrosión de los fluidos del cuerpo así como a los tejidos de los productos de corrosión de las aleaciones [4-6].

Los metales recubiertos con materiales bioactivos han sido ampliamente usados como implantes, dentro de los cuales los recubrimientos de biovidrio toman cada vez más importancia, ya que estos exhiben un aumento sustancial en las fuerzas de adhesión interfacial en las primeras etapas de crecimiento, comparados con metales sin recubrimiento. La velocidad de crecimiento del hueso en la capa porosa del recubrimiento es acelerada por el cerámico bioactivo y la fuerza de la interfaz hueso-implante también se mejora [1].

La técnica que se reporta generalmente en la literatura para realizar estos recubrimientos es la proyección térmica por plasma [3, 7-10], la cual utiliza un jet altamente energético para fundir y proyectar las partículas y requiere de equipos muy sofisticados y costosos. Es por esta razón que en este trabajo se utilizó la técnica de proyección térmica por llama, en la que se emplea una energía calórica mucho más baja y por lo tanto, la descomposición y transformación del material de partida puede ser menor y adicionalmente, no requiere más que un gasto reducido en aparatos; además es la apropiada para producción individual y en serie y la instalación puede ser tanto fija como móvil.

La composición química seleccionada para la elaboración de los recubrimientos estudiados permite obtener desde materiales vítreos hasta vitrocerámicos en los que fases como la apatita y wollastonita pueden estar presentes cuando se trata a una temperatura adecuada. Tanto el vidrio amorfo como la vitrocerámica apatita-wollastonita son bioactivos. Es de esperar que el recubrimiento después de depositado mediante proyección térmica tenga una estructura vítrea pero realizándole un tratamiento térmico posterior el recubrimiento podría tornarse en un vidrio cerámico y por lo tanto, sus características funcionales son modificadas [7, 11], Canillo et al [12] trabajaron con recubrimientos de biovidrios pertenecientes al sistema  $34 \text{ SiO}_2\text{-}16.2 \text{ P}_2\text{O}_5\text{-}44.7\text{CaO}\text{-}0.5 \text{ Ca}_2\text{F}\text{-}4.6\text{MgO}$  (% en peso) depositados por proyección térmica por plasma atmosférico sobre sustratos de Ti-6Al-4V, después de realizarle un tratamiento térmico a 1123 K con una velocidad de calentamiento de 10K obtuvo tres fases apatita, wollastonita y diópsido [12].

Además de las fases cristalinas, la rugosidad superficial y la porosidad estructural son otros de los factores a tener en cuenta al momento de producir

materiales biocompatibles, pues el aumento de estas características físicas y estructurales mejora el contacto con los tejidos adyacentes.

El objetivo de este estudio fue el de obtener recubrimientos de biovidrio del sistema  $31\text{SiO}_2-11\text{P}_2\text{O}_5-51\text{CaO}-7\text{MgO}$  por la técnica de proyección térmica por combustión oxiacetilénica sobre acero AISI 316L y estudiar el efecto de la distancia de proyección y de la entalpía de la llama sobre la adherencia, la rugosidad superficial, la porosidad y la microdureza.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1 Preparación de los polvos

El polvo utilizado como materia prima para depositar los recubrimientos fue preparado mezclando  $\text{SiO}_2$  (99,8% en peso),  $\text{CaO}$  (99,95% en peso),  $\text{MgO}$  (99,95% en peso) y  $\text{P}_2\text{O}_5$  (99,99% en peso), con etanol en un vaso de precipitados, la mezcla obtenida fue secada a  $120^\circ\text{C}$  por 14 horas. Todos los óxidos utilizados son marca Alfa Aesar. Posteriormente, la mezcla obtenida fue vertida en un crisol de platino y calentada en un horno eléctrico a  $1600^\circ\text{C}$  durante 3 horas hasta lograr su fusión total. Al material obtenido se le hicieron tratamientos térmicos a 900, 1000, 1100 y  $1200^\circ\text{C}$  durante una hora, a una velocidad de calentamiento de  $4^\circ\text{C}/\text{minuto}$  y posteriormente fue enfriado en el horno. Debido a la cinética del proceso y a la composición química se encontró que la wollastonita se formaba a  $1200^\circ\text{C}$  pero a esta temperatura desaparecía la hidroxiapatita y se encontraba solo whitlockita, wollastonita y cristobalita. A  $1100^\circ\text{C}$  se obtuvo un vitrocerámico constituido por witlockita, hidroxiapatita y dióxido, se decidió trabajar con este material ya que se obtuvo la fase hidroxiapatita y estudios realizados previamente han reportado que la fase cristalina dióxido aumenta la resistencia de las vitrocerámicas basadas en wollastonita [13].

Con el fin de obtener una distribución de tamaño de partícula entre 45 y 75 micrómetros, el vidrio fue molido en un molino centrífugo de bolas y posteriormente tamizado.

La distribución de tamaño de partícula se determinó mediante difracción por láser en un equipo Master Sizer 2000. Las fases contenidas en los polvos fueron determinadas mediante difracción de rayos X utilizando un difractómetro marca Rigaku Miniflex

con una fuente de radiación de cobre ( $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ ), operado a 40kV y 30 mA. Los picos detectados en el ángulo  $2\theta$  comprendido entre  $5^\circ$  y  $70^\circ$  fueron analizados utilizando el software X'Pert HighScore. La morfología de los polvos fue analizada con un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6490LV.

### 2.2 Proyección térmica por llama

Los polvos fueron depositados mediante proyección térmica por llama oxiacetilénica utilizando la cámara Areste 1, provista de una antorcha Terodyn 2000, la cual permite controlar todos los parámetros del proceso de deposición. Como sustrato se utilizaron láminas circulares de acero AISI 316L de 17 mm de diámetro y 6 mm de espesor. Previo al proceso de proyección térmica, los sustratos fueron tratados con un chorro abrasivo de corindón ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), con el fin de aumentar su rugosidad superficial y con ello mejorar la adherencia con el recubrimiento. Posteriormente, estos sustratos fueron limpiados en un baño ultrasónico de etanol durante 5 minutos. La rugosidad obtenida en los sustratos fue de  $4,0\pm 0,4 \mu\text{m}$ .

Para la elaboración de los recubrimientos se variaron 2 de los parámetros del proceso de proyección térmica, ellos fueron la distancia de proyección y la relación en volumen del acetileno y del oxígeno, utilizados como gases de combustión. La presión de oxígeno y la del acetileno ( $\text{C}_2\text{H}_2$ ) utilizadas para producir la llama fueron respectivamente 50 y 12 psi. La presión del aire utilizado para acelerar las partículas fundidas hacia el sustrato fue de 30 Psi. En la Tabla 1 se presentan los principales parámetros de la proyección térmica utilizada para la elaboración de los recubrimientos y el código asignado a cada una de las muestras.

### 2.3 Caracterización de los recubrimientos

La estructura de los recubrimientos depositados fue analizada utilizando un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6490LV. La adhesión se midió mediante la técnica pull off siguiendo la norma ASTM D4541 – 09. Como pegante se utilizó Loctite SuperBonder que tiene una resistencia a la fractura por tracción entre 17,2 y 27,6 MPa (2500 y 4000 psi). Para medir la dureza se usó un microdurómetro marca Shimadzu Seisakusho con punta piramidal de diamante, aplicando una carga de 1 N durante 15 segundos sobre la sección transversal del recubrimiento. La porosidad del

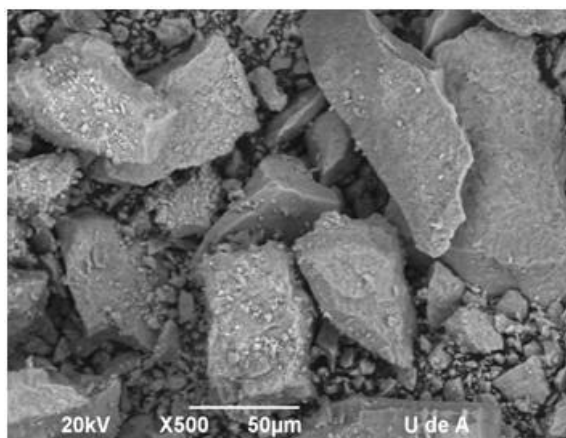
recubrimiento se determinó utilizando el software de análisis de imagen Scion y la rugosidad superficial se midió con un rugosímetro Mitutoyo SJ 201M.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

#### 3.1 Caracterización de los polvos

El polvo de biovidrio corresponde al sistema  $31\text{SiO}_2\text{-}11\text{P}_2\text{O}_5\text{-}51\text{CaO}\text{-}7\text{MgO}$  (Porcentaje en moles). Las partículas que constituyen el polvo utilizado como materia prima para la elaboración de los recubrimientos tienen formas angulares causadas por la fractura de estos materiales durante su molienda. (Ver Figura 1).

En la Figura 2b se puede observar el difractograma del vitrocerámico obtenido después del tratamiento térmico a  $1100^\circ\text{C}$ , el cual está constituido por witlockite, hidroxiapatita y dióxido.



**Figura 1.** Morfología de las partículas de biovidrio utilizado como materia prima para elaborar los recubrimientos.

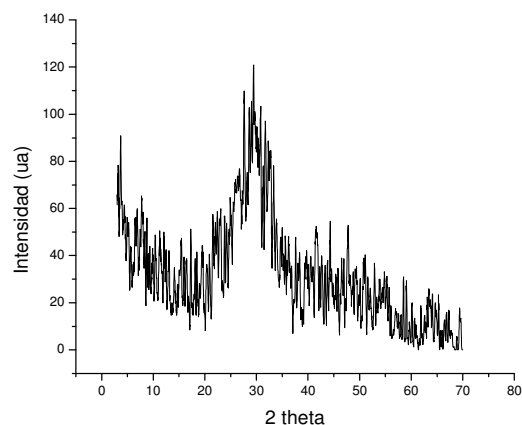
#### 3.2 Caracterización del recubrimiento

##### 3.2.1 Estructura

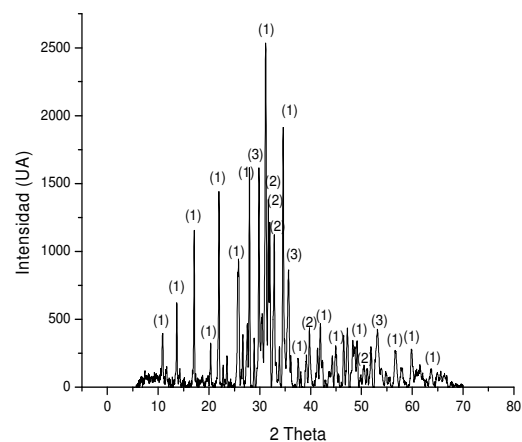
La estructura de los recubrimientos obtenidos está constituida por lamelas (láminas producidas por el impacto de partículas fundidas con el sustrato o con una capa de recubrimiento ya formada), por partículas parcialmente fundidas y por poros. En la Figura 3 y en la Tabla 2 se presenta respectivamente la estructura característica de estos recubrimientos y su porcentaje de porosidad.

La mayor porosidad de las muestras M3 y M4 (elaboradas con la relación  $\text{C}_2\text{H}_2:\text{O}_2$  de 1:1,5) está asociada a la mayor temperatura de la llama producida con esta relación de gases, lo cual hace que las partículas al impactar con el sustrato o con

una capa previamente depositada experimenten una especie de salpicadura conocida como *splash*, que hace que las lamelas producidas sean más irregulares y que en consecuencia se generen más espacios vacíos o poros durante el apilamiento de ellas. Esto adicionalmente produce una mayor rugosidad superficial del recubrimiento. Por el contrario, en las muestras M1 y M2 la estructura es más homogénea debido a la menor temperatura de la llama producida con una relación  $\text{C}_2\text{H}_2:\text{O}_2$  de 1:2. La Figura 4a ilustra el comportamiento de la temperatura de la llama oxiacetilénica en función de la relación en volumen de  $\text{C}_2\text{H}_2:\text{O}_2$ .



a)

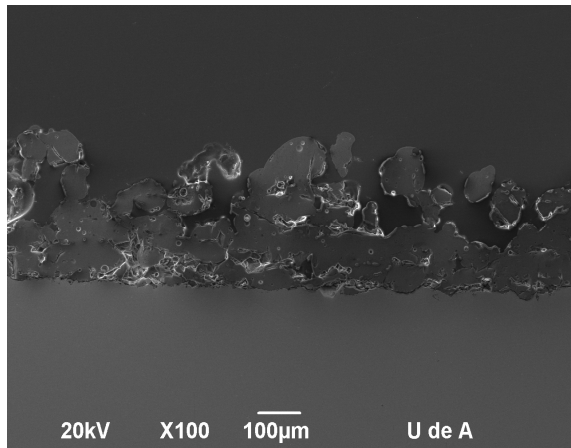


b)

**Figura 2.** Espectros de difracción del biovidrio: a) Antes del tratamiento térmico b) Después del tratamiento térmico a  $1100^\circ\text{C}$ . (1) Witlockita, (2) Hidroxiapatita, (3) Dióxido.

**Tabla 1.** Parámetros utilizados para la elaboración de los recubrimientos de vidrio bioactivo mediante proyección térmica por combustión oxiacetilénica. \*Flujo en condiciones estándar (presión de 50 psi para el oxígeno y de 12 psi para el acetileno).

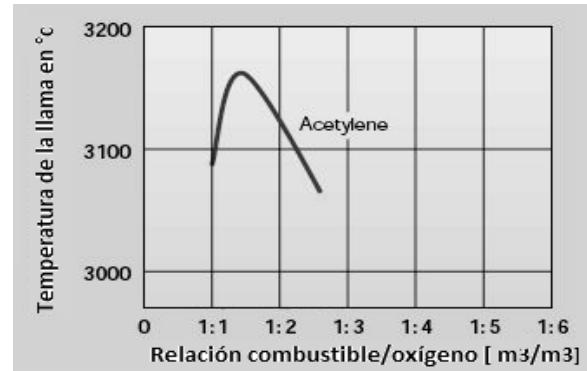
Código de las muestras	Flujo de Gases (pie <sup>3</sup> /h)*		Distancia de Proyección [cm]	Relación en volumen de C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> : O <sub>2</sub>
	Acetileno	Oxígeno		
M1	34	69	8	1:2,0
M2			10	
M3	42	63	8	1:1,5
M4			10	



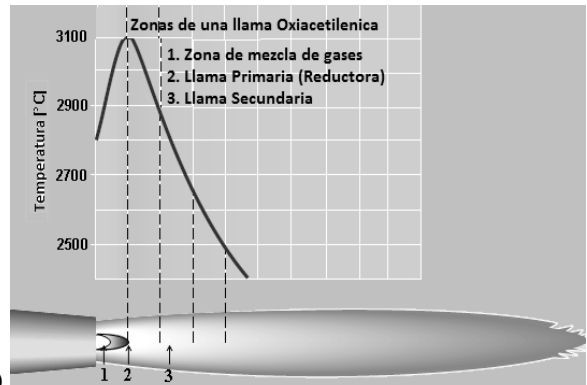
**Figura 3.** Estructura del recubrimiento depositado utilizando una relación en volumen de C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>:O<sub>2</sub> de 1:1,5 y una distancia de proyección de 8 cm.

Entre los recubrimientos elaborados con la llama oxiacetilénica más caliente (muestras M3 y M4), la mayor distancia de proyección produce una menor porosidad debido a que durante el vuelo de las partículas en la llama, inicialmente éstas se calientan al pasar por su zona primaria y a medida que se alejan de ella se van enfriando (Ver Figura 4 b), lo que permite que a medida que aumenta la distancia de proyección, las partículas lleguen más frías al sustrato y por lo tanto, las salpicaduras producidas sean menores.

Cuando la temperatura de la llama utilizada para elaborar los recubrimientos es baja (relación C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>:O<sub>2</sub> de 1:2), el aumento de la distancia de proyección puede hacer que las partículas lleguen muy frías al sustrato y en consecuencia, quedarán partículas parcialmente fundidas en la estructura, las cuales tienen una forma irregular que interrumpe el apilamiento homogéneo de las lamelas y por consiguiente se producen más espacios vacíos. Esta es la razón por la cual la porosidad en la muestra M2 es mayor que la de M1.



a)



b)

**Figura 4.** a) Temperatura de la llama obtenida con diferentes relaciones de Acetileno:Oxígeno b) Distribución de la temperatura en cada zona de la llama [14].

Los defectos estructurales no están relacionados solo con la técnica de depósito sino también con los polvos de partida [15], ya que en los recubrimientos elaborados a partir de polvos de geometría muy irregular o de bajo punto de fusión, como es el caso del biovidrio depositado, la aplicación de alto contenido de calor a las partículas puede ser contraproducente. Sin embargo, un efecto contrario se produce cuando el material proyectado es de alto punto de fusión.

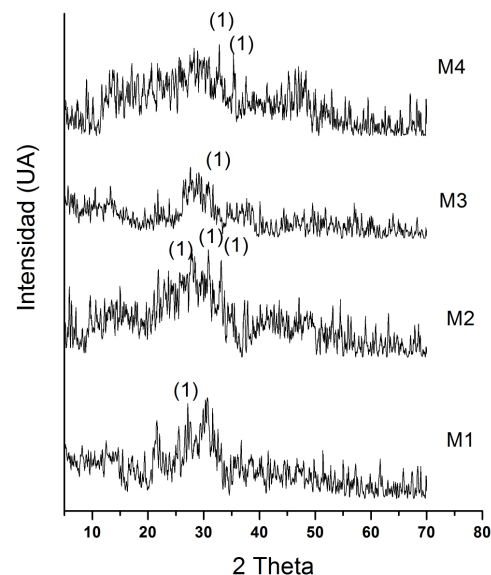
### 3.2.2 Análisis de fases

Los resultados de la difracción de rayos X indican que a las condiciones a las que fueron depositados cada uno de los recubrimientos, se produce una pérdida de la cristalinidad que se había obtenido en los polvos de partida después del tratamiento térmico a 1100 °C. Los espectros de difracción de los recubrimientos presentados en la Figura 5 muestran que en el ángulo  $2\theta$  comprendido entre 20 y 35 grados se presenta un pico ensanchado el cual es característico de materiales amorfos. En este mismo rango se produce la mayor cantidad de picos de difracción en el polvo del biovidrio. (Ver Figura 2 b).

En la Figura 5 se puede observar que la distancia de proyección y la relación de gases juegan un papel muy importante en el grado de cristalinidad de los recubrimientos. En los recubrimientos M1 y M2 elaborados con una relación de  $C_2H_2:O_2$  de 1:2, se produce una llama un poco más fría que la obtenida con la relación de 1:1,5 utilizada para depositar los recubrimientos M3 y M4. Las partículas depositadas con esta última relación de gases llegan al sustrato a mayor temperatura y por lo tanto la velocidad de solidificación y enfriamiento de los recubrimientos M3 y M4 es superior que la producida en las muestras M1 y M2. Estas últimas muestras son un poco más cristalinas, lo que se ve reflejado en el número de picos y de la intensidad de la fase whitlockita (que fue la única detectada). Esta fase se obtiene a una temperatura superior a la que se obtiene la fase apatita, las altas temperaturas generadas en la llama, la fusión parcial de las partículas y el enfriamiento rápido impiden la formación de cristales de apatita.

En cuanto a los recubrimientos depositados con la misma entalpía de la llama, pero con diferente distancia de proyección es evidente que en el recubrimiento M1 depositados con una llama de baja temperatura y a una baja distancia de proyección (8 cm) la cristalinidad del recubrimiento obtenido es mayor que la del M2 depositado a mayor distancia (10 cm), lo cual se debe a que en el sustrato sobre el cual se depositó la muestra M1 se produce una mayor temperatura por estar más cerca de la llama y por lo tanto, la velocidad de solidificación y el enfriamiento experimentado por las partículas al impactar con el sustrato es inferior que el generado en la muestra M2, favoreciendo la nucleación y crecimiento de algunos cristales. El

mismo efecto se presentó entre los recubrimientos M3 y M4.



**Figura 5.** Espectros de difracción de los recubrimientos depositados. (1) Whitlockita.

Los materiales amorfos se obtienen comúnmente por la solidificación y el enfriamiento rápido de las partículas fundidas, debido a que en estas condiciones se reduce la movilidad de los átomos antes de que ellos se puedan empaquetar en un estado cristalino más favorable termodinámicamente. La velocidad de enfriamiento de la primera capa depositada es controlada por la rápida disipación de calor del sustrato metálico, mientras que en las capas depositadas posteriormente la velocidad de enfriamiento llega a ser mucho más baja ya que la conductividad térmica del biovidrio es menor que la del acero. Esto resulta en una mayor cristalización cuando la partícula fundida impacta sobre el recubrimiento depositado previamente [16].

### 3.2.3 Propiedades físicas y mecánicas del recubrimiento

Una de las propiedades más importantes que han de cumplir los recubrimientos es la de adherirse al sustrato la cual depende tanto de las características del recubrimiento como de la porosidad, grado de deformación de la partícula y presencia de fisuras así como de esfuerzos residuales en la interfaz sustrato/recubrimiento [17].

Tras el ensayo de adherencia se encontró que la

rotura del recubrimiento es adhesiva (en la interfaz entre el sustrato y el recubrimiento) y que la adhesión es gobernada principalmente por los fenómenos físicos que ocurren en las partículas sobrefundidas cuando éstas alcanzan la superficie del sustrato durante el proceso de proyección[18]. Los recubrimientos M1 y M2 depositados con una llama de baja temperatura (3120°C) obtenida a partir de una relación de  $C_2H_2:O_2$  de 1:2 (Figura 4.a), tienen una mayor adherencia al sustrato que los recubrimientos M3 y M4 depositados con una llama de mayor temperatura (3170°C) obtenida con una relación  $C_2H_2:O_2$  de 1:1,5. (ver Tabla 2). Las salpicaduras o *splash* producidas por el impacto de partículas muy calientes con el sustrato serían las responsables de la disminución en la adherencia, ya que producto de estas salpicaduras, el contacto y el anclaje de las lamelas al sustrato es menor.

En lo que respecta a los resultados de microdureza reportados en la Tabla 2 se pudo establecer que las durezas más altas se obtuvieron en las muestras M1

y M2 proyectadas con una relación de gases de  $C_2H_2:O_2$  de 1:2, lo cual está asociado a la estructura menos porosa y a la mayor cristalinidad de estos recubrimientos.

Goller [10] fabricó recubrimientos de biovidrio 45S (45%  $SiO_2$ , 6%  $P_2O_5$ , 24,5%  $CaO$ , 24,5%  $Na_2O$  porcentaje en peso) por proyección térmica por plasma, determinó la adherencia bajo la norma ASTM C 633 y encontró un valor promedio de  $8.56 \pm 0.57$  MPa, Bolelli et al [11] depositaron biovidrio ( $SiO_2$  34%,  $CaO$  44,7%,  $MgO$  4,6%,  $P_2O_5$  16,05%,  $CaF_2$  0,5% porcentaje en peso) por la técnica de proyección térmica por llama de suspensiones a alta velocidad y encontraron una dureza Vicker a 25 gr de  $2.42 \pm 0.29$  Gpa. López Sarte et al [19] utilizaron la técnica de proyección térmica por plasma para fabricar recubrimientos de biovidrio ( $Na_2O$ : 7–24%,  $K_2O$ : 2–8%,  $CaO$ : 9–20%,  $MgO$ : 0.1–2%,  $Al_2O_3$ : 0.1–2%,  $SiO_2$ : 46–63%,  $P_2O_5$ : 4–8%) usaron para medir la porosidad un porosímetro de mercurio encontrando un valor de 22.4%.

**Tabla 2.** Propiedades físicas y mecánicas de los recubrimientos de biovidrio depositados.

Código del recubrimiento	Relación en volumen de $C_2H_2:O_2$	Espesor Promedio $\mu m$	% Porosidad	Rugosidad $\mu m$	Adherencia MPa	Dureza HV
M1	1:2	327	26	$21,51 \pm 2,39$	No disponible	$143,60 \pm 3,09$
M2		529	35	$21,80 \pm 2,04$	$5,51 \pm 0,43$	$135,69 \pm 2,75$
M3	1:1,5	304	44	$23,00 \pm 3,12$	No disponible	$123,86 \pm 1,78$
M4		469	39	$22,84 \pm 3,17$	$4,59 \pm 0,28$	$113,43 \pm 2,86$

#### 4. CONCLUSIONES

Se elaboraron recubrimientos de biovidrio del sistema:  $SiO_2-P_2O_5-(58-X)CaO-XMgO$  mediante proyección térmica por combustión oxiacetilénica, variando la entalpía de la llama a partir de dos relaciones en volumen de  $C_2H_2:O_2$  (1:1,5 y 1:2) y con dos distancias de proyección (8 y 10 cm). Los recubrimientos depositados con la relación de gases de 1:2 poseen mejores propiedades físicas (porosidad y rugosidad) y mecánicas (dureza y adherencia) que aquellos elaborados con una relación de 1:1,5; ya que en estos últimos la llama por ser más caliente transfiere mayor energía a las partículas sobre- fundiéndolas, lo que favorece la formación de salpicaduras (*splash*) cuando estas

partículas impactan con el sustrato, lo cual se ve reflejado en una mayor porosidad estructural, en un aumento de la rugosidad superficial y en una reducción de la adherencia con el sustrato. Así mismo, la alta temperatura alcanzada por las partículas proyectadas con la relación de  $C_2H_2:O_2$  de 1:1,5 genera alta velocidad de solidificación y de enfriamiento lo que inhibe la formación de fases cristalinas. Todo lo anterior reduce la microdureza de las capas proyectadas con la llama de mayor temperatura.

En los recubrimientos elaborados con la relación en volumen de  $C_2H_2:O_2$  de 1:2, la reducción de la distancia de proyección favorece las propiedades mecánicas tales como la dureza y la adherencia y

físicas como la porosidad y la rugosidad de los recubrimientos, puesto que la mayor velocidad y temperatura con la que arriban las partículas al sustrato reduce la porosidad. Así mismo la mayor temperatura del sustrato por su cercanía con la llama reduce el choque térmico de las partículas favoreciendo la formación de fases cristalinas, lo que se ve reflejado en un aumento de su microdureza. Por el contrario, en los recubrimientos elaborados con una relación de  $C_2H_2:O_2$  de 1:1,5 la reducción de la distancia de proyección hace que las partículas arriben al sustrato aún más calientes, agudizando las salpicaduras y por lo tanto, haciendo que los recubrimientos sean más porosos y con una superficie más rugosa.

## 5. AGRADECIMENTOS

Los autores agradecen a la Fundación para la promoción de la investigación y la Tecnología BANCO DE LA REPÚBLICA por la financiación del proyecto "Obtención y caracterización de polvos de biovidrios pertenecientes al sistema  $SiO_2-P_2O_5-(58-X)CaO-XMgO$  para ser aplicados mediante proyección térmica" (Proyecto 2.563) y a la Universidad de Antioquia por la financiación del proyecto CODI Mediana cuantía "Obtención y caracterización de los polvos y de los recubrimientos en el sistema:  $SiO_2-P_2O_5-(58-X)CaO-XMgO$  sobre aleaciones de Ti-6Al-4V y acero AISI 316L elaborados mediante proyección térmica por llama". Código MDC09-1-02.

## 6. REFERENCIAS

- [1]. Zeng Y.P, Jiang D.I, Werner J.P, Greil P. Mater Lett. 2002; 57: 463-468.
- [2]. Lee T.M., Chang E., Wang B.C., Yang C.Y. Surf Coat Tech. 1996; 79: 170-177.
- [3]. Helsen J.A, Proost J, Schrooten J, Timmermans G, Brauns E, Vanderstraeten J. J Eur Ceram Soc. 1997; (17): 147-152.
- [4]. Lopez-Esteban S, Saiz E, Fujino S, Oku T, Suganuma K, Tomsia A.P. J Eur Ceram Soc. 2003; 23: 2921-2930.
- [5]. Pareja A, Mejía P, Fernández M. Iatreia. 2007; 20 (1):12-20.
- [6]. López A.D. D.A, Ceré S. Caracterización Superficial de acero inoxidable AISI 316L en contacto con solución fisiológica simulada., 2004.
- [7]. Cannillo V, Colmenares-ángulo J, Lusvarghi L, Pierli F, Sampath S. J J Eur Ceram Soc. 2009; 29:1665-1677.
- [8]. Verné E, Ferraris M, Ventrella A, Paracchini L, Krajewski A, Ravaglioli A. J Eur Ceram Soc. 1998; 18: 363-372.
- [9]. Lopez-Sastre A, Gonzalo-Orden J.M, Altónaga J.A.R, Altónaga J.R. Orden, Int Orthop.1998; 22: 380-383.
- [10]. Gultekin G. Ceram Int. 2004; (30):351-355.
- [11]. Bolelli G, Cannillo V, Gadow R, Killinger A, Lusvarghi L, Rauch J. J Eur Ceram Soc. 2009; 29:2249-2257.
- [12]. Cannillo V, Pierli F, Sampath S, Siligardi C. J Eur Ceram Soc. 2009; 29: 611-619.
- [13]. Salman S.M, Salama S.N, Darwish H, Mahdy E.A. Ceram Int.2010; 36: 55-61.
- [14]. Vargas F. Elaboration des couches ceramiques epaisses a structures micrometriques et nanometriques par projections thermiques pour des applications tribologiques. Thèse PhD. Limoges (France), Université de Limoges et Université d'Antioquia. 2010.
- [15]. Cannillo V, Colmenares-ángulo J, Lusvarghi L, Pierli F, Sampath S. J Eur Ceram Soc.2009; 29: 1665-1677.
- [16]. Fernández J, Gaona M, Guilemany J. J Therm Spray Tech. 2007; 16: 220-228.
- [17]. Latorre M.G. Recubrimientos biocompatibles obtenidos por proyección térmica y estudio in vitro de la función osteoblástica. Tesis PhD. Barcelona (España): Universitat de Barcelona. 2007.
- [18]. Gaona M, Fernández J. Key Eng Mat. 2003; 254-256: 383-386
- [19]. G.-O.J. Lopez-Sastre S, Altónaga JA, Altónaga JR, Orden MA., Int Orthop 22 (1988) 4.