

Síntesis y caracterización de vidrio bioactivo 45S5 libre de alcóxidos obtenido por química suave

Manuel Chairez-Ortega ^a, Miriam Flores-de Santiago ^a, Daniela Adame-Mota ^a, María de la Luz Mota-González ^b, Amanda Carrillo-Castillo ^{a,*}

^a Instituto de Ingeniería y Tecnología, Universidad Autónoma de Ciudad Juárez, Cd. Juárez, México

^b Cátedras CONACYT-Instituto de Ingeniería y Tecnología UACJ, Cd. Juárez, México

*Corresponding author: amanda.carrillo@uacj.mx

Abstract—Biomaterials for application in bone regeneration are ceramic, metallic, and alloys. Ceramic biomaterials are the most biocompatible with the body; however, they do not have adequate mechanical properties. In addition, synthesis methods require complex technology and large amounts of energy and time, so alternative methods are being investigated. In this research, a bioglass 45S5 of the system (SiO₂-CaO-Na₂O-P₂O₅) was developed by the sol-gel process from the substitution of alkoxides by a salt. In addition, heat treatment with a conventional microwave oven was assisted. The developed bioglass in this research presented the estimated elemental ratios and amorphous structure. The evaluation of the bioactivity of the bioglasses was confirmed in vitro by immersion in simulated physiological fluid for periods of 7, 14 and 21 days and the presence of phosphate groups on the surface of the material was corroborated.

Keywords— Bioglass, Bioglass 45S5, alkoxy.

Resumen— Los biomateriales empleados en la regeneración ósea son cerámicos, metálicos y aleaciones. Siendo los biomateriales cerámicos los reportados con mayor biocompatibilidad con el cuerpo, donde los métodos de síntesis de estos materiales comúnmente reportados requieren tecnología compleja, alto consumo de energía en procedimientos y tiempos prolongados de síntesis, por lo que se investigan métodos alternos. En esta investigación se desarrolló un vidrio bioactivo del tipo 45S5 (SiO₂-CaO-Na₂O-P₂O₅) por el proceso sol-gel a partir de la sustitución de alcóxido precursor de SiO tetraetil ortosilicado denominado TEOS por una sal. Además, se asistió con un tratamiento térmico con un horno de microondas de uso convencional. El vidrio bioactivo desarrollado en esta investigación presentó las proporciones elementales estimadas y estructura amorfa. La evaluación de la bioactividad del biomaterial se confirmó in vitro por medio de la inmersión en fluido fisiológico simulado en periodos de 7, 14 y 21 días y se corroboró la presencia de grupos fosfatos en la superficie del material.

Palabras Claves— Biovidrio, Bioglass 45S5, alcóxido.

I. INTRODUCCIÓN

LAS lesiones en los tejidos óseos causadas por diferentes factores han sido tratadas con injertos o implantes de biomateriales de diversa naturaleza [1]. Los vidrios bioactivos son cerámicos que se caracterizan por su funcionalidad que les permite generar una unión con el hueso debido a la formación de una capa de hidroxiapatita en su superficie, similar a la fase mineral del tejido óseo, que permite la interfaz y la osteoconductividad en el mismo. El vidrio bioactivo del tipo 45S5 es uno de los materiales que

permite una formación más rápida y efectiva de esta capa. Sus propiedades permiten incluso la unión con tejido suave como cartílago o músculo. Los bioglass o vidrios bioactivos son los materiales que se han sintetizado por métodos de fusión como el melt quenching y el proceso sol-gel, siendo el primero un método costoso que requiere durante el proceso un alto consumo de energía y temperatura, además de tecnología compleja [1]. De esta manera se ha reportado

la síntesis de este material mediante el proceso sol gel ofreciendo múltiples ventajas durante el procedimiento como es: la alta homogeneidad en las dispersiones, baja temperatura y energía de procesamiento [2]. Además de mejorar las características, ofrece la obtención de materiales con una superficie nanoporosa que por ende es más reactiva, una mayor velocidad de biodegradación comparada con los métodos de fusión y ofrece una rápida conversión a hidroxiapatita, características anteriormente mencionadas, han sido reportadas por ejemplo en la obtención de óxidos [1]. El proceso sol-gel se clasifica en 5 etapas: hidrólisis y policondensación de hidróxidos metálicos, alcóxidos y sales inorgánicas, gelación, deshidratación en la conformación del material amorfo, la gran ventaja de este método es que se puede controlar el pH, concentración de los precursores y temperatura [3].

El empleo de alcóxidos en la síntesis de este tipo de materiales mediante este procedimiento es la fuente de precursores más comúnmente utilizada.

La utilización de silicato de sodio para la síntesis de materiales cerámicos en base a silicio se ha encontrado que ofrece características mecánicas ventajosas para la aplicación de estos en el área médica, como lo reportado por El-Didamony *et al.*, donde ellos sintetizaron por el proceso sol-gel polvos de nanosilica (NS) con un tamaño de partícula de un rango de (8.64-18.31 nm), estructura amorfa y área de superficie de 160.29 m²/g, además mejora el coeficiente de expansión térmica (TEC), cristalinidad, absorción de agua (WA), el encogimiento lineal (LSH), la resistencia a la ruptura y la densidad aparente (BD) [4]. También el efecto térmico tiene gran relevancia sobre la estructura de los materiales cerámicos, como lo estudiado por Vargas *et al.*, investigaron el efecto de las microondas en un material cerámico húmedo, reportaron espumas cerámicas con una porosidad de 71 a 79% y un tamaño de poro de 10 a 200 μm y también una distribución de poros más uniforme [5]. Dentro del mismo marco, Veres y colaboradores en 2011, sintetizaron por la ruta sol-gel un sistema de fosfosilicatos dopados con Zinc obteniendo un polvo con estructura amorfa aplicando temperaturas de entre 300 °C y 750 °C a partir del reactivo tetraetil ortosilicato (TEOS), manteniendo la matriz vítrea con presencia de nanocristalitos, así también reportaron una superficie rugosa con una gran área de superficie que pueden utilizarse para la fijación de biomoléculas [6].

Procedimientos de química suave son aquellos que se llevan a cabo a bajas temperaturas para la síntesis de diversos materiales. Esta tecnología fue introducida en 1977 por el científico francés J. Livage con el propósito de sintetizar silicato, el cual comúnmente había sido preparado en escala industrial a temperaturas elevadas (más de 1000 °C). Esto a nivel industrial definitivamente eleva los costos de producción, uno de los principales retos de la tecnología de química suave es reducir estos. Así con el paso del tiempo la comunidad científica ha impulsado la síntesis de nuevos

materiales y la optimización de procedimientos de obtención de otros implementando tecnologías que se efectúen a baja temperatura y además en solución. De este modo ya empresas llevan a cabo sus procesos de producción basados en este tipo de tecnología, especialmente en el área de la nanotecnología y de los materiales compuestos e híbridos. Algunas técnicas o procesos de síntesis de materiales dentro de química suave encontramos: proceso sol-gel, drop casting, dip coating, in jet printing, dip casting, spray pyrolysis, depósito por baño químico y método de precipitación de polvos o nanopartículas.

En esta investigación se propone el empleo de una sal como fuente de óxido de silicio (SiO) y de óxido de sodio (Na₂O) en la síntesis de vidrio bioactivo del tipo 45S5 y empleo de tratamiento térmico por microondas, reduciendo así en gran medida los costos de síntesis de este tipo de materiales y con manejo de bajas energía en el procesamiento, cumpliendo parámetros de la tecnología de química suave, obteniendo materiales con características afines para en un futuro ser aplicados como materiales en regeneración de tejido óseo.

II. METODOLOGÍA

A. Reactivos

Ácido nítrico a 0.106 M (HNO₃ J.T. Baker, Phillipsburg, NJ, USA), Silicato de sodio (Na₂SiO₃, SIGMA-ALDRICH, Toluca, Edo. México, México), Trietilfosfato (TEP, 99.8%, ALDRICH), Cloruro de Calcio anhidrido (CaCl₂, 99.3%, J.T Baker Phillipsburg, NJ, USA), Ácido Clorhídrico (HCl, J.T. Baker, Phillipsburg, NJ, USA) y Agua desionizada.

B. Preparación de precursores

Los precursores fueron preparados mediante hidrólisis previa en agua desionizada. La sustitución del tetraetilortosilicato (TEOS) e hidróxido de sodio (NaOH) como fuente de Si y Na respectivamente, fue con la sal del Na₂SiO₃ y obteniendo dos componentes del vidrio bioactivo 45S5 [7]. Esto fue respetando la proporción molar de óxidos de silicio y de sodio en la estructura del vidrio bioactivo 45S5 (bioglass 45S5), en función a su volumen (V) y el peso de los reactivos, siendo representado en la ecuación 1.

$$V = \frac{9.67g + 0.975g}{1.399g/ml} = 7.6143ml \quad (1)$$

C. Síntesis del vidrio bioactivo 45S5

El vidrio bioactivo 45S5 se sintetizó de acuerdo con las proporciones porcentuales de los componentes del bioglass 45S5 (45% p/p de óxido de silicio (SiO₂)- 24.5% p/p de óxido de calcio (CaO)-24.5% p/p de óxido de sodio (Na₂O) y 6% p/p de P₂O₅).

En la primera etapa se dispuso en un vaso de precipitado de 150 ml, 7.6143 ml de Na_2SiO_3 en 30 ml de solución de HNO_3 0.106 M (0.00318 moles) en agitación magnética a 800 rpm durante 45 minutos a 22°C . Transcurrido el intervalo se agregó 0.441 ml de Trietilfosfato (TEP) continuando con la agitación a 800 rpm durante 40 minutos a 22°C . La representación del mecanismo de síntesis puede ser visualizada en la Figura 1.

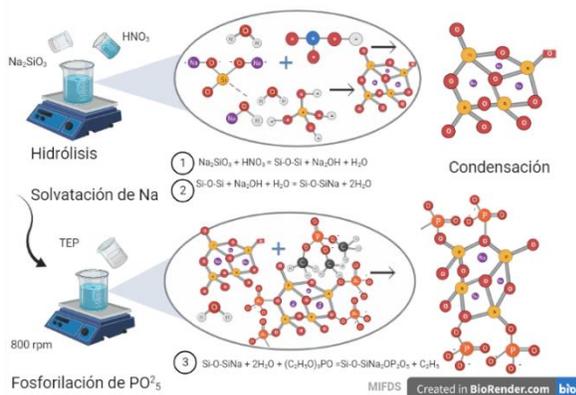


Fig. 1. Mecanismo de síntesis de vidrio bioactivo 45S5 libre de alcóxidos: hidrólisis, condensación y fosforilación.

En el siguiente intervalo se agregaron 15 ml de CaCl_2 1.79 M (0.069 moles). Manteniendo los parámetros de agitación y temperatura durante 24h más, Figura 2.

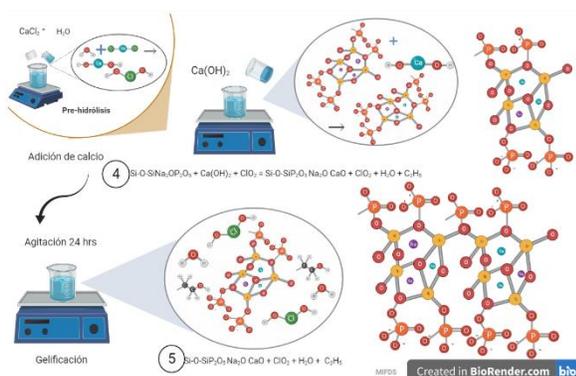


Fig. 2. Mecanismo de síntesis de vidrio bioactivo 45S5 libre de alcóxidos: adición de calcio y gelificación.

Alcanzando el estado coloidal se origina la formación del gel por medio de un baño de calentamiento con la solución en un vial sellado a una temperatura de 70°C durante 3 días. La representación de las etapas anteriormente descritas puede ser vista en la Figura 2. Una vez que finalizó el baño de calentamiento se reservó el material a 22°C durante 10 días. Transcurrido este tiempo el producto fue removido del reactor y se procedió a aplicar el tratamiento térmico por la vía del horno de microondas convencional casero a potencia normal, siguiendo este procedimiento: se tapa el vaso que contiene el material con papel secante, introduciéndolo al

horno llevando a cabo las siguientes rampas de calentamiento: Rampa 1: 5 s de calentamiento-5 s de reposo- tiempo total de la rampa 2 min, Rampa 2: 10 s de calentamiento- 10 s de reposo- tiempo total de la rampa 2 min, Rampa 3: 51 s de calentamiento-10 s de reposo- tiempo total de la rampa 2 min, Rampa 4: 20 s de calentamiento-10 s de reposo- tiempo total de la rampa 1 min, Rampa 5: 30 s de calentamiento-10 s de reposo- tiempo total de la rampa 1 min, Figura 3.

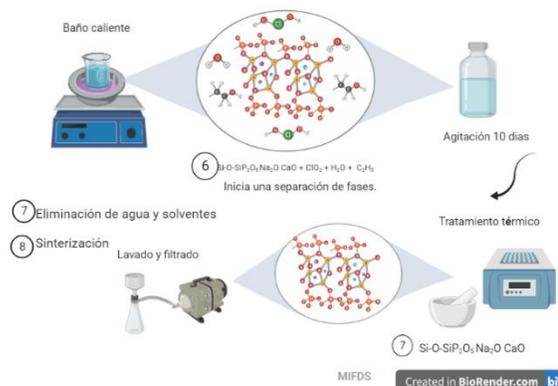


Fig. 3. Mecanismo de síntesis de vidrio bioactivo 45S5 libre de alcóxidos: Gelificación (Baño de calentamiento), tratamiento térmico y sinterización.

La siguiente etapa fue el lavado, en donde el vidrio bioactivo 45S5 fue suspendido en 50 ml de HCl a 1 M (0.05 moles) a 800 rpm por 5 min. Posteriormente fue filtrado y lavado por segunda ocasión con agua desionizada a 60°C , para ser secado en parrilla a 60°C y finalizar con una segunda homogenización en mortero. La representación de las etapas anteriormente descritas puede ser vista en la Figura 3.

D. Caracterización

La técnica de espectroscopia de infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR) nos arroja un espectro de las vibraciones características de los enlaces químicos y nos permite confirmar la presencia de los enlaces esperados en el material, así como el resultado de la interacción entre el material y el fluido fisiológico simulado (FFS). Esta prueba se realizó antes y después de la inmersión del material en el fluido. Se dispuso aproximadamente 0.1 g del material y se configuro el software a 64 barridos con una longitud de onda de 400 cm^{-1} a 4500 cm^{-1} en el FTIR-Espectrofotómetro Thermo Scientific IS10. La caracterización térmica fue realizada mediante las técnicas Análisis Térmogravimétrico (TGA) y Análisis Térmico Diferencial (DSC) de manera simultánea en el equipo SDT Q60, esto a un programa controlado de temperatura de $23\text{-}1000^\circ\text{C}$, con cambios de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ en una atmosfera de nitrógeno.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A. Caracterización química mediante FTIR

En la Figura 4 se muestra el espectro de FTIR del vidrio bioactivo 45S5 desarrollado en esta investigación. Se encontraron las vibraciones identificadas por letras mayúsculas en el espectro, las cuales se describen a continuación: la señal en A que es la longitud de onda 3571 cm^{-1} se atribuye a la absorción del OH al igual que la banda 3432 cm^{-1} (B), la vibración en 1642 cm^{-1} (F) correspondiente a agua débilmente absorbida [2] [3].

Las bandas correspondientes a 1450 y 1430 cm^{-1} bandas G y H) se pueden atribuir a los CO_2^{-3} , la absorción de la coordinación simétrica de los grupos carbonatos en la superficie [i]. Las señales dentro de 1100 a 1000 cm^{-1} se atribuyen a la vibración simétrica de Si-O-Si y a la vibración asimétrica de los grupos fosfatos P-O [10], [5], [11]. La señal a 1000 cm^{-1} corresponde a los picos de vibración de flexión de los grupos fosfatos P-O [10], [11]. En la banda 930 cm^{-1} (K) se atribuye a los Si-OH [9-13]. La señal en 876 cm^{-1} (L) corresponde a la formación de carbonatos de calcio [11]. La banda en M correspondiente a la superposición de modos vibracionales en P-O en materiales amorfos en el rango de los 800 a 600 cm^{-1} y las vibraciones entre 797 y 475 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de flexión Si-O-Si [11]. Las señales en 641 y 617 cm^{-1} se puede asignar a la vibración simétrica de los grupos P-O (N) [13]. Las bandas O, P y Q son resultante de la deflexión de Si-O-Si [11].

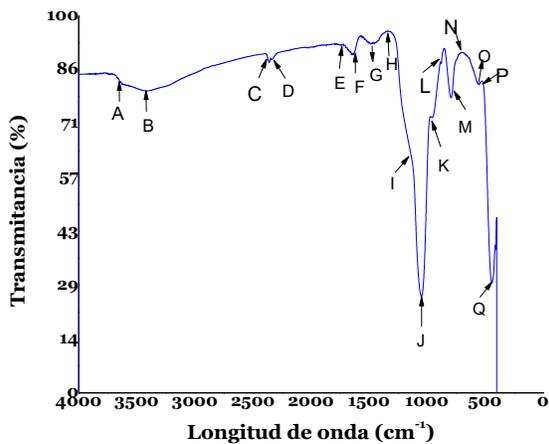


Fig. 4. Espectro de FTIR de vidrio bioactivo 45S5 sintetizado.

B. Caracterización térmica mediante TGA/DSC

En la Figura 5 se observa el termograma de TGA y la derivada del vidrio bioactivo 45S5, en el cual se observan 4 deflexiones identificadas en el gráfico por letras mayúsculas y se describen a continuación: la deflexión en A de 0°C a

120°C refleja una pérdida en peso del 9.5% la cual corresponde a la pérdida de agua libre, esto también es apreciable en el pico endotérmico de 50°C a 105°C en el DSC en la Figura 6 [7]-[8]. La deflexión de 125 a 415°C (B) con una pérdida en peso del 5%, es correspondiente a la eliminación del agua absorbida y los silanos en el gel seco [12] así como a la ruptura de grupos OH con algún compuesto [11]. La deflexión en C de 220 a 450°C es también apreciable en el termograma de DSC hasta los 625°C es correspondiente a la remoción de agua debido a la reacción de la condensación de la red del gel [14].

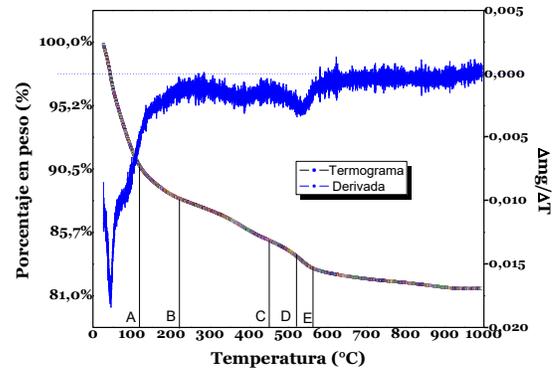


Fig. 5. Termograma de análisis termogravimétrico con derivada del vidrio bioactivo 45S5 sintetizado.

En el termograma de DSC mostrado en la Figura 6, se observa un pico endotérmico a 50°C y 105°C (señal A y B) corresponde a la eliminación de del agua absorbida y los silanos en el gel en seco. En C se aprecia un pico endotérmico producto de pérdida de agua absorbida. Un pico exotérmico se aprecia en D de los 200°C a 625°C correspondiente a la reacción de condensación de la red de gel. En E se aprecia un pico endotérmico por la descomposición de sales de nitrato. En F se aprecia un pico endotérmico en a 750°C corresponde a la eliminación de los nitritos de sodio y otras composiciones de las que nitrógeno forma parte. Un pico endotérmico se aprecia en G 800°C a 950°C el cual corresponde a la eliminación de compuestos de nitrógeno [10]-[12]. Es posible identificar la temperatura de transición vítrea en D del TGA (Figura 5) y en el DCS en inicios de la deflexión E aproximadamente a $T_g=510^\circ\text{C}$ que es cercana a la reportada por otros autores [10], [11]. Se identifica también la temperatura de cristalización en el TGA (Figura 5) a $T_c=565^\circ\text{C}$ (banda E) y en el DSC (Figura 6) en el final de la deflexión E. Según Pirayesh *et al.*, las temperaturas de cristalización y la remoción de los productos de nitratos obtenidos de la reacción del HNO_3 y Na_2SiO_3 se superponen en los vidrios bioactivos desarrollados por el proceso sol-gel lo cual se aprecia en el vidrio bioactivo sintetizado en esta investigación por lo tanto concuerda con [9].

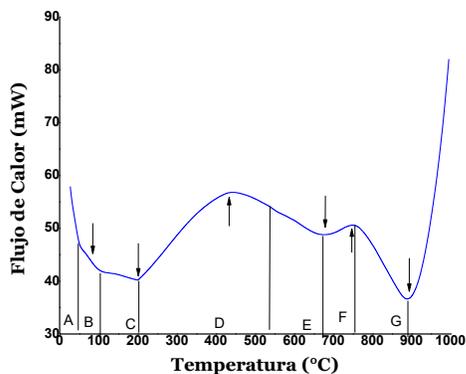


Fig. 6. Termograma de calorimetría diferencial de barrido del vidrio bioactivo 45S5 sintetizado.

C. Estudio de Bioactividad en FFS

Se realizó el estudio de bioactividad del vidrio bioactivo expuesto a fluido fisiológico simulado durante 7, 14 y 21 días, esto mediante espectroscopia de infrarrojo FTIR, con la finalidad de detectar la formación de grupos funcionales relacionados a hidroxiapatita compuesto relacionado a regeneración ósea.

Para que una capa de hidroxiapatita crezca de manera uniforme en el fluido fisiológico simulado deben transcurrir mínimo siete días [13]. Es por esto se que se plantearon tres puntos de medición con un intervalo de siete días entre cada uno (7, 14, 21 días) para obtener su espectro de FTIR y estimar las vibraciones características de los carbonatos y fosfatos de la hidroxiapatita. Se planteó una medición hasta los 21 días pues es entre este periodo y los 28 días que el crecimiento de la capa de hidroxiapatita llega a su límite [14].

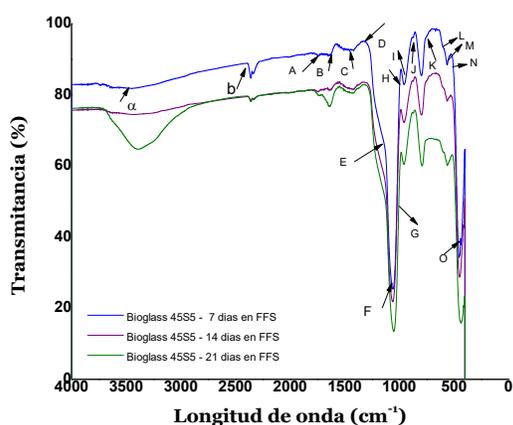


Fig. 7. Espectro de FTIR de vidrio bioactivo 45S5 sintetizado después de exposición en FFS.

En la Figura 7 se observa el espectro infrarrojo del vidrio bioactivo identificando las vibraciones a describir con letras

mayúsculas: la vibración en A en 1630 cm^{-1} se puede atribuir al agua atrapada en el compuesto [8]. La banda en 1500 cm^{-1} (B) corresponde a la vibración simétrica de los grupos de carbonato iónicos coordinado en la superficie y/o al CO_2 disuelto [8]–[10]. La banda en (C) a 1427 cm^{-1} puede atribuirse a la presencia de CO_3^{2-} e indica la formación de carbonato de calcio [10]. La banda en E a 1080 cm^{-1} se asocia a la vibración asimétrica de Si-O-Si, y puede cambiar a 1020 o números más bajos y ensancharse causado por una superposición con un nuevo modo emergente de la formación de capa de fosfato [8]–[11]. La vibración en 1000 cm^{-1} (F) es asociada a la flexión de los grupos fosfatos P-O [12]. La señal en 930 cm^{-1} (G) se atribuye a los grupos Si-OH [9]. Las banda en H se atribuye al carbono y carbonatos de calcio en 875 cm^{-1} y los picos en el rango de los $890\text{--}800\text{ cm}^{-1}$ se atribuyen a las vibraciones de estiramientos de los C-O [8]. Las señales en el rango de $770\text{--}720\text{ cm}^{-1}$ corresponden a vibraciones de Si-O-Si, Si-OH, Si-O [8].

La banda amplia en K, a los 570 y 600 cm^{-1} se atribuye a enlace P-O en fosfato de calcio amorfo y sugiere la aparición de la incorporación de CO_3^{2-} e indica la formación de la capa de hidroxiapatita (HCAp) [9], [10]. En la banda en L a 500 cm^{-1} una banda delgada se atribuye a la vibración simétrica de Si-O-Si, el cambio de absorbancia de $500\text{--}450\text{ cm}^{-1}$ se debe a la pérdida de Na y la formación de una capa de silicio y la banda a 450 cm^{-1} se atribuye a la sílice pura [9].

Después de los 14 días de la inmersión las bandas 1120 a 950 cm^{-1} se ensanchan y se intensifican atribuyéndose al aumento de la concentración de Ca^{2+} en la superficie. Las señales en aproximadamente 573 , 604 y 554 cm^{-1} son características de la fase cristalina de la apatita, así mismo a las 21 días las bandas en 1470 y 1427 cm^{-1} se vuelve más intensa por la precipitación de HCAp [10].

IV. CONCLUSIONES

Se realizó la sustitución del precursor alcóxido TEOS además de NaOH por el Na_2SiO_3 , en función de un cálculo de volumen de la sal, respetando la proporción molar del silicio y sodio en la composición del vidrio bioactivo del tipo 45S5, esto mediante el proceso sol gel asistido por microondas.

Se determina así que el Na_2SiO_3 participa en dos reacciones, incluyendo la hidrólisis para la obtención de los grupos siloxano y la solvatación de NaOH producto de esta reacción.

Mediante la inmersión en FFS del vidrio bioactivo sintetizado en esta investigación se demostró la formación de una capa de HA en la superficie del material.

La sustitución de los precursores TEOS y NaOH por Na_2SiO_3 es una propuesta viable de bajo en el costo en la producción de biocerámicos como son los vidrios bioactivos.

V. AGRADECIMIENTOS

Al proyecto en UACJ “Desarrollo de películas delgadas basadas en calcogenuros y óxidos metálicos mediante procedimientos de química suave: Aplicación en dispositivos semiconductores en energías y salud” RIPI2022IIT3 del Grupo de Investigación de Bioingeniería y Nanotecnología en Electrónica Flexible de la UACJ. Al CIMAV Unidad Monterrey por su valioso apoyo en la caracterización térmica de los materiales.

REFERENCIAS

- [1] L. Cannon and M. S. and T. Series, *Bioglass: Properties, Functions and Applications*, Novinka. New York: Nova Science Publishers, Incorporated, 2016, 2016.
- [2] A. N. Y. C. of ceramics I. C. L. Jones, Julian R., Departamento de materiales and A. U. G. Clare, “*Bio-glass: A introduction.*” London, UK: Wiley, 2012.
- [3] A. Yovana and P. Mateus, “Técnicas empleadas en síntesis de nanocompuestos en ingeniería de tejido óseo,” *MUTIS J. Fac. Sci. Eng.*, vol. 4, no. 2, pp. 44–49, 2014.
- [4] H. El-Didamony, E. El-Fadaly, A. A. Amer, and I. H. Abazeed, “Synthesis and characterization of low cost nanosilica from sodium silicate solution and their applications in ceramic engobes,” *Bol. la Soc. Esp. Ceram. y Vidr.*, vol. 59, no. 1, pp. 31–43, 2020, doi: 10.1016/j.bsecv.2019.06.004.
- [5] G. Vargas and P. Pena, “Cerámica y Vidrio Espumado por microondas de mezclas de silicato de sodio-ortofosfato cálcico dibásico,” *Bol. la Soc. española Ceram. y Vidr.*, vol. 41, no. 5, pp. 481–486, 2002, doi: 41 [5] 481–486.
- [6] R. Veres, M. Tămășan, C. Ciuce, and V. Simon, “Microstructurally modified zinc containing phosphosilicate bioglasses applicable in composite scaffolds for tissue regeneration,” vol. 84, no. 1, pp. 86–91, 2011.
- [7] M. Alaniz, “Síntesis y caracterización de un biovidrio-Np’s TiO₂ obtenido por el método de sol-gel/microondas, como propuesta activa en aplicaciones biomédicas,” Universidad Autónoma de Ciudad Juárez, 2016.
- [8] E. A. Aguilar-Reyes, C. A. León-Patiño, E. Villicaña-Molina, V. I. Macías-Andrés, and L. P. Lefebvre, “Processing and in vitro bioactivity of high-strength 45S5 glass-ceramic scaffolds for bone regeneration,” *Ceram. Int.*, vol. 43, no. 9, pp. 6868–6875, 2017, doi: 10.1016/j.ceramint.2017.02.107.
- [9] S. Romeis *et al.*, “Enhancing in vitro bioactivity of melt-derived 45S5 bioglass® by comminution in a stirred media mill,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 97, no. 1, pp. 150–156, 2014, doi: 10.1111/jace.12615.
- [10] E. R. Essien, L. A. Adams, R. O. Shaibu, I. A. Olasupo, and A. Oki, “Economic route to sodium-containing silicate bioactive glass scaffold,” *Open J. Regen. Med.*, vol. 01, no. 03, pp. 33–40, 2012, doi: 10.4236/ojrm.2012.13006.
- [11] S. N. F. S. Adam, A. F. Osman, and R. Shamsudin, “Tensile properties, biodegradability and bioactivity of thermoplastic starch (TPS)/ bioglass composites for bone tissue engineering,” *Sains Malaysiana*, vol. 47, no. 6, pp. 1303–1310, 2018, doi: 10.17576/jsm-2018-4706-27.
- [12] S. D. Min, Y. Yun, and H. Shin, “Simplified structural textile respiration sensor based on capacitive pressure sensing method,” *IEEE Sens. J.*, vol. 14, no. 9, pp. 3245–3251, 2014, doi: 10.1109/JSEN.2014.2327991.
- [13] F. Bano, S. Yamaguchi, “The use of simulated body fluid (SBF) for assessing materials bioactivity in the context of tissue engineering: review and challenges”, *Biomimetics (Basel)*, vol. 5, no. 4, 2020, doi: 10.3390/biomimetics5040057
- [14] S. Bano, A. Rincón Romero, D. M. Grant, A. Nommeets-Nomm, C. Scotchford, I. Ahmed, T. Hussain, “In-vitro cell interaction and apatite forming ability in simulated body fluid of ICIE16 and 13-93 bioactive glass coatings deposited by and emerging suspension high velocity oxy fuel (SHVOF) thermal spray”, *Surface and Coatings Technology*, vol. 407, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126764>