

# Ingeniería Metalúrgica

Modalidad: Proyecto de Investigación

*OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES  
COMPUESTOS DE HIDROXIAPATITA DE CASCARA DE HUEVO  
REFORZADOS CON PARTÍCULAS DE BIOVIDRIO Y TITANIO*

CHAVARRIA GOÑI JOSE EDUARDO

Matricula: 2152002761

al2152002761@azc.uam.mx

ASESORAS:

DRA. SILVIA CORONA AVENDAÑO

AREA DE INGENIERIA DE MATERIALES

sylvia\_cav@yahoo.com.mx

DRA. JESSICA J. OSORIO RAMOS

2010.josorio@gmail.com

Trimestre: 22-P

## DECLARATORIA

Yo, SILVIA CORONA AVENDAÑO, declaro que aprobé el contenido del presente Reporte de Proyecto de Integración y doy mi autorización para su publicación en la Biblioteca Digital, así como en el Repositorio Institucional de UAM Azcapotzalco.

Yo, JESSICA JEZABEL OSORIO RAMOS, declaro que aprobé el contenido del presente Reporte de Proyecto de Integración y doy mi autorización para su publicación en la Biblioteca Digital, así como en el Repositorio Institucional de UAM Azcapotzalco.

Yo, JOSÉ EDUARDO CAHAVARRÍA GOÑI, doy mi autorización a la Coordinación de Servicios de Información de la Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Azcapotzalco, para publicar el presente documento en la Biblioteca Digital, así como en el Repositorio Institucional de UAM Azcapotzalco.

## Resumen

El aumento en la demanda del uso de Biomateriales para el reemplazo de algún tejido ha llevado a la constante investigación de dichos materiales, buscando alternativas cada vez más accesibles y que a su vez cumplan con las características mecánicas requeridas sin olvidarse del impacto ambiental, es por eso que a continuación se presenta una alternativa que busca contribuir con estas investigaciones.

En este trabajo se evalúa como afecta la modificación del contenido de un refuerzo metálico de titanio (0.5, 1, 2 y 3% en peso) adicionado a una matriz cerámica base hidroxiapatita reforzada con 3% en peso de biovidrio. Fabricando compuestos por metalurgia de polvos y sinterizándolos a una temperatura de 800°C, para caracterizarlos física, mecánica, microestructural y químicamente con pruebas de: determinación de porosidad, densidad, dureza, resistencia a la compresión y a la fractura, y comportamiento microestructural determinado por microscopio electrónico de barrido (MEB), así como pruebas de pérdida de peso y determinación de pH, de tal forma que se pueda apreciar tanto su similitud con el hueso humano como valorar el comportamiento de estos compuestos al estar en contacto con el tejido óseo.

Al considerar todas las propiedades analizadas se pudo notar una tendencia a aumentarse los valores obtenidos conforme se incrementa el contenido con crecimiento en la resistencia a la compresión, aumento ascendente pero no excedente en la dureza, donde las partículas ayudan a que la estructura se comprima por su difusividad y conductividad térmica mayor a la de la hidroxiapatita pura, obteniendo cambios en la porosidad y densidad, además, se obtuvo un comportamiento estable en cuanto a pérdida de peso y pH, manteniendo las características de la hidroxiapatita.

De tal forma que a pesar de que más de un compuesto presentaron buenas características para ser empleados como sustitutos óseos, por encontrarse con valores de sus propiedades físicas y mecánicas dentro del rango estimado para el fémur, se puede decir que el compuesto con presencia metálica de 3% en peso sus propiedades físicas y mecánicas moderadamente por arriba de los demás compuestos, además, las pruebas en contacto con solución mostraron un comportamiento estable, volviéndolo un material propenso a la utilización como sustituto óseo.

## Índice de figuras y tablas

Fig. 1. Proceso de molienda de los polvos en sus distintas composiciones, con elementos de zirconia.

Fig. 2. Extracción de polvos del molino y de los elementos de molienda.

Fig. 3. Ordenamiento de pastillas dentro del horno.

Fig. 4. Rampa de sinterizado para 800 °C.

Fig. 5. Campana de vacío y bomba, con estas se obtienen pastillas sin aire entre poros.

Fig. 6. Pesaje de las pastillas inmersas en agua con ayuda de una balanza analítica de densidades

Fig. 7. Microdurómetro Vickers, MICROMET 2003, BUEHELER

Fig. 8 Preparación e identificación de viales con sus respectivas pastillas para las pruebas de pérdida de peso y cambio en pH

Fig. 9. Representación gráfica de los valores obtenidos en la experimentación térmica del sinterizado, donde se muestra el resultado del porcentaje de contracción volumétrica para las probetas de 0.25 gramos.

Fig. 10. Representación gráfica de la densidad de las probetas con respecto a la cantidad de Ti 0.5, 1, 2 y 3 %.

Fig. 11. Representación gráfica de la porosidad abierta de las probetas con respecto a la cantidad de Ti 0.5, 1, 2 y 3 %.

Fig. 12. Representación gráfica de los resultados obtenidos después de aplicar pruebas de dureza utilizando una precarga de 100gf

Fig. 13. Comparación de las curvas de esfuerzo deformación en compresión para cada composición de la mezcla Hidroxiapatita-Titanio-Biovidrio.

Fig. 14. Representación gráfica comparativa de tenacidad de HPa-Ti-BG a 0.5, 1, 2 y 3%

Fig. 15. Representación gráfica comparativa de la deformación de fractura de HPa-Ti-BG a 0.5, 1, 2 y 3%

Fig. 16. Representación gráfica comparativa del esfuerzo máximo y esfuerzo de fractura de los compuestos de HPa-Ti-BG a 0.5, 1, 2 y 3%

Fig. 17. Valores del peso obtenidos antes y después de exponer a SBS durante 384 horas.

Fig. 18. La grafica representa los valores obtenidos al exponer las probetas por 384 horas en solución Hanks.

Fig. 19.- EDS obtenido por MEB del material HPa-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti.

Fig. 20.- MEB a 300x HPa-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti

Fig. 21.- EDS obtenido por MEB del material HPa-Ti-BG con 1% en peso de Ti.

Fig. 22.- MEB a 300x HPa-Ti-BG con 1% en peso de Ti

Fig. 23.- EDS obtenido por MEB del material HPa-Ti-BG con 2% en peso de Ti.

Fig. 24.- MEB a 300x HPa-Ti-BG con 2% en peso de Ti

Fig. 25.- EDS obtenido por MEB del material HPa-Ti-BG con 3% en peso de Ti.

Fig. 26.- MEB a 300x HPa-Ti-BG con 3% en peso de Ti

Fig. 27.- EDS obtenido por MEB del compuesto HPa-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

Fig. 28.- MEB a 300x HPa-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

Hanks

Fig. 29.- EDS obtenido por MEB del compuesto HPa-Ti-BG con 1% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

Fig. 30.- MEB a 300x HPa-Ti-BG con 1% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

Fig. 31.- EDS obtenido por MEB del compuesto HPa-Ti-BG con 2% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

Fig. 32.- MEB a 300x HPa-Ti-BG con 2% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

Fig. 33.- EDS obtenido por MEB del compuesto HPa-Ti-BG con 3% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

Fig. 34.- MEB a 300x HPa-Ti-BG con 3% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

Tabla 1. Composición de los polvos para la fabricación de pastillas, para los diferentes porcentajes de Titanio (Ti)

Tabla 2. Dimensiones de las probetas antes y después del sinterizado, de los compuestos Hpa-BG-Ti con 1, 2 y 3% en %wt de titanio.

Tabla 3. Densidad, porosidad aparente, porosidad teórica y porosidad abierta de las probetas 0.5, 1, 2 y 3% en peso de Ti.

Tabla 4. Pruebas de dureza a las pastillas con diferentes composiciones.

Tabla 5. Se observan los principales valores de las propiedades mecánicas de las muestras ensayadas en compresión.

Tabla 6. cambio en peso antes y después de ser expuestos en solución Hanks por 384 horas.

Tabla 7. Se muestran las propiedades singulares de los compuestos 2 y 3% wt Ti comparadas con el fémur.

# Índice

Introducción.....	10
Antecedentes.....	12
Justificación.....	20
Objetivo General.....	21
Objetivos específicos .....	21
1 Marco teórico.....	22
1.1 Clasificación y características de los biomateriales.....	24
1.2 Hidroxiapatita como biomaterial .....	25
1.3 Biovidrio como biomaterial.....	26
1.4 Titanio como biomaterial .....	27
1.5 Procesamiento del biomaterial (Metalurgia de polvos) .....	28
2 Desarrollo del proyecto .....	30
2.1 Fabricación de los compuestos mediante metalurgia de polvos.....	30
2.1.1 Mezcla y molienda.....	30
2.1.2 Fabricación de las probetas .....	31
2.1.3 Sinterizado.....	32
2.2 Caracterización física.....	33
2.2.1 Contracción de las probetas.....	33
2.2.2 Determinación de densidad y porosidad .....	34
2.3 Caracterización mecánica.....	35
2.3.1 Medición de dureza Vickers.....	35
2.3.2 Pruebas de compresión .....	36
2.4 Caracterización química.....	37
2.4.1 Pruebas de desgaste .....	37
2.5 Microscopia eléctrica de barrido (MEB).....	38
3 Resultados .....	39
3.1 Caracterización física.....	39
3.1.1 Contracción de las probetas.....	39
3.1.2 Densidad por método de Arquímedes.....	40

3.2	Caracterización mecánica.....	42
3.2.1	Ensayo de dureza Vickers. ....	42
3.2.2	Ensayo de compresión. ....	43
3.3	Caracterización química. ....	47
3.3.1	Pérdida de peso.....	47
3.3.2	Modificación del pH.....	48
3.4	Caracterización en Microscopia de barrido electrónico.....	49
4	Análisis y discusión de resultados .....	54
4.1	Caracterización física.....	54
4.1.1	Contracción de las probetas.....	54
4.1.2	Densidad por método de Arquímedes.....	55
4.2	Caracterización mecánica.....	56
4.2.1	Ensayo de dureza Vickers. ....	56
4.2.2	Ensayo de compresión. ....	57
4.3	Caracterización química.....	61
4.3.1	Pérdida de peso.....	61
4.3.2	Modificación del pH.....	62
4.4	Caracterización en Microscopia de barrido electrónico.....	63
4.5	Comparación con hueso humano.....	69
5	Conclusiones.....	70
6	Bibliografía.....	72

## Introducción

Los materiales compuestos se utilizan en diversas aplicaciones que abarcan diferentes campos de especialización, por lo que estas aplicaciones requieren de una amplia gama de materiales que resuelvan los retos que se presentan y ofrezcan alternativas que puedan adaptarse tanto a las necesidades del ser humano como incluso en el desarrollo de los seres vivos.

Dentro del área biomédica se han desarrollado muchas piezas y dispositivos que habitualmente se instalan en ambientes que están sujetos al desgaste, considerando que estar en contacto con fluidos biológicos provoca el desgaste del material.

Hay muchos materiales utilizados como sustitutos óseos, incluido el hueso autólogo (matriz ósea desmineralizada), hueso bovino descalcificado (colágeno), metal (titanio (Ti), acero inoxidable, aleación), polímero, poliéster, cerámica (fosfatos de calcio como hidroxiapatita) y compuestos de hidroxiapatita (HPa), naturales o sintéticos, combinados con polímeros y en algunos casos con sustancias biológicas para mejorar su rendimiento.

Al estar uniendo dos biomateriales como sería HPa con polímeros, se está formando un biocompuesto que puede conformarse por una matriz cerámica, metálica o polimérica, reforzado con metales, cerámicos y biovidrios, principalmente en forma de partículas, este último puede ser obtenido por diferentes técnicas como: precipitación, transformación hidrotermal del carbonato cálcico, sol gel y técnica de polvos, entre otras.

El biovidrio (BG) se usa ampliamente en el campo de los biomateriales debido a sus propiedades bioactivas y la capacidad de promover la formación de hueso. Creer que este material puede solucionar el problema actual de los implantes de sustitución ósea, ya sea en el caso de sustituciones temporales, posterior disolución, o en el caso de prótesis permanentes. En este último caso, la prótesis permanente se puede recubrir con biovidrio nitrurado, lo que aumentará su integración y consecuentemente su vida media.

Existe poca información sobre trabajos previos de este tipo. sin embargo, se ha encontrado evidencia de materiales compuestos Ti-HPa, procesados por metalurgia de polvos, utilizando una temperatura de sinterizado de 800 °C, para aplicaciones biomédicas, combinando la resistencia del titanio con la bioactividad de la hidroxiapatita, obteniendo como resultado un compuesto poroso con partículas de hidroxiapatita bien integradas, que no mostraron afectación en la morfología celular ni en la densidad, permitiendo que las células fueran capaces de adherirse y proliferar sobre la superficie del compuesto.

La investigación del trabajo presente analizará el comportamiento del material compuesto HPa-BG-Ti, material que para este caso se reforzara con diferentes porcentajes de titanio y biovidrio con composición del 3%, para determinar el efecto que tiene el refuerzo sobre la matriz al modificar el porcentaje, se comprobara el cambio que existe en las propiedades para hacer la comparación con las propiedades del hueso humano y de esta manera identificar la posible implantación del compuesto obtenido.

## Antecedentes

Actualmente en el mundo en general, debido a las condiciones de vida y al ritmo acelerado de la misma, cada vez son más frecuentes los daños por traumatismos que involucran al sistema óseo, los cuales pueden ser del tipo congénito, degenerativos o por fractura.

Por lo tanto, en los últimos años, el avance y el desarrollo tecnológico de los implantes ha avanzado considerablemente en el diseño y la fabricación de diversas industrias científicas y tecnológicas, incluida la industria biomédica.

Este desarrollo incluye una gran cantidad de investigación sobre diferentes materiales con propiedades específicas, de lo que se puede decir que un biomaterial es una sustancia farmacológicamente inerte, diseñada para ser implantada o incorporada a los sistemas vivos y destinada a comunicarse con los sistemas biológicos. Sin embargo, para la evaluación, tratamiento, suplementación o reposición de cualquier tejido, órgano o función de un organismo, un aspecto importante es su biocompatibilidad, incluyendo el estudio de su biocompatibilidad. El estudio de la interacción de los biomateriales con los tejidos de los que puedan provenir en contacto. La bioaceptabilidad se relaciona con la interacción entre el material y el tejido, la interacción resultante de la descomposición del material y las propiedades mecánicas. (Cormin, Grinschpun, Oldani, A., & Cid, 2017)

Teniendo en cuenta lo que es un biomaterial y la biocompatibilidad se debe hacer mención a los tres mecanismos que se espera sucedan al momento de introducir un implante:

- 1) La osteogénesis: Es la formación de tejido óseo a partir de células vivas provenientes del injerto.
- 2) La osteoinducción: Permite la estimulación de las células madre adultas no diferenciadas (que fueron utilizadas para realizar un injerto óseo) para que se conviertan en células osteoformadoras mediante el uso de proteínas.

- 3) La osteoconducción: Este es el caso en el que el injerto actúa como guía o soporte para la formación de hueso nuevo. Se realiza mediante vasos sanguíneos y células formadoras de hueso en la zona receptora. Cuando se absorbe el injerto, será reemplazado por tejido óseo recién formado (Reales & Locher, 2014)

Por tanto, para obtener un elemento que pueda ser biocompatible, se debe prestar especial atención a diversos materiales constituyentes como las cerámicas inorgánicas, que están compuestas por elementos metálicos y no metálicos que pueden ser cristalinos o amorfos o una mezcla de ambos. Tiene alta dureza y resistencia al calor, pero tiende a ser frágil. Se caracteriza principalmente por su bajo peso, alta dureza, baja tenacidad, alta resistencia al calor y al desgaste y buenas propiedades de aislamiento eléctrico. Estos materiales no son costosos, pero su procesamiento suele ser lento y laborioso. (Williams, 1976)

Dentro de este grupo de materiales se puede hablar de los biocerámicos como la hidroxiapatita, la cual está formada por fosfato de calcio cristalino ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ ) y representa un depósito del 99% del calcio corporal y 80% del fósforo total, con una densidad de  $3.16 \text{ g/cm}^3$ . Además, constituye alrededor del 60-70% del peso seco del tejido óseo, haciéndolo muy resistente a la compresión. (Barba & Rojas, 1987)

La Hidroxiapatita (HPa) se puede obtener sintéticamente, por calcinación de hueso, o de origen natural como la proveniente de la transformación hidrotermal del carbonato cálcico (Aragonito), de los corales y de la cáscara de huevo. (Rommy, Palma, & Piña, 1999)

Ésta última procedencia es muy importante ya que la generación anual de esta cáscara de huevo es muy alta y en la actualidad se considera como un desecho de poca utilidad, por ejemplo, en España, al año, se producen alrededor de 17,000 toneladas. Y al usar HPa obtenida a partir de la cáscara de huevo no sólo se obtiene un biomaterial alternativo para la práctica clínica, sino que se aprovecha un desperdicio de origen natural que reduce el costo de producción y ayuda a generar alternativas más viables para los pacientes afectados por deterioros óseos. (Acosta, 2015)

Es a partir de los años 70's cuando se comenzó a investigar el uso de la HPA como un material osteoinductor, es decir, un material que induce la formación de hueso nuevo. Actualmente se emplea con éxito el hueso de bovino o injerto autógeno (hueso del mismo paciente) como relleno o como implante en casos de faltante de hueso. (Rommy, Palma , & Piña, 1999)

Y entre algunas posibles aplicaciones que puede tener la HPA como material de implante son en:

- 1) Fracturas mandibulares
- 2) Reconstrucción de huesos faciales
- 3) Prótesis ortopédicas.
- 4) Artrodesis: fijación de una articulación por medio de cirugía, por ejemplo, la rodilla, dos vértebras, el codo, etc.
- 5) En la Otorrinolaringología para construir prótesis de oído medio, etc.

Sin embargo, cuando se habla de materiales biocerámicos, HPA no se puede mencionar solo, porque existen otros materiales cerámicos inertes, como el vidrio, que se funden y se enfrían a un estado duro sin que los demás materiales cristalicen. Los materiales inorgánicos forman estructuras amorfas a altas temperaturas. Además, estos vidrios pueden entrar en contacto con tejido vivo y son biológicamente activos, lo que significa que pueden establecer un vínculo estrecho con el tejido óseo; esto ha generado un gran interés en los implantes utilizados en la industria biomédica para reemplazar y reparar el tejido óseo. (Córdoba & Delgado, 2015)

A estos cerámicos por sus características se les conoce como biovidrios o biovitrocerámicos, los cuales fueron desarrollados a principios de los años 70's. El diseño de estos materiales permite que la superficie de lugar a una reactividad química determinada con el sistema fisiológico, produciendo un enlace químico entre el tejido y la superficie del implante. (Orgaz & Rincón, 1987)

Es por ello que este material se presenta como una opción para solucionar el problema de la fijación superficial o fusión directa del material óseo del implante. La potencial ventaja de

este material es la combinación de la alta resistencia del material biocerámico inerte y la reacción química en la superficie que facilita la unión con el tejido, proporcionando mayor flexibilidad de diseño y producción. (Orgaz & Rincón, 1987)

El biovidrio (BG) se puede producir mediante diferentes técnicas tales como; microemulsión, hilado láser, síntesis en fase gaseosa y sol- gel. La tecnología Sol-Gel es una alternativa a la producción de biovidrio que ha sido ampliamente estudiada en los últimos años y sus ventajas son bien conocidas, ya que el proceso se realiza a temperaturas más bajas y permite una mezcla homogénea en la formulación final del vidrio. (Gonzales, 2012)

Estos biomateriales se han estudiado como armazones que permiten la formación de tejido óseo, a través de la unión entre el hueso y el armazón, a través de la conversión gradual del vidrio en hidroxiapatita, el componente mineral, que es el bloque de construcción del hueso. Las biovidrios se consideran desde el punto de vista de la osteogénesis como agentes biológicos de la osteogénesis, es decir, estimulan el crecimiento de hueso nuevo incluso cuando están lejos de la interfaz ósea del implante. (Córdoba & Delgado, 2015)

Sin embargo, los cerámicos no son los únicos que pueden comportarse como biomateriales, pues algunos metales, además de ser maleables, ductiles, buenos conductores de calor y electricidad pueden ser aceptados biológicamente por parte de los tejidos, pues a diferencia de la mayoría de los metales que pueden liberar productos de corrosión a los tejidos circundantes que provocan efectos no deseables, éstos presentan estabilidad química y resistencia a la corrosión.

Los materiales metálicos utilizados en los implantes quirúrgicos son principalmente oro y plata. Luego se empezó a utilizar el acero, y en el siglo XX apareció el acero inoxidable y las aleaciones de cromo, cobalto y molibdeno, y en los años cuarenta se introdujo en el campo médico el titanio y sus aleaciones. (Kenneth, John, & Tsao., 2013)

El cuerpo humano puede aceptar muchos minerales en pequeñas cantidades (Fe, Cr, Co, Ni, Ti, Ta, Mo, W) y en algunos casos son necesarios, como el hierro en la hemoglobina

encargada de transportar el oxígeno a los tejidos. Además, algunos minerales realizan importantes funciones biológicas como: hierro, calcio, magnesio, sodio, potasio, cobre, manganeso, zinc, cobalto, molibdeno, cromo, estaño, vanadio, níquel, etc. (Kenneth, John, & Tsao., 2013)

En comparación con estos elementos, el titanio y algunas de sus aleaciones han llamado cada vez más la atención en el campo de los biomateriales para reemplazar tejidos duros debido a sus propiedades mecánicas, baja densidad de 4.506 g/cm<sup>3</sup>, resistencia a la corrosión y biocompatibilidad, pero cuando se trata de esta biocompatibilidad, se debe considerar menos del 5% de titanio para obtener un material que supere al acero inoxidable y las aleaciones de cobalto. (Zujur & Álvarez-Barreto, 2016)

Además de su biocompatibilidad el titanio muestra buenas propiedades tales como: elevada dureza, alto punto de fusión de 1668.85 °C y como los demás elementos metálicos buena conducción eléctrica y térmica de 21.9 W/(K·m). (Sanchez, 2014)

Así mismo, las propiedades de biocompatibilidad del titanio permiten que tenga múltiples aplicaciones médicas tales como instrumental quirúrgico, sillas de ruedas o muletas con bajo peso y alta resistencia. También se usa comúnmente en aleaciones que contienen entre un 4 % y un 6 % de aluminio y un 4 % de vanadio para incrustarse en el hueso, así como en implantes dentales y ortopédicos, lo que prolonga la vida útil hasta los 30 años. (Sanchez, 2014)

Tanto los biocerámicos como los biometales en forma individual presentan buenas propiedades, sin embargo, los cerámicos son frágiles y los metales presentan buena biocompatibilidad en pequeñas proporciones, por lo que al unirlos y formar un material compuesto se pueden mejorar las propiedades, dándole ductilidad al cerámico sin perder esta biocompatibilidad. Las propiedades que se obtienen de estas combinaciones son superiores a la de los materiales que los forman por separado, lo que hace que su utilización cada vez sea más frecuente, sobre todo en aquellas piezas en las que se necesitan propiedades combinadas, donde un material por sí solo no las podría brindar.

Los materiales compuestos se dividen en matriz y refuerzo, la primera es el volumen y se puede distinguir a simple vista por ser continuo, mientras que los refuerzos pueden ser principalmente partículas o fibras que están fuertemente unidas a la matriz, de forma que su resistencia sea transmitida al material compuesto. (Kenneth, John, & Tsao., 2013)

Para que los materiales compuestos puedan ser utilizados como implantes tienen que considerarse biomateriales y partir de elementos que se consideren como tal, además deben presentar buenas propiedades mecánicas pues van a estar sometidos a esfuerzos. Cabe mencionar que las propiedades del material se ven involucradas con el peso y la actividad del paciente, la forma en la que el implante está sujeto, el diseño, el tamaño, la posición anatómica del componente, así como el tipo de material que se haya utilizado. (Barba & Rojas, 1987)

Teniendo en cuenta lo que es un material compuesto y su importancia para la fabricación de implantes, es necesario hablar de la obtención de dichos materiales ya que existen diferentes métodos de obtención de los cuales solo se ahondará en el de metalurgia de polvos ya que este en particular permite la producción de piezas con distintas dimensiones y formas; este es un proceso de fabricación de piezas a partir de elementos en polvo.

Las piezas fabricadas con este método se caracterizan por su alta precisión, incluidas geometrías complejas, una variedad de aleaciones y composiciones específicas y niveles de densidad muy variados, desde aleaciones y composiciones muy porosas hasta muy densas. (Becerro, 2009)

Este proceso es adecuado para la fabricación de un gran número de piezas que requieren precisión por su reducido tamaño o diseño complejo. También es adecuado cuando es necesario controlar mejor la permeabilidad o porosidad de la última pieza. (Barba & Rojas, 1987)

Para obtener dichas piezas por medio de la metalurgia de polvos, se requiere aplicar los siguientes pasos:

- 1) Obtener los polvos. A partir de varios procesos como la trituración, molienda, reducción de óxidos y evaporación entre otros, los polvos se obtienen de metales y de elementos cerámicos.
- 2) Dosificar y mezclar. Según la pieza final y sus características, se mezclarán polvos de dimensiones y composiciones diferentes.
- 3) Compactación. Para este paso se necesita herramientas como los dados y las prensas para compactar el polvo en forma uniaxial.
- 4) Sinterizado. Se calientan los materiales en una mufla, cuya atmósfera debe ser seleccionada y vigilada en todo momento.
- 5) Procesos de acabado. En este paso las piezas son terminadas lo cual puede hacerse por medios mecánicos o químicos para que la pieza adquiriera su apariencia final. (Becerro, 2009)

Las piezas para fabricar pueden pesar hasta 25 Kg, pero normalmente por las propias características del proceso solo alcanzan los 2 Kg, porque se tendrían que utilizar prensas de elevada potencia para la compactación. (Becerro, 2009)

Es importante mencionar que con este método se puede modificar la densidad de las piezas, al controlar el tamaño de las partículas de los polvos y la presión de compactación empleada, esto con la finalidad de obtener la porosidad deseada, aunque se debe considerar que cuanto menor es el tamaño de la partícula, la dificultad para que fluyan estas durante el proceso de prensado y de manipulación automática, aumenta, lo que provoca la necesidad de incrementar la presión aplicada.

En la actualidad se han realizado muchas investigaciones sobre materiales compuestos con posibles aplicaciones biomédicas y entre éstas se ha puesto atención en los materiales con matriz cerámica principalmente de HPa, los cuales han sido reforzados no solo con diferentes elementos cerámicos como HPa/óxido de grafeno e HPa/  $ZrO_2-8Y_2O_3$ , sino también con elementos metálicos como HPa/Ag, HPa/Ni, HPa/Mo, HPa/Fe, e incluso se han reforzado con proteínas como en el caso de HPa/colágeno. Y se ha demostrado que algunos de estos biomateriales al estar inmersos en un fluido corporal simulado (SBF), inducen la formación

de hidroxiapatita sobre la superficie del compósito. Así mismo el análisis microestructural confirma una distribución homogénea de los refuerzos a lo largo de la matriz lo cual limita la presencia de concentradores de esfuerzo que pudieran afectar la resistencia del material. (Hardiman, 2006)

Por otra parte, otro elemento que ha llamado la atención en el ámbito de la biocompatibilidad es el biovidrio pues éste induce significativamente la osteogénesis del hueso afectado y conduce a una sobreproducción de tejido óseo, por lo cual se ha empleado no solo como matriz en el caso de biovidrio/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ , donde se ha notado la reactividad del biovidrio al estar en presencia de fluidos fisiológicos mediante la adición controlada del cerámico bioinerte, sino también como refuerzo, tal es el caso de HPa/biovidrio, donde al adicionar este cerámico bioinerte, se han formado los enlaces necesarios para la nucleación de apatitas al estar inmersos en la solución SBF.

Así mismo, el titanio ha sido ampliamente estudiado por sus valiosas propiedades al ser empleado como refuerzo, tanto en forma elemental tal es el caso de la HPa/Ti, donde los esfuerzos máximos de compresión, puntos de fracturas y dureza, aumentan conforme se incrementa la concentración del refuerzo, presentando tan solo una leve disminución en estas propiedades al estar inmersos en solución SBF, como en aleación, tal es el caso de la HPa/ $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  donde se determinó que en el compuesto al estar inmerso en SBF se revela la formación de una capa no uniforme de apatita sobre la superficie y que al aumentar el tiempo de inmersión, se incrementa su comportamiento pasivo, se disminuye su velocidad de corrosión y se desarrolla una capacidad bioactiva.

Por lo que se puede decir que estos 3 elementos ya han sido estudiados en forma independiente o en un conjunto, que no solo incluye el caso de la hidroxiapatita y el biovidrio, donde se ha visto favorecida la nucleación de apatitas, sino también el caso de la hidroxiapatita reforzada con titanio, donde se notó que el recubrimiento del cerámico en el metal juega un doble papel en la prevención de la liberación de iones metálicos, ya que por un lado implica mayor resistencia a la corrosión, y por el otro provoca que la superficie se vuelva más bioactiva sin olvidar que por ser un metal ayuda a absorber la energía generada

por los esfuerzos que se llegaran a presentar. No obstante, en conjunto, aún no se han unido los 3 elementos en el mismo compósito para aprovechar la estabilidad y biocompatibilidad de la hidroxiapatita, el carácter osteoconductor del biovidrio y la resistencia asociada con la baja densidad del titanio.

## Justificación

### Interés Científico.

Los trastornos ortopédicos son uno de los principales problemas a los que se enfrenta la medicina regenerativa, y está relacionado con el aumento de la esperanza de vida de la población y el número de lesiones provocadas por distintos tipos de traumatismos. Esto significa que los esfuerzos de toda la humanidad se dirigen hacia la búsqueda de soluciones alternativas para el descubrimiento de nuevos materiales compuestos obtenidos por diversas tecnologías. Esta gran demanda es la base que induce a realizar mayor investigación en este campo, para encontrar soluciones a esta problemática que representa el uso de sustitutos óseos que sean biocompatibles, resistentes y durables.

### Interés Ambiental.

En la actualidad la humanidad ha presentado un gran problema el cual es la masiva generación de basura, la basura tiene varias clasificaciones, pero las que nos incumbe es la orgánica ya que para la obtención de la hidroxiapatita se puede realizar mediante el cascaron de huevo, el cual es un desperdicio no utilizado y se genera en exceso.

## Objetivo General

- Comparar el comportamiento físico, mecánico y químico de los compósitos de hidroxiapatita, reforzados con diferentes contenidos de titanio y biovidrio con un contenido del 3% de este último, fabricados por técnica de polvos.

## Objetivos específicos

- Obtener materiales compuestos de matriz cerámica de hidroxiapatita (HPa) de cascarón de huevo, reforzados con 3% biovidrio (BG) y diferentes contenidos de partículas de (Ti) titanio (0.5, 1, 2 y 3%) empleando la técnica de metalurgia de polvos.
- Mezclar en un molino de bolas, HPa con diferentes contenidos de Ti (0.5, 1, 2 y 3 %wt) y 3% de biovidrio a 200 rpm durante 1 hr.
- Preparar 32 muestras, las cuales serán compactadas a una presión de 200MPa.
- Sinterizar las probetas a 800°C durante una hora.
- Obtener la densidad y la porosidad de las probetas por medio del método de Arquímedes.
- Determinar la dureza con micro-durómetro Vickers.
- Realizar ensayos de compresión en máquina universal de ensayos.
- Establecer mediante los datos obtenidos del ensayo de compresión el esfuerzo máximo, esfuerzo de fractura, módulo de Young y tenacidad.
- Identificar la influencia de los diferentes contenidos de Ti en los materiales compuestos cerámico-metal sobre las propiedades físicas y mecánicas.
- Determinar la pérdida de peso de los materiales obtenidos al ser expuestos a una prueba SBS (suero biológico simulado), con una solución Hanks.
- Determinar el mejor compuesto HPa-BG-Ti, en función a sus propiedades físicas, mecánicas y químicas. Considerando que su aplicación es en prótesis.

# 1 Marco teórico

La intervención al cuerpo humano, así como el uso de biomateriales para este fin, se ha practicado desde la antigüedad en civilizaciones de América, Grecia, India, Medio Oriente y Roma quienes llegaron a desarrollar sofisticados implantes con fines de distinción social y la llevaban a cabo combinaban magia, religión y medicina. Los arqueólogos encuentran a menudo evidencias de craneotomías, amputaciones, tratamientos de fracturas de huesos, operaciones cesáreas, etc., pero a pesar de ello, la ciencia de los biomateriales no se desarrolló rigurosamente sino hasta principios del siglo XX (Sastre, de Aza, & San-Román, 2004).

Los primeros implantes exitosos fueron aplicados en el sistema óseo a principios del año 1900, con la introducción de placas de hueso para ayudar en la fijación en las fracturas de huesos largos, aunque muchas de estas primeras placas fracturaban como resultado de un diseño mecánico poco sofisticado; estos eran muy delgados y tenían bordes que provocaban estrés en el material. Así, comenzó a utilizarse el acero, el cual era elegido por sus buenas propiedades mecánicas, pero se corroía rápidamente dentro del cuerpo causando efectos adversos al proceso curativo. Posteriormente se introdujeron aceros menos fuertes y aleaciones de cromo-cobalto en los años 1930s, el más grande éxito fue conseguido en fijación de fracturas con la primera articulación reemplazada en cirugía.

De esta manera, hoy en día la rápida y continua expansión de las prácticas medicinales ha llevado a que existan una gran cantidad de dispositivos médicos y productos de diagnóstico en el mercado y los avances en biomateriales se han ido produciendo paralelamente a los de la ciencia e ingeniería de materiales.

Indudablemente, el mayor impacto de los biomateriales ha sido en la medicina contemporánea y en el cuidado del paciente, en ambos casos, salvando o mejorando la calidad de vida de seres humanos y animales.

Mucha investigación se ha enfocado en el desarrollo de nuevos materiales, desde los años 60-70, los materiales comúnmente utilizados como sustitutos en el cuerpo humano son el acero y el polietileno; Desde entonces se han fijado objetivos para obtener nuevos materiales que tengan propiedades físicas, químicas y mecánicas muy similares al tejido sustituido y que indiquen que el nuevo material no se degrada ni reacciona dentro del cuerpo humano.

Posteriormente en la década de 1990, el término “biomateriales activos” surgieron para referirse a materiales con una composición o superficie similar a la de un sistema biológico, los ejemplos típicos son el fosfato de calcio, la hidroxiapatita y el biovidrio. Por lo tanto, otro paso está dirigido a obtener materiales que interactúen profundamente con los sistemas biológicos modificando los procesos biológicos, integrándose en el organismo llamados biomateriales, que se pueden definir como materiales utilizados en dispositivos médicos que se espera que interactúen con sistemas biológicos. Obviamente no cualquier material puede ser empleado como biomaterial. Para ello, debe tener una característica muy especial, ser biocompatible. (Park & J. D. Bronzino, 2004)

Las características de dichos materiales que pueden emplearse como un biomaterial deben cumplir inicialmente con ciertas propiedades físicas que son un parámetro esencial en el diseño de estos materiales, igualmente deben ser de procesamiento fácil y reproducible a gran escala, al costo más bajo posible. (Bonilla & Perilla, 2011)

Cabe mencionar que la biocompatibilidad es la habilidad de un material para ser aceptado por el cuerpo del paciente y que, además, no irrite a los tejidos circundantes, no provoque una respuesta inflamatoria, no produzca reacciones alérgicas y que no tenga efectos carcinogénicos, o sea, que no produzca cáncer. De entre los biomateriales más comunes se encuentran los de tipo metálico, polimérico, cerámico o compuestos.

## 1.1 Clasificación y características de los biomateriales

Los biomateriales cerámicos a primera vista podrían pensarse que su principal ventaja es su baja reactividad química por su carácter casi inerte, y que conduce a una buena biocompatibilidad. Pero no todas los biocerámicos son inertes y, de hecho, muchos materiales cerámicos que se utilizan en cirugía reconstructiva se degradan con el tiempo, pero en este caso, es un efecto deseado. Otra característica importante de estos cerámicos es su bajo peso debido a la baja densidad, y su similitud en cuanto a su composición química al compararlo con los tejidos óseos. La mayor desventaja de estos cerámicos cuando son empleados como biomateriales es su elevada fragilidad y asociado a estos sus pobres propiedades mecánicas: aunque pueden soportar grandes cargas en compresión, fallan cuando son cargadas en tracción o en flexión; pero son empleados donde la resistencia al desgaste es de vital importancia y se utilizan, generalmente, para reparar o reemplazar tejidos conectivos del esqueleto.

Los biocerámicos más empleados son las denominadas cerámicos inertes, entre las cuales se encuentran la Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), la Zirconia ( $\text{ZrO}_2$ ), Hidroxiapatita y Nitruro de Silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). Estos cuatro materiales tienen la característica de que presentan una alta resistencia a la compresión, una excelente resistencia al desgaste y una inercia química casi total. (Stupengo, 2011)

Por otra parte, los biomateriales metálicos, comprenden a todos los metales y aleaciones, básicamente como componentes estructurales que se emplean con la finalidad de reemplazar determinadas partes del cuerpo humano; los metales son más adecuados para aplicaciones de soporte de carga en comparación con los materiales cerámicos o poliméricos debido a su combinación de alta resistencia mecánica y tenacidad a la fractura. Son altamente utilizados por sus propiedades mecánicas y su resistencia a la corrosión en el organismo humano.

Cabe destacar que deben cubrir ciertos requisitos para su utilización en implantes pues deben ser tolerados por el organismo, es decir, ser biocompatibles, por lo que es muy importante que la cantidad de metal que se puedan liberar a los tejidos vivos sea muy baja, otro requisito también imprescindible es que tengan una buena resistencia a la corrosión. De entre los metales comúnmente empleados se encuentran el acero inoxidable, aleaciones base cobalto y aleaciones base titanio.

Así mismo, los biomateriales compuestos son materiales formado por dos materiales diferentes, combinados de modo tal que se puedan aprovechar las propiedades mecánicas y químicas ventajosas de cada uno de ellos. Los biomateriales compuestos más comúnmente empleados pueden ser de tipo metal-polímero, cerámico-metal, cerámico-cerámico, sin embargo, dentro de esta investigación se trabajará con el sistema cerámico-metal, haciendo uso de la hidroxiapatita y biovidrio como cerámicos con el objetivo de tener las ventajas que ofrecen estos materiales al ser reforzados con algún metal, en este caso titanio.

## 1.2 Hidroxiapatita como biomaterial

En ese sentido los tejidos óseos están compuestos principalmente de hidroxiapatita, por lo que en la presente investigación se pretende fabricar un compuesto base hidroxiapatita a partir de la cascara de huevo  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  la cual se presenta como una buena opción para ser utilizada como biomaterial, pues es el mayor componente inorgánico del hueso mineral y se considera el material más atractivo para implantes óseos, debido a su similitud tanto en composición como en características biológicas con el hueso natural. Este material se ha usado para varias aplicaciones biomédicas, entre ellas el recubrimiento de implantes por su excelente bioactividad. (Sequeda, Milciades Díaz, Gómez, Gutiérrez, & Perdomo, 2012)

La biocompatibilidad de la Hidroxiapatita ha sido sugerida no solamente por su composición sino también por los resultados obtenidos en su implantación, los cuales han demostrado la

ausencia de toxicidad, es decir, no provocan inflamación o respuesta a los cuerpos extraños. (Nieto, Medellín Castillo, & F. de Lange, 2013)

La Hidroxiapatita está presente en dientes y huesos confiriéndoles su dureza característica. En los huesos está siempre acompañada de estructuras orgánicas como, también se pueden encontrar en exoesqueletos como el de la estrella de mar, en los corales marinos, en los esqueletos de los vertebrados, en especies de bovinos y porcinos. (García-Garduño & Reyes-Gasga, 2006)

Sin embargo, la hidroxiapatita como tal, es un cerámico que presenta características de elevada fragilidad y baja resistencia mecánica, por lo cual es importante reforzar este material con otro que mejore sus propiedades mecánicas sin alterar la resistencia química que presente el compuesto. De entre los materiales de refuerzo que comúnmente se emplean para fabricar cermets (que son materiales compuestos formados por cerámicos y metales) están el titanio, la plata, y el acero inoxidable, entre otros; para efectos de la presente investigación se trabajara con titanio, el cual es un material que tiene gran impacto ya que combina la propiedad de ser compatible y absorbible por el cuerpo humano. (Trinidad, y otros, 2013)

### 1.3 Biovidrio como biomaterial

Por otro lado, cuando se habla de materiales cerámicos uno a considerar para implantes es el biovidrio, este se empezó a popularizar como sustituto óseo a principio de los 90's. El biovidrio ha demostrado ser un biomaterial funcional debido a su capacidad de integración ósea. Los estudios realizados por diversos autores han demostrado que se puede insertar en las zonas de daño óseo a gran escala para ayudar en la reparación y proporcionar un buen soporte estructural por la fuerte unión al hueso, además posee alta solubilidad en medios fisiológicos, que forma una fase más continua, en la cual incluye cationes en la estructura de la sílice. (Gonzales, 2012)

Este biovidrio tiene buenas propiedades mecánicas, que son importantes para soportar las demandas de los procedimientos quirúrgicos dentales, y se ha reportado el desarrollo de un mayor porcentaje de tejido óseo interfacial. Además, el vidrio bioactivo se ha utilizado en diversas aplicaciones, tales como implantes osiculares para aliviar la pérdida de audición conductiva, en forma de partículas, para aumentar el proceso de reparación natural en pacientes con enfermedad periodontal y en prótesis de rodillas la cual dio una unión muy resistente entre el hueso y el implante. (Yazdanpanah, Bahrololoom, & Hashemi, 2015)

Los vidrios bioactivos, se caracterizan por un índice de bioactividad más alto en comparación con la HPa, además de que pueden unirse con mayor rapidez al hueso. En especial se ha encontrado que los vidrios bioactivos sintetizados por el método de sol-gel muestran unas propiedades osteoconductoras elevadas y una degradabilidad significativa. También se ha informado que la HPa reforzada con biovidrio muestra una mayor actividad biológica con respecto a la HPa comercial (Ravarian, y otros, 2010). Esto ocurre porque los vidrios a base de silicatos liberan concentraciones críticas de iones (como Si, P o Ca), que son capaces de estimular la formación de hueso y jugar un papel importante tanto en la angiogénesis (que es la formación de vasos sanguíneos nuevos), o como en la osteoconducción (referente a la formación del hueso en la superficie). La mejora en las propiedades mecánicas de HPa asociada con la adición de biovidrio también está documentada por varios autores. (Goller, Demirkıran, Oktar, & Demirkesen, 2003)

#### 1.4 Titanio como biomaterial

El titanio es un elemento químico de símbolo Ti y número atómico 22. Se trata de un metal de transición de color gris plata. Su baja densidad, 4.7 g/cm<sup>3</sup> comparada con 7,9 del acero inoxidable AISI 316, 8.3 de la aleación CoCrMo y 9.2 de la CoNiCrMo, empleadas tradicionalmente como materiales en los implantes, junto a sus buenas propiedades mecánicas y su excelente resistencia a la corrosión, hacen del titanio un biomaterial de sumo interés para su aplicación en implantes quirúrgicos.

Es un metal excepcionalmente ligero, la resistencia a la fractura del titanio es mayor que la de los biomateriales cerámicos como la hidroxiapatita, ofrece propiedades altamente atractivas para su aplicación en el campo biomédico, entre las que cabe destacar su valor de módulo elástico. Otra característica que se ha demostrado es que las aleaciones de titanio tienen velocidades de corrosión controlables en medios fisiológicos. Además de ser un material que tiene gran impacto ya que combina la propiedad de ser compatible y absorbible por el cuerpo humano. Por lo cual es uno de los principales biomateriales metálicos en ser utilizados para la creación de los cermetos. (Chen & Thouas, 2015)

### 1.5 Procesamiento del biomaterial (Metalurgia de polvos)

Para realizar el compuesto de hidroxiapatita, biovidrio y titanio se hace uso de la pulvimetalurgia, la cual es un proceso de fabricación cuya finalidad es producir piezas compactando polvos metálicos, cerámicos o sus combinaciones. Normalmente confiere las propiedades físicas y mecánicas deseadas a la pieza compactada.

Consiste en compactar o modelar la mezcla y calentarla, con el objetivo de mejorar la unión de los elementos de la mezcla estructural interna, la característica específica del proceso es que la temperatura permanece por debajo de la temperatura de fusión del elemento constituyente principal. El resultado es un producto con forma deseada, buen acabado superficial, controlando la composición química y las propiedades mecánicas.

La pulvimetalurgia o metalurgia de polvos puede dividirse en tres etapas principales:

1. La obtención de polvos y también la mezcla en diferentes dosificaciones de estos se realiza principalmente en un molino de bolas, este método es el más empleado debido a su bajo costo.
2. La compactación se realiza en frío con una prensa uniaxial manual, es decir, solo existe el movimiento relativo. La práctica extensiva de la compactación

unidireccional se debe a su capacidad de generar de forma rápida y fácilmente automatizable, compactos con tolerancias muy ajustadas y características controladas.

3. El sinterizado consiste en calentar la masa de polvo a temperatura inferior a su punto de fusión aproximadamente entre el 80 – 90%, durante el tiempo suficiente para que los compuestos resultantes adquieran resistencia mecánica (Machado Rodríguez, y otros, 2017)

Una vez conociendo dichos parámetro o variables importantes se debe buscar un material que asemeje más las propiedades a las del sistema óseo, ya que si las variables son en gran proporción más elevadas a las de los huesos, este soportara toda la carga, haciendo que los huesos que se encuentran a sus alrededores que soportan menos carga puedan sufrir algún tipo de daño como lo es la Atrofia, es decir, perdida de minerales, por eso es deseable tener un implante con propiedades los más semejantes a las de los huesos.

## 2 Desarrollo del proyecto

El desarrollo de este proyecto se realizó en 3 diferentes etapas para la fabricación de compuestos de HPa-BG-Ti por la técnica de metalurgia de polvos, las cuales se indican a continuación:

### 2.1 Fabricación de los compuestos mediante metalurgia de polvos

#### 2.1.1 Mezcla y molienda.

Para la fabricación del compuesto se empieza con la etapa de mezcla-molienda, se pesaron polvos de hidroxiapatita, biovidrio y titanio. Estas mezclas se pesaron para las diferentes concentraciones de titanio (0.5, 1, 2 y 3%), se consideró el biovidrio constante con un peso del 3% y el restante del material fue de hidroxiapatita acorde a la tabla 1, de forma tal que para el desarrollo de este proyecto se realizaron 4 moliendas diferentes, para pesar las diferentes mezclas se empleó una balanza de la marca Ohaus Adventure (figura 2).

**Tabla 1.** Composición de los polvos para la fabricación de pastillas, para los diferentes porcentajes de Titanio (Ti)

Composición	Titanio (gr)	Biovidrio	Hidroxiapatita (gr)
0.5%	0.045	0.27	8.685
1%	0.09	0.27	8.64
2%	0.18	0.27	8.55
3%	0.27	0.27	8.46

El polvo se introduce en un contenedor de alúmina y se agregan elementos de zirconia en una proporción de 1:15. El contenedor se coloca en el molino de rodillos por 1 hora a 200rpm para homogeneizar la mezcla de los polvos. La Figura 1 ejemplifica el proceso de molienda.



**Fig. 1.** Proceso de molienda de los polvos en sus distintas composiciones, con elementos de zirconia.

Una vez terminada la molienda, con ayuda de un cepillo, se retira el polvo del molino y de los elementos de zirconia, como se muestra en la Figura 2, para aprovechar al máximo la cantidad de polvo que se pueda sustraer del contenedor.



**Fig. 2.** Extracción de polvos del molino y de los elementos de molienda.

### 2.1.2 Fabricación de las probetas

El proceso de fabricación de las probetas lleva una planeación de antemano para considerar cuantas probetas se realizaran y en que ensayos o mediciones se utilizaran para estimar cuáles serán sus dimensiones, para realizar las pruebas requeridas será necesario obtener 8 pastillas fabricadas con un dado cilíndrico de 20 mm de diámetro, utilizando 1.5 g del polvo compuesto, 16 pastillas con un dado de 10 mm de diámetro, utilizando 1.25g y 8 pastillas con un dado de 10 mm de diámetro, utilizando 0.25g del polvo compuesto. Todas las pastillas

fueron compactadas con una carga de 150 MPa. Cabe señalar que es necesario obtener estas probetas para cada composición (0.5, 1, 2 y 3%wt Ti).

El procedimiento es sencillo, inicialmente se pesa el polvo homogeneizado de cada composición que será utilizado para obtener las pastillas (0.25g o 1.25g).

Con ayuda de una prensa hidráulica se aplica presión, el sistema es manual, (hidráulico) se comprime hasta obtener una presión de 150MPa, manteniendo esta presión por un tiempo estimado de 10 segundos, después se libera la presión y se modifica la posición del dado colocándolo en posición de evacuación (el embolo del dado se pone en posición contraria), posteriormente se coloca en la prensa hidráulica nuevamente, y se aplica una presión leve hasta que la pastilla es liberada del dado con ayuda del pistón.

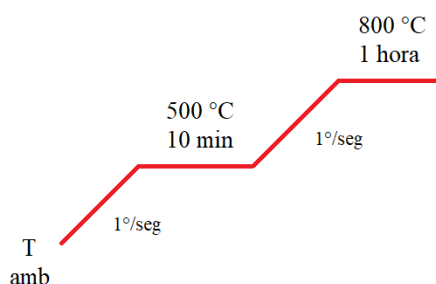
Es importante limpiar el dado y el embolo cada vez que se termina de fabricar cada pastilla para evitar una acumulación de material adherido que pueda provocar el estancamiento del pistón dentro del dado metálico.

### 2.1.3 Sinterizado

Se utiliza una mufla eléctrica, se colocan las pastillas ordenadas dentro del horno, como se muestra en la figura 3 manteniéndolas identificadas. Se hace un rampeo, llegando a los 500°C se mantienen por 10 min, después se eleva la temperatura a 800°C y se mantiene durante una hora, dejando que enfríen dentro del horno.



**Fig. 3.** Ordenamiento de pastillas dentro del horno.



**Fig. 4.** Rampa de sinterizado para 800 °C.

Inicialmente se deben de identificar las pastillas y medir las dimensiones de cada una, por medio de un vernier. Posteriormente del sinterizado se miden las pastillas nuevamente para estudiar el efecto de la contracción o expansión de estas.

## 2.2 Caracterización física

### 2.2.1 Contracción de las probetas

Inicialmente se deben de identificar las pastillas de 0.25 gramos y medir las dimensiones de cada una, por medio de un vernier.

Posteriormente del sinterizado se miden las pastillas nuevamente para estudiar el efecto de la contracción o expansión de estas, para determinar si existe algún cambio volumétrico.

### 2.2.2 Determinación de densidad y porosidad

Para la determinación de la densidad por el método de Arquímedes, las pastillas de 20mm de diámetro, son pesadas, después se introducen en una campana de vacío como la mostrada en la Figura 4, donde con ayuda de una bomba se sustrae el aire que hay dentro de sus poros. Subsiguientemente se pesan las pastillas sumergidas en agua, finalmente, se toma el peso de las pastillas cuando están húmedas y se hacen los cálculos necesarios para llevar a cabo el análisis, utilizando las siguientes ecuaciones:

Para la evaluación de densidad y porosidad por el método de Arquímedes se emplearon las siguientes ecuaciones 1, 2 y 3:

$$\rho = \frac{W_s * \rho_{H_2O}}{W_c - W_i} \quad (1)$$

$$\rho_{ap} = \frac{W_s * \rho_{H_2O}}{W_s - W_i} \quad (2)$$

$$P_a = \left( \frac{W_c - W_s}{W_c - W_i} \right) * 100 \quad (3)$$

Donde:

$W_s$  = Peso en seco

$W_c$  = Peso muestra saturado en agua

$W_i$  = Peso de muestra sumergido en agua

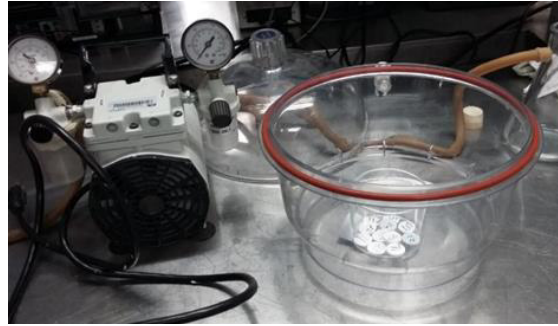
$\rho$  = Densidad total

$\rho_{H_2O}$  = Densidad del agua

$\rho_{ap}$  = Densidad aparente

$P_a$  = Porosidad abierta

$\rho_{H_2O} = 1.0017 - 0.0002315 (^\circ C)$



**Fig. 5.** Campana de vacío y bomba, con estas se obtienen pastillas sin aire entre poros.



**Fig. 6.** Pesaje de las pastillas inmersas en agua con ayuda de una balanza analítica de densidades

## 2.3 Caracterización mecánica

### 2.3.1 Medición de dureza Vickers

Para el efecto de la medición de la dureza, se utiliza un micro durómetro Vickers con penetrador de diamante, y una precarga de 100gf. La Figura 8 muestra el equipo utilizado.

Para esta medición es indispensable que las pastillas a trabajar (pastillas de 20mm de diámetro) tengan sus caras planas, las cuales se obtienen mediante una ceramografía que consiste en desbastarla con lijas para obtener esas caras planas, de lo contrario se pueden provocar anomalías en los resultados de las mediciones de las durezas, ya que el esfuerzo

aplicado sería distinto por los vectores que se involucran. Además, el uso de tinta también es indispensable para poder tener un contraste que permita observar con mayor detalle las indentaciones.

Se toman 10 mediciones con el fin de obtener un promedio con los resultados obtenidos.



**Fig. 7.** Microdurómetro Vickers, MICROMET 2003, BUEHLER

### 2.3.2 Pruebas de compresión

Con una máquina de ensayos universal, se realiza el ensayo, sometiendo las pastillas fabricadas con 1.25g a una carga en compresión.

Primeramente, se desbastan las caras ligeramente con lijas de agua para que las probetas estén coplanares y el ensayo sea correcto, además, se mide el diámetro y su altura inicial con un vernier, estos valores son necesarios para llevar a cabo las representaciones graficas esfuerzo vs deformación.

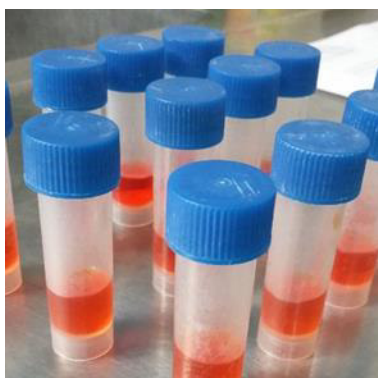
Al tener identificadas las probetas con sus respectivas dimensiones se colocan las dos mordazas con caras planas, la velocidad aplicada en el ensayo es de .05 pulgadas/minuto.

## 2.4 Caracterización química

### 2.4.1 Pruebas de desgaste

La experimentación de pérdida de peso se lleva a cabo en las pastillas fabricadas con 0.25g.

Se preparan viales esterilizados y etiquetados (figura 7), donde se ponen las pastillas en contacto con una solución Hanks que simula el comportamiento de un fluido biológico.



**Fig 8** Preparación e identificación de viales con sus respectivas pastillas para las pruebas de pérdida de peso y cambio en pH

Inicialmente, se lleva a cabo la medición del pH que posee la solución Hanks con ayuda de un peachimetro, en los viales se colocan las pastillas y la solución que permanecerán por 16 días en una incubadora. La incubadora mantendrá una temperatura de 37°C y una agitación constante de 2 Hz, para simular las condiciones de un cuerpo humano. En el transcurso de los 16 días, se debe revisar los parámetros como son la temperatura, cantidad de agua y que la agitación se mantenga.

Al finalizar este proceso se secan las pastillas al aire para tomar su peso final al término de la experimentación con la finalidad de observar la pérdida o ganancia en peso, además, se

utiliza la solución Hanks de cada vial para determinar el cambio que hubo en el pH y de esta forma saber que tan compatible es cada material compuesto.

## 2.5 Microscopia eléctrica de barrido (MEB)

El análisis en MEB se lleva a cabo en las pastillas antes y después de ser expuestas a la solución Hanks, después de analizar su comportamiento al aplicar los ensayos de pérdida de peso y cambio en pH, ya que son los factores en los que se puede basar el compuesto en contacto con un simulador de las sustancias del cuerpo humano.

### 3 Resultados

En este apartado se muestran los resultados obtenidos relacionados con la caracterización física, mecánica, micro-estructural y de pérdida de peso, de todos los compuestos de estudio. Para determinar el comportamiento de los compuestos con diferentes concentraciones de titanio:

#### 3.1 Caracterización física.

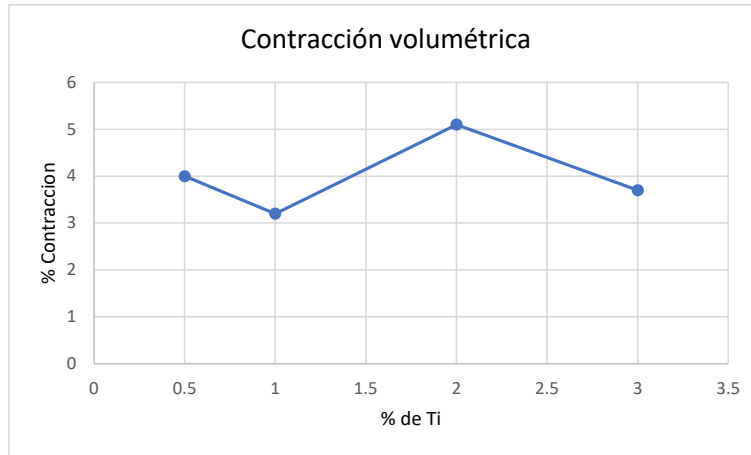
##### 3.1.1 Contracción de las probetas.

La contracción se llega a dar después del sinterizado ya que en este proceso se proporciona una gran cohesión de los polvos, creando enlaces fuertes entre las partículas, que acaban uniéndose en un solo bloque.

Para poder determinar si existe algún cambio volumétrico se realizó la medición con un vernier, se hizo uso de las pastillas de 0.25 gramos, se tomaron valores de todas las pastillas antes y después del sinterizado, los resultados se registraron en la tabla 2 y en la figura 9.

**Tabla 2.** Dimensiones de las probetas antes y después del sinterizado, de los compuestos Hpa-BG-Ti con 1, 2 y 3% en %wt de titanio.

Composición en % de Ti	0.5	1	2	3
<b>D Antes de Sinterizado (mm)</b>	20.43	20.45	20.39	20.40
<b>D Después de Sinterizado (mm)</b>	20.18	20.20	20.18	20.18
<b>Dif. D (mm)</b>	0.25	0.25	0.21	0.22
<b>H Antes de Sinterizado (mm)</b>	2.50	2.52	2.54	2.54
<b>H Después de Sinterizado (mm)</b>	2.46	2.50	2.46	2.50
<b>Dif. H (mm)</b>	0.04	0.02	0.08	0.04
<b>% Contracción volumétrica</b>	4	3.2	5.1	3.7



**Fig. 9.** Representación gráfica de los valores obtenidos en la experimentación térmica del sinterizado, donde se muestra el resultado del porcentaje de contracción volumétrica para las probetas de 0.25 gramos.

### 3.1.2 Densidad por método de Arquímedes

La determinación de la densidad de sólidos por el principio de Arquímedes consiste en determinar el empuje (E), el cual se halla en la ecuación 1, por lo cual es necesario calcular el peso seco (Ws), el peso saturado de agua (Wc) y el peso sumergido en agua (Wi).

Para determinar la densidad y porosidad abierta es necesario identificar los pesos de las probetas en diferentes condiciones para después aplicar las siguientes ecuaciones. (Ecuaciones 1-6)

$$\rho = \frac{W_s * \rho_{H_2O}}{W_c - W_i} \quad (1)$$

$$\rho_{ap} = \frac{W_s * \rho_{H_2O}}{W_s - W_i} \quad (2)$$

$$\rho_t = \frac{\%HPa}{100} (\rho_{HPa}) + \frac{\%Ti}{100} (\rho_{Ti}) + \frac{\%BG}{100} (\rho_{BG}) \quad (3)$$

$$\% \rho_t = \frac{\rho_{ap}}{\rho_t} * 100 \quad (4)$$

$$P_a = \left( \frac{W_c - W_s}{W_c - W_i} \right) * 100 \quad (5)$$

$$\rho_c = \frac{\frac{1}{\rho} - \frac{1}{\rho_t}}{\frac{1}{\rho}} * 100 \quad (6)$$

**Terminología:**

$W_s$  = Peso en seco

$W_c$  = Peso saturado en agua

$W_i$  = Peso sumergido en agua

$\rho$  = Densidad total

$\rho_{ap}$  = Densidad aparente

$\rho_t$  = Densidad teórica

$P_a$  = Porosidad abierta

$P_c$  = Porosidad cerrada

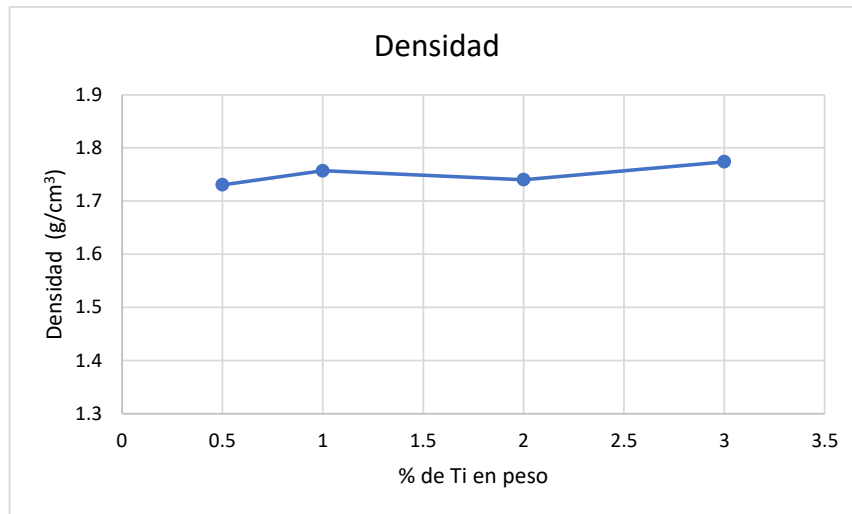
En adición se necesitarán los valores establecidos teóricamente del agua, la hidroxiapatita, y titanio que son: 0.99707 g/cm<sup>3</sup>, 3.06893 g/cm<sup>3</sup> y 4.54 g/cm<sup>3</sup> respectivamente.

Llevando a cabo los cálculos correspondientes utilizando las ecuaciones de la 1 a la 6 se obtuvieron los datos mostrados en la Tabla 3.

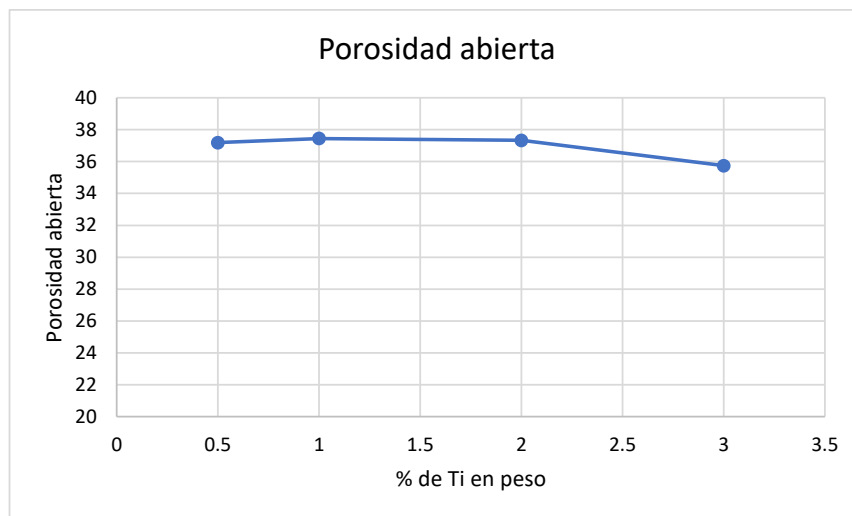
**Tabla 3.** Densidad, porosidad aparente, porosidad teórica y porosidad abierta de las probetas 0.5, 1, 2 y 3% en peso de Ti.

Composición en % de Ti	$\rho$	$\rho_{ap}$	$\rho_t$	$P_a$
0.5	1.7306	2.7551	3.0445	37.1845
1	1.7571	2.8091	3.0519	37.4501
2	1.7401	2.7767	3.0665	37.3315
3	1.7740	2.7608	3.0813	35.7424

Con los valores obtenidos en la tabla 3 se realizaron las gráficas de las figuras 10 y 11.



**Fig. 10.** Representación gráfica de la densidad de las probetas con respecto a la cantidad de Ti 0.5, 1, 2 y 3 %.



**Fig. 11.** Representación gráfica de la porosidad abierta de las probetas con respecto a la cantidad de Ti 0.5, 1, 2 y 3 %.

## 3.2 Caracterización mecánica.

### 3.2.1 Ensayo de dureza Vickers.

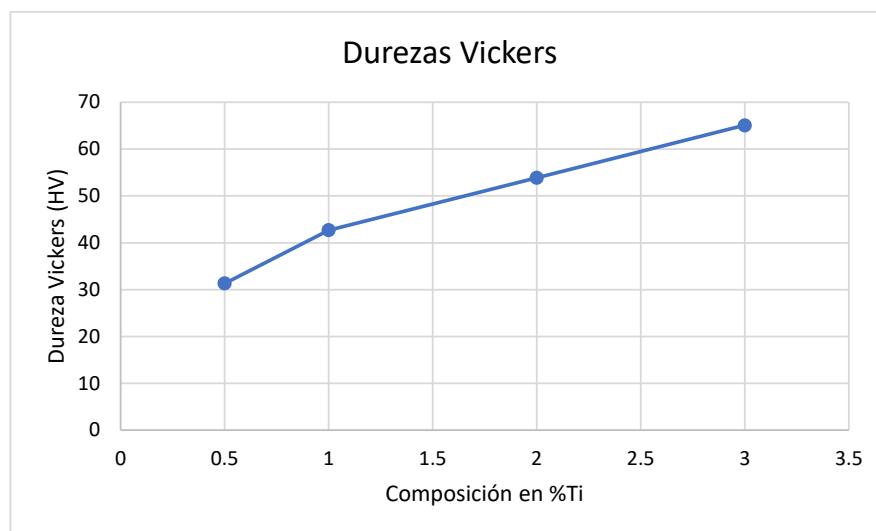
El ensayo de dureza Vickers, llamado el ensayo universal, es un método para medir la dureza de los materiales, es decir, la resistencia de un material al ser penetrado. Su penetrador es una pirámide de diamante con un ángulo base de 136°.

Para sustentar de una mejor forma los datos anteriores se presenta los datos de dureza tomado en la escala de Vickers con la finalidad de determinar la influencia del titanio, en este caso se realizó 10 indentaciones a las pastillas de 1.5 gramos para obtener una dureza promedio.

Al tomar las mediciones con un durómetro Vickers se obtienen los datos mostrados en la tabla 4, representados posteriormente en el gráfico de la figura 12.

**Tabla 4.** Pruebas de dureza a las pastillas con diferentes composiciones.

Composición en %Ti	0.5	1	2	3
Dureza (HV)	31.35	42.69	53.89	65.08



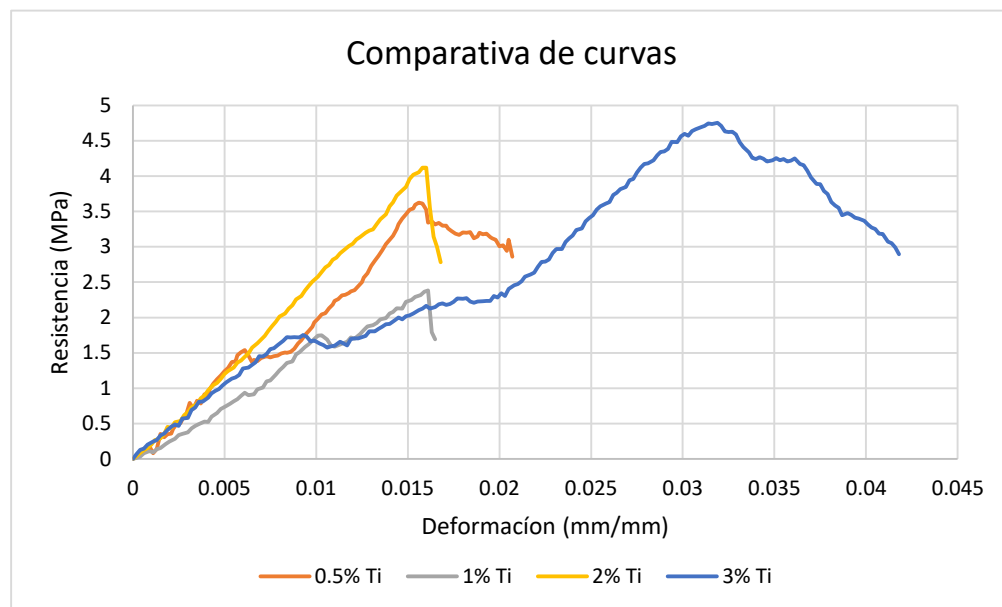
**Fig 12.** Representación gráfica de los resultados obtenidos después de aplicar pruebas de dureza utilizando una precarga de 100gf

### 3.2.2 Ensayo de compresión.

El ensayo de compresión es un ensayo de materiales utilizado para conocer su comportamiento ante fuerzas o cargas de compresión, aplicándose sobre todo en probetas de materiales que van a trabajar a compresión, como el hormigón o la fundición, en este caso considerando se para una prótesis ósea.

El ensayo se realiza sobre una probeta del material, normalmente de forma cilíndrica, en una máquina universal de ensayos, obteniéndose una curva de tensión aplicada frente a deformación longitudinal unitaria producida.

A continuación, se muestra la gráfica que representan los ensayos de compresión, utilizando una máquina de ensayos universales United. Para la prueba de compresión se hizo uso de las pastillas de 1.25 gramos, se ensayaron 4 pastillas por cada composición de titanio, se eligió la curva con mejor comportamiento haciendo una comparación entre todas mostrados en la figura 13, este ensayo permite determinar mediante el análisis de la curva esfuerzo-deformación que muestra es la que denota un mejor comportamiento mecánico.



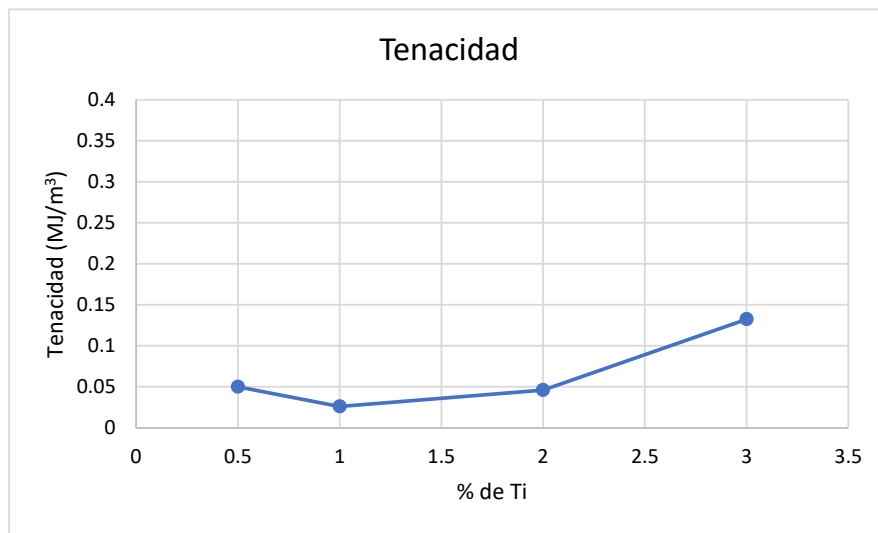
**Fig. 13.** Comparación de las curvas de esfuerzo deformación en compresión para cada composición de la mezcla Hidroxiapatita-Titanio-Biovidrio.

En la siguiente tabla se hace una comparación de las propiedades mecánicas; esfuerzo máximo, de fractura, módulo de Young, resiliencia y tenacidad de la fractura determinadas a partir de las curvas de compresión.

**Tabla 5.** Se observan los principales valores de las propiedades mecánicas de las muestras ensayadas en compresión.

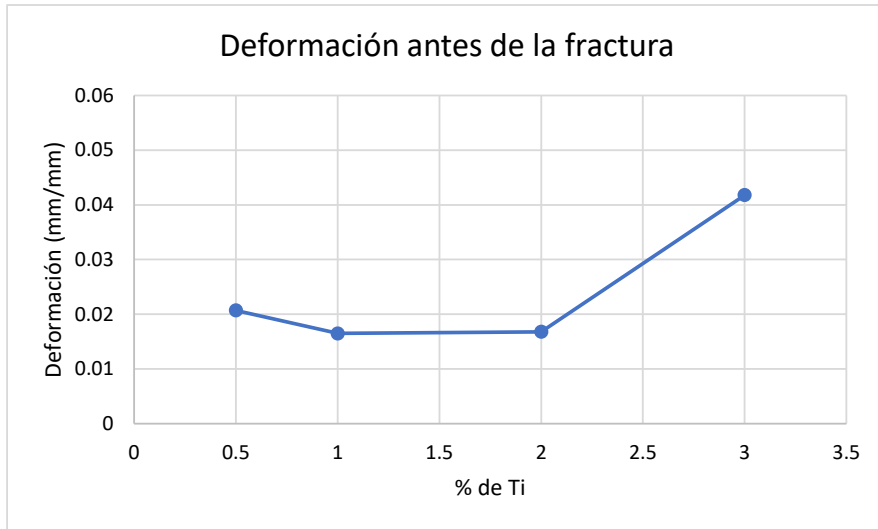
% Ti	$\sigma_{\max}$ (MPa)	$\sigma_f$ (MPa)	E (Mpa)	Resiliencia (MJ/m <sup>3</sup> )	Tenacidad a la fractura (MJ/m <sup>3</sup> )
0.5	3.6228	2.8593	212.51	0.04999	0.02711
1	2.3821	1.6937	169.93	0.02620	0.00881
2	4.1219	2.7822	262.92	0.04616	0.03295
3	4.7525	2.8937	202.5	0.13244	0.00723

La tenacidad es la energía de deformación total que es capaz de absorber o acumular un material antes de alcanzar la fractura, teniendo en cuenta lo que es la tenacidad se observa en la fig. 14.

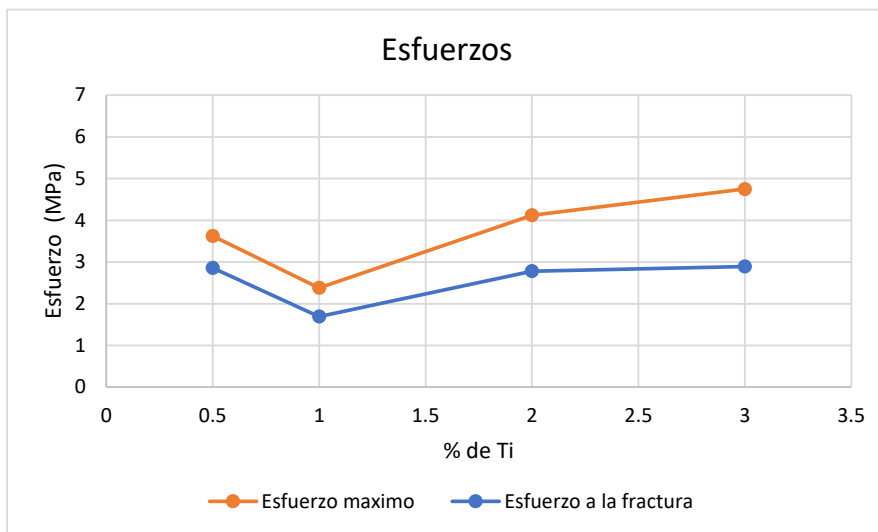


**Fig. 14.** Representación gráfica comparativa de tenacidad de HPa-Ti-BG a 0.5, 1, 2 y 3%

En la fig. 15, se determina la deformación total que presenta antes de la fractura.



**Fig. 15.** Representación gráfica comparativa de la deformación de fractura de HPa-Ti-BG a 0.5, 1, 2 y 3%



**Fig. 16.** Representación gráfica comparativa del esfuerzo máximo y esfuerzo de fractura de los compuestos de HPa-Ti-BG a 0.5, 1, 2 y 3%

En la figura 16 se observan los esfuerzos máximos y de fractura que se presentaron en los diferentes porcentajes de titanio,

### 3.3 Caracterización química.

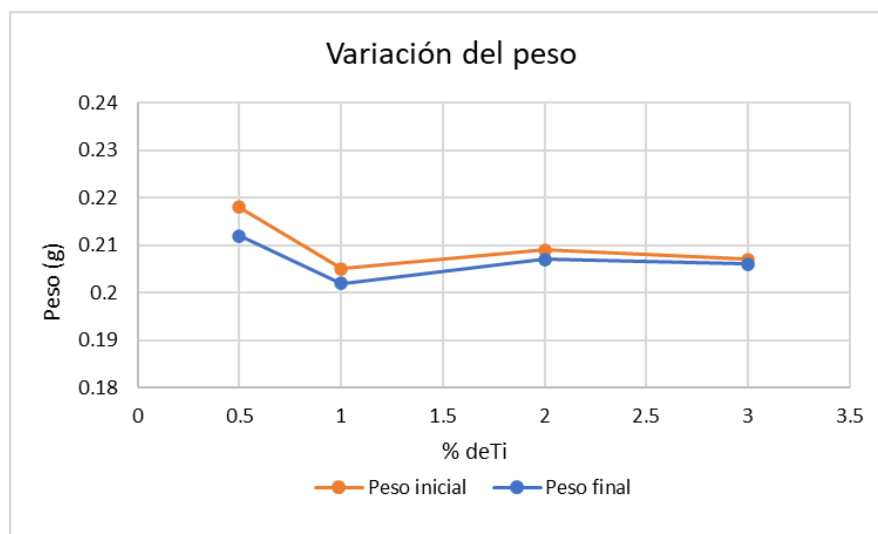
#### 3.3.1 Pérdida de peso.

Variación de peso en las pastillas expuestas en solución Hanks.

Con ayuda de instrumentos de medición, se toman los valores que demuestren el peso que se tiene antes de aplicar la prueba, exponiendo el material durante 16 días continuos, en solución Hanks, y al término de la prueba, es un valor de gran importancia debido a que se busca la obtención de un material que no sufra grandes cambios manteniéndose estable. La tabla 6, contiene los valores obtenidos al término de la experimentación.

**Tabla 6.** cambio en peso antes y después de ser expuestos en solución Hanks por 384 horas.

% Ti	Peso inicial (g)	Peso final (g)
0.5	0.218	0.212
1	0.205	0.202
2	0.209	0.207
3	0.207	0.206



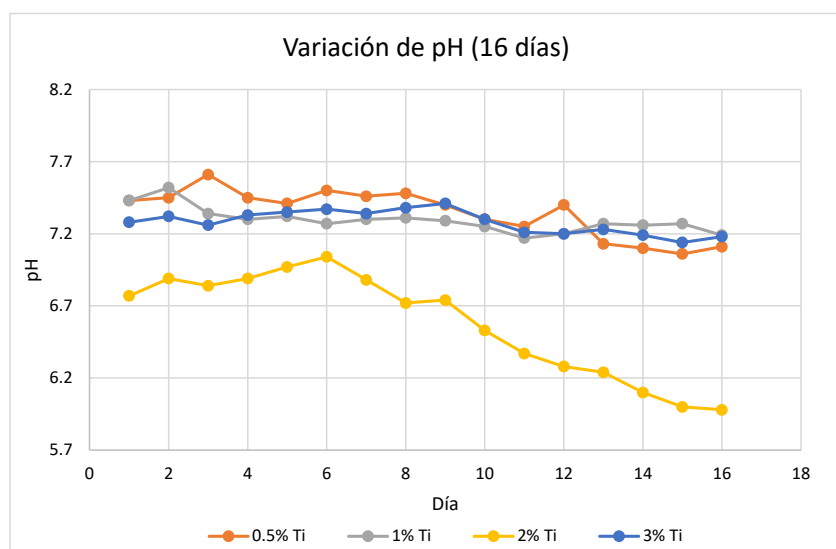
**Fig. 17.** Valores del peso obtenidos antes y después de exponer a SBS durante 384 horas.

### 3.3.2 Modificación del pH

El pH es una medida de acidez o alcalinidad de una disolución acuosa. El pH indica la concentración de iones de hidrógeno presentes en determinadas disoluciones. La sigla significa potencial de hidrógeno.

Esta es importante de considerar ya que con ella vamos viendo si llega a haber una reacción en nuestro material con la solución salina balanceada de Hank, que es un medio de cultivo estándar usado en la investigación biomédica para la conservación celular, la cual presenta un pH básico entre 7.2 y 8.0.

Como se indica en la metodología, se realizó la prueba de degradación, la cual consistió en ir tomando la variación del pH con el potenciómetro tipo OAKTON pH 700 cada 24 horas por 16 días y registrándolo en las pastillas más pequeñas de 0.25 gramos colocadas en solución Hank.



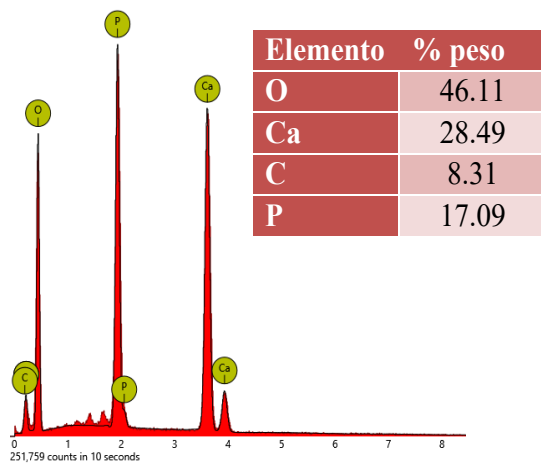
**Fig. 18.** La grafica representa los valores obtenidos al exponer las probetas por 384 horas en solución Hanks

### 3.4 Caracterización en Microscopia de barrido electrónico

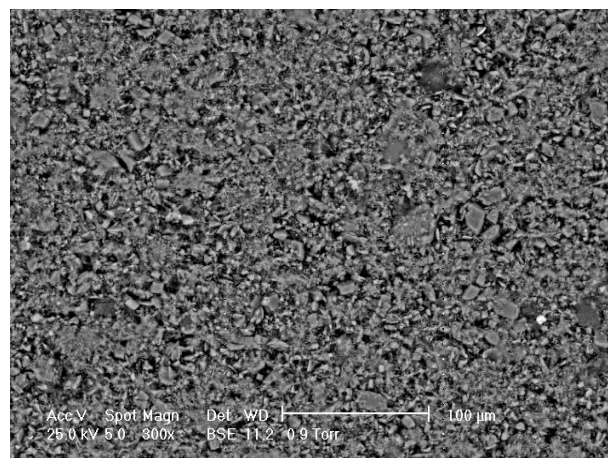
Un microscopio electrónico de barrido crea una imagen ampliada de la superficie de un objeto, en este caso esto sirve para determinar el cambio en la superficie de las pastillas antes y después de la prueba de degradación en solución Hank mediante un microscopio electrónico de barrido con un aumento de 300x.

Se realizó MEB para las probetas después de exponerse a solución Hanks, donde se podrá observar a mayor detalle la micro estructura y composición de estos materiales. En adición, las probetas antes de exponerse a solución Hanks se muestran aquí para hacer una comparativa de los comportamientos micro estructurales.

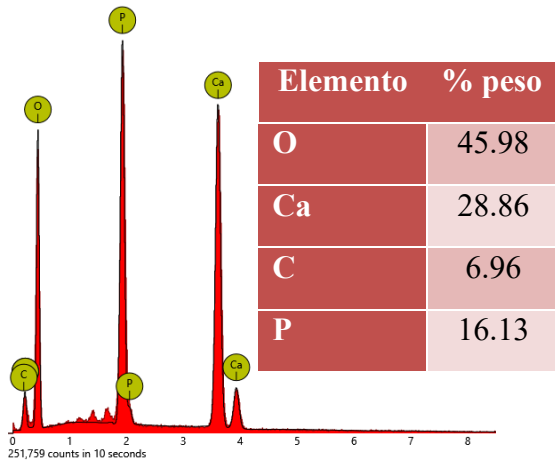
Las imágenes de las figuras (19-26) corresponden a las microestructuras y los eds de las diferentes composiciones.



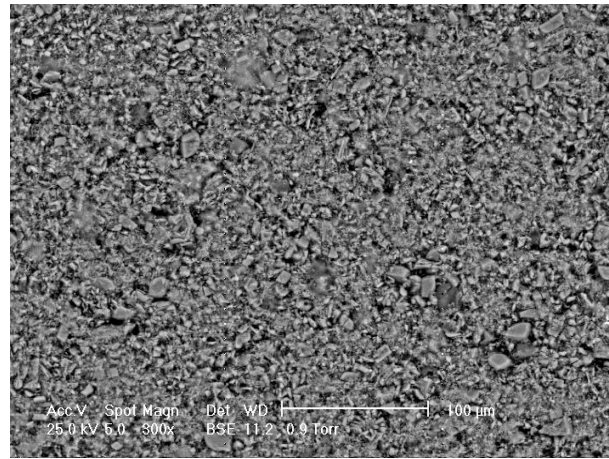
**Fig. 19.-** EDS obtenido por MEB del material HPa-Ti-BG con 0.5% en peso de



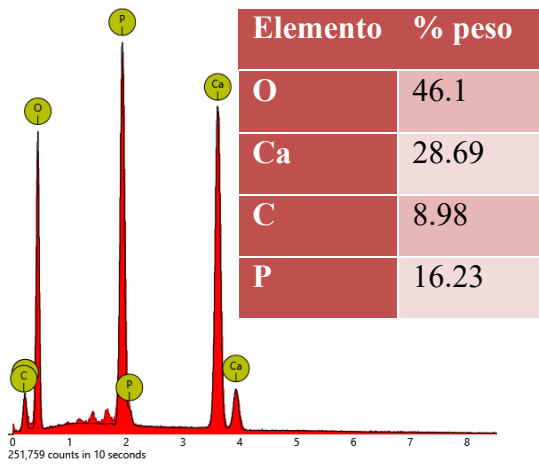
**Fig. 20.-** MEB a 300x HPa-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti



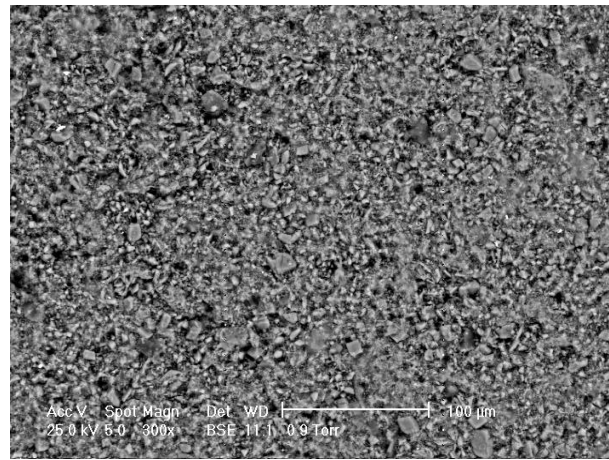
**Fig. 21.-** EDS obtenido por MEB del material HPA-Ti-BG con 1% en peso de Ti.



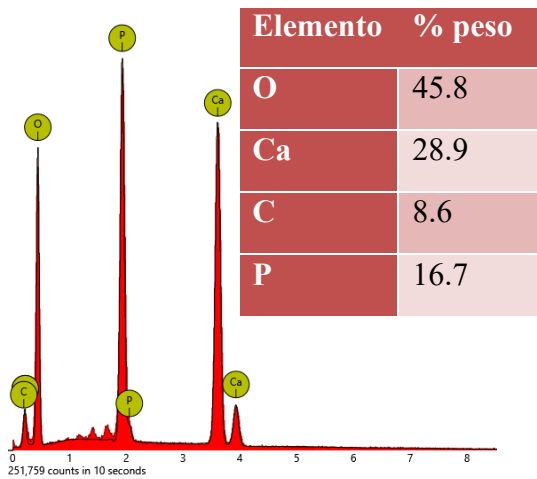
**Fig. 22.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 1% en peso de Ti



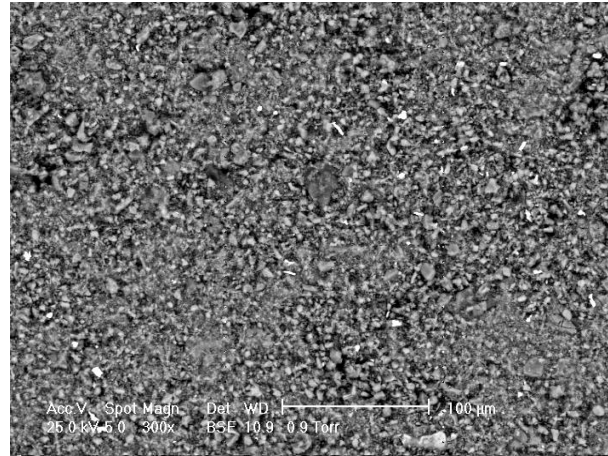
**Fig. 23.-** EDS obtenido por MEB del material HPA-Ti-BG con 2% en peso de Ti.



**Fig. 24.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 2% en peso de Ti

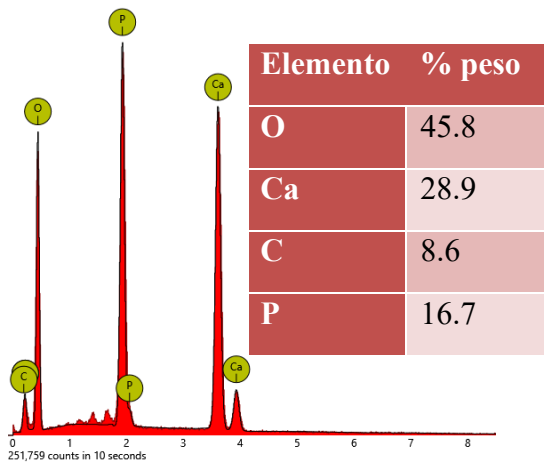


**Fig. 25.-** EDS obtenido por MEB del material HPA-Ti-BG con 3% en peso de Ti.

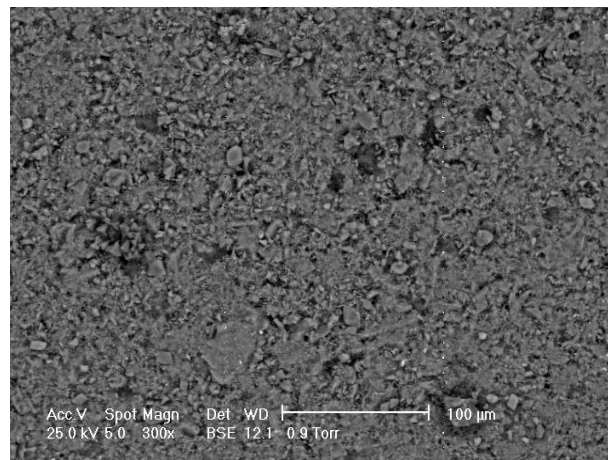


**Fig. 26.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 3% en peso de Ti

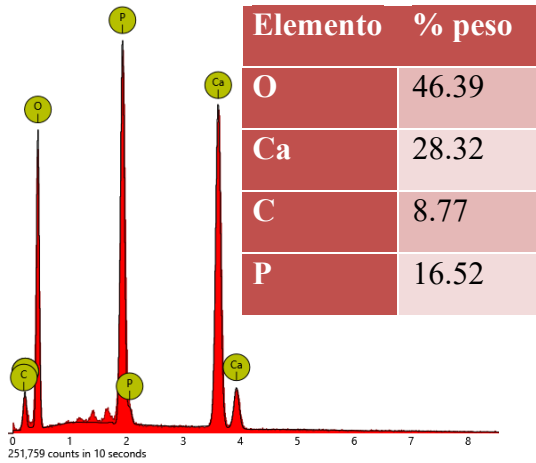
Las imágenes de las figuras (27-34) corresponden a las microestructuras y los eds de las diferentes composiciones después de haber sido expuestas a la solución Hanks



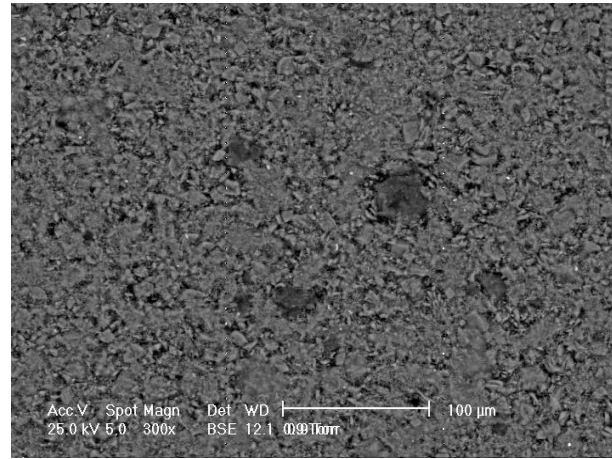
**Fig. 27.-** EDS obtenido por MEB del compuesto HPA-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



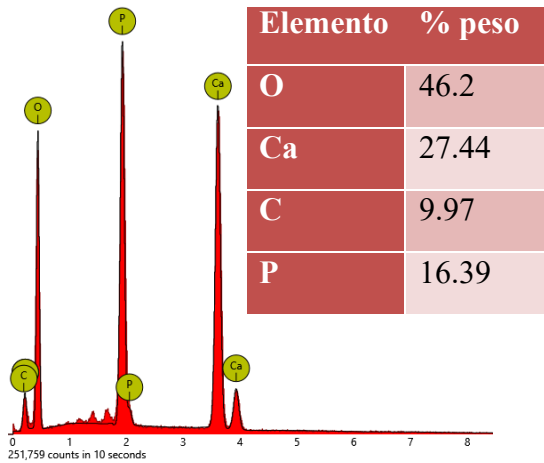
**Fig. 28.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



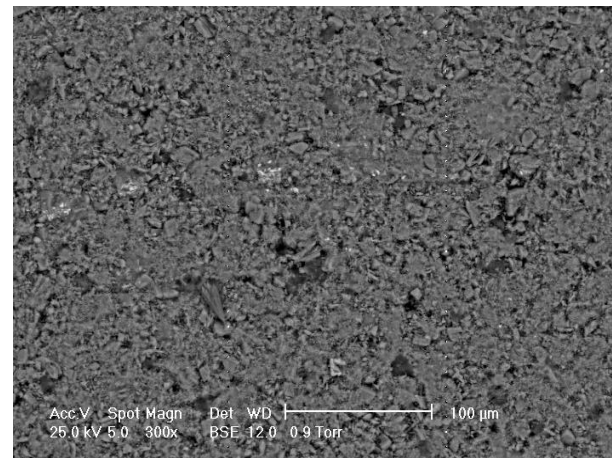
**Fig. 29.-** EDS obtenido por MEB del compuesto HPA-Ti-BG con 1% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



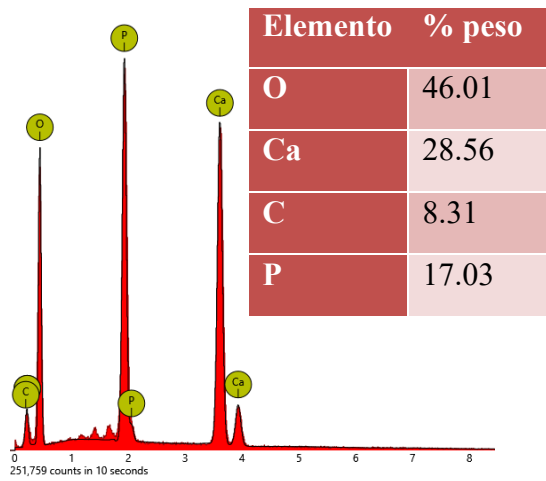
**Fig. 30.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 1% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



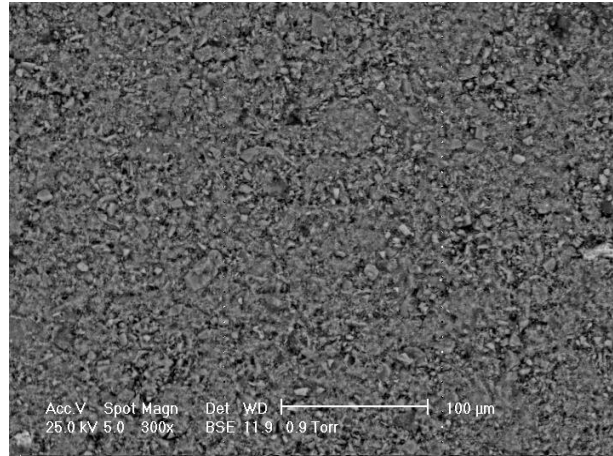
**Fig. 31.-** EDS obtenido por MEB del compuesto HPA-Ti-BG con 2% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



**Fig. 32.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 2% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



**Fig. 33.-** EDS obtenido por MEB del compuesto HPa-Ti-BG con 3% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



**Fig. 34.-** MEB a 300x HPa-Ti-BG con 3% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

## 4 Análisis y discusión de resultados

En este apartado se volvieron a colocar las imágenes y tablas con su correspondiente identificación, con el fin de facilitar el análisis y discusión de resultados al agrupar la información.

Para determinar el comportamiento de los compuestos con diferentes concentraciones de titanio se realizaron varias pruebas cuya evaluación se muestra a continuación:

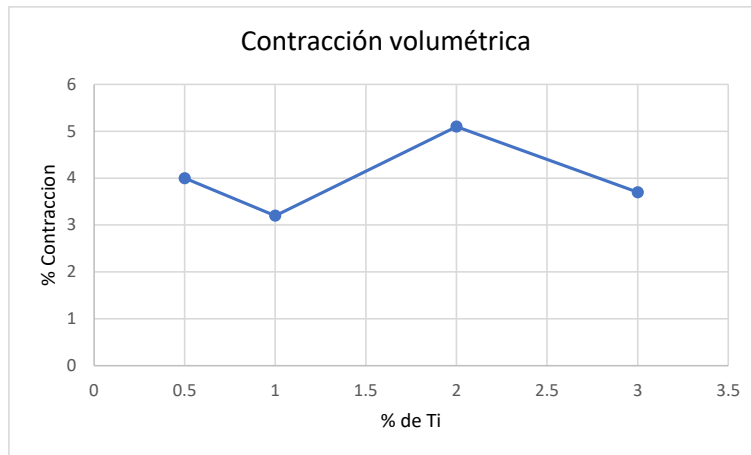
### 4.1 Caracterización física.

#### 4.1.1 Contracción de las probetas.

El comportamiento que se lleva a cabo al exponer materia a una temperatura específica puede sugerir a primera instancia que existirá un cambio en sus dimensiones, provocándose una contracción, por lo que es importante medir sus dimensiones antes y después de llevar a cabo el sinterizado. Resultados mostrados en Tabla 2 y figura 9.

**Tabla 2.** Dimensiones de las probetas antes y después del sinterizado, de los compuestos Hpa-Ti-BV con 1, 2 y 3% en %wt de titanio.

<b>Composición en % de Ti</b>	<b>0.5</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
<b>D Antes de Sinterizado (mm)</b>	20.43	20.45	20.39	20.40
<b>D Después de Sinterizado (mm)</b>	20.18	20.20	20.18	20.18
<b>Dif. D (mm)</b>	0.25	0.25	0.21	0.22
<b>H Antes de Sinterizado (mm)</b>	2.50	2.52	2.54	2.54
<b>H Después de Sinterizado (mm)</b>	2.46	2.50	2.46	2.50
<b>Dif. H (mm)</b>	0.04	0.02	0.08	0.04
<b>% Contracción volumétrica</b>	4	3.2	5.1	3.7

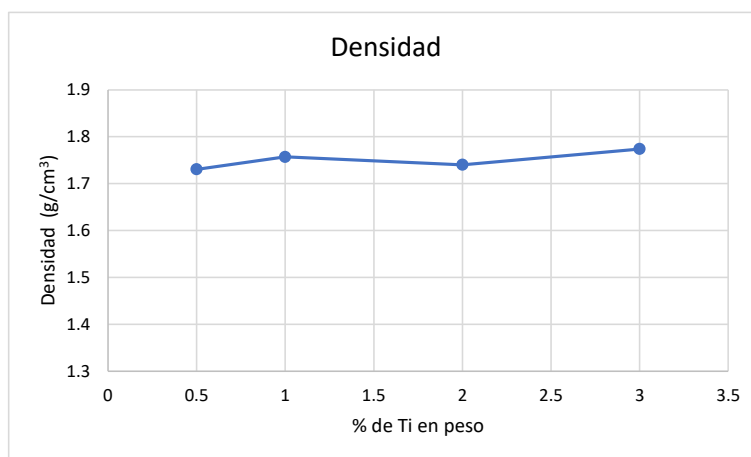


**Fig. 9.** Representación gráfica de los valores obtenidos en la experimentación térmica del sinterizado, donde se muestra el resultado del porcentaje de contracción volumétrica para las probetas de 0.25 gramos.

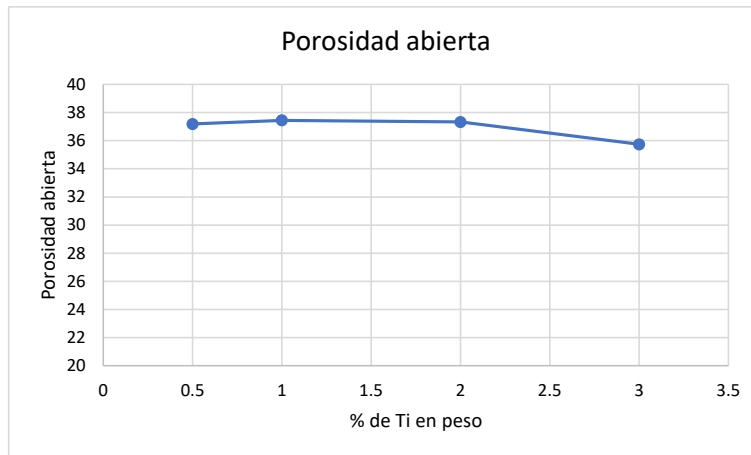
En la figura 9 se observa que la composición de 2% de titanio fue la que presentó una mayor contracción al ser sinterizada, aunque se podrían considerar todas las contracciones casi imperceptibles. El cambio en las dimensiones se asocia al proceso de sinterizado, ya que durante este proceso se reduce el nivel de porosidad y por ende al haber menos poros se reduce el volumen de las muestras, pero aumenta su densidad.

#### 4.1.2 Densidad por método de Arquímedes

La densidad juega un papel importante en cuanto a las propiedades de un biomaterial que está destinado a servir como andamio óseo, ya que la densidad es una propiedad de los huesos humanos.



**Fig. 10** Representación gráfica de la densidad de las probetas con respecto a la cantidad de Ti 0.5, 1, 2 y 3 %.



**Fig. 11** Representación gráfica de la porosidad abierta de las probetas con respecto a la cantidad de Ti 0.5, 1, 2 y 3 %.

Observando el comportamiento de la densidad y la porosidad se puede relacionar diciendo que, al presentarse una densidad mayor en la probeta, esta tenderá a disminuir su porosidad y viceversa. La relación entre ambas curvas guarda una estrecha relación, la porosidad abierta se encuentra dentro de un rango de 35-38%, lo que indica que % de titanio en este caso no ocasiona gran variación en la porosidad abierta además que al tener un porcentaje alto indica que este tiene buena capacidad de almacenar líquidos, en el caso de la densidad teórica el comportamiento es estable, al ver como la curva de densidad va ascendiendo al aumentar el contenido de titanio.

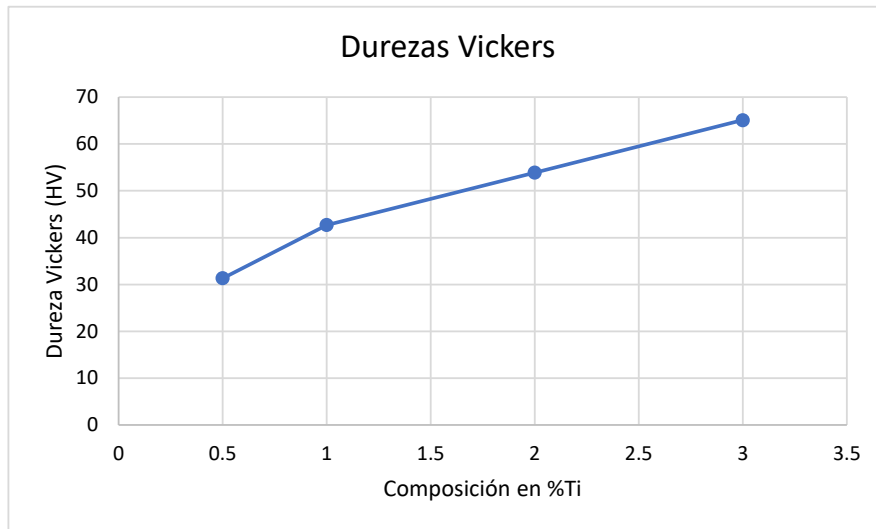
## 4.2 Caracterización mecánica.

### 4.2.1 Ensayo de dureza Vickers.

Dentro de las propiedades de los sustitutos óseos se encuentra la dureza, una dureza excesiva podría dar fragilidad y una menor resistencia a esfuerzos aplicados en dicho instrumento de sustitución, por su contraparte, una dureza muy baja brindaría ductilidad provocando deformaciones constantes en la pieza experimentada, por lo que se observa el comportamiento de las muestras con sus respectivos refuerzos para determinar la dureza que mejor se adecua a la aplicación que se le dará. Valores mostrados en Tabla 4

**Tabla 4.** Pruebas de dureza a las pastillas con diferentes composiciones.

Composición en %Ti	0.5	1	2	3
Dureza (HV)	31.35	42.69	53.89	65.08



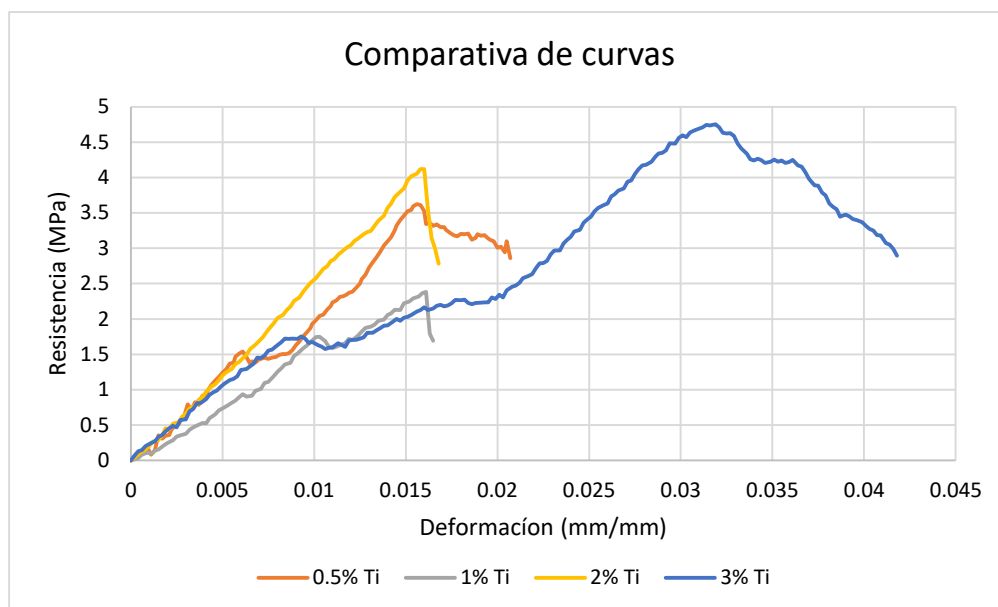
**Fig 12.** Representación gráfica de los resultados obtenidos después de aplicar pruebas de dureza utilizando una precarga de 100gf

El comportamiento de las muestras con sus refuerzos presenta una tendencia ascendente en cuanto a dureza, el metal está logrando estabilizar la concentración de esfuerzos superficiales de tal modo que la cantidad de metal compensa la presencia de porosidad y el cambio en la densificación, lo que provoca una dureza casi lineal.

#### 4.2.2 Ensayo de compresión.

El ensayo de compresión es un ensayo de materiales utilizado para conocer su comportamiento ante fuerzas o cargas de compresión. El ensayo de compresión se realiza para determinar las propiedades de un material frente a una sollicitación axial negativa. Este tipo de ensayos es comúnmente aplicado a materiales del área de construcción, debido a que deberán soportar enormes cargas por el peso que se aplicara al acumular materia pesada sobre un mismo punto, lo mismo ocurre para el caso de los sustitutos óseos, estos estarán expuestos

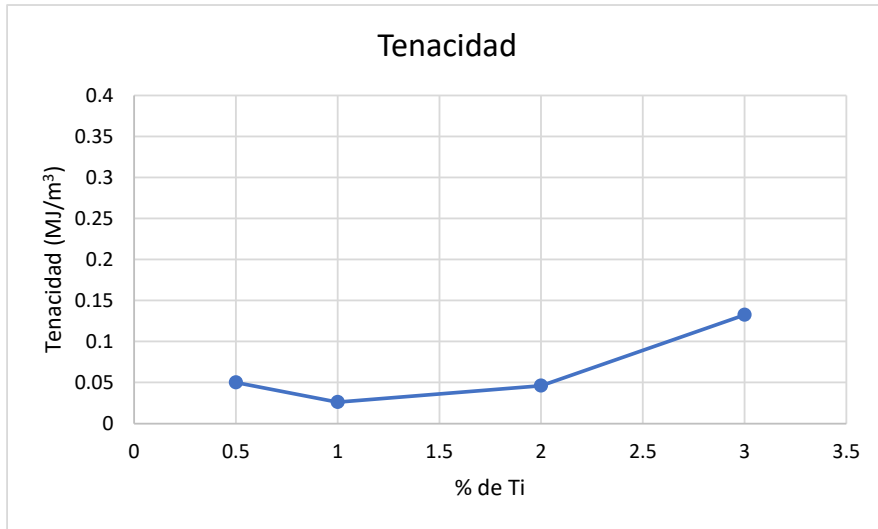
a posibles esfuerzos de compresión, por actividades que se pueden realizar en un día común, por lo que realizar el estudio de este comportamiento es importante.



**Fig. 13.** Comparación de las curvas de esfuerzo deformación en compresión para cada composición de la mezcla Hidroxiapatita-Titanio-Biovidrio.

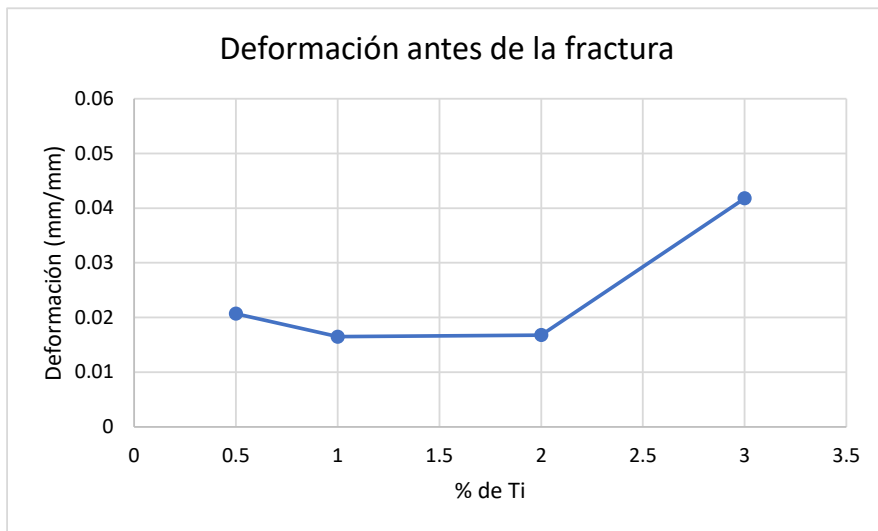
Siendo la curva de 1% titanio aquella que presenta las elongación más baja y las propiedades mecánicas más bajas, se puede relacionar a la porosidad, basándonos en la tabla 3, se observa que en la porosidad abierta es la mayor de todas, entonces al presentar mayor porosidad, los poros están actuando como concentradores de esfuerzo lo que ocasiona que al aplicarle algún esfuerzo tiende a fallar con una carga mínima, caso contrario a la pastilla que se compone de 3% de titanio es la que presenta mayor resistencia, al analizar la tabla 3 se encuentra que esta es la que mayor densidad presenta y menor porosidad abierta tiene, por lo que se puede afirmar que las propiedades mecánicas en compresión se ven influenciadas por la densidad y esta a su vez va aumentando a mayor el contenido de titanio en la mezcla.

La tenacidad es la energía de deformación total que es capaz de absorber o acumular un material antes de alcanzar la fractura, teniendo en cuenta lo que es la tenacidad se observa en la fig. 14, que al aumentar el porcentaje de titanio esta propiedad va aumentando

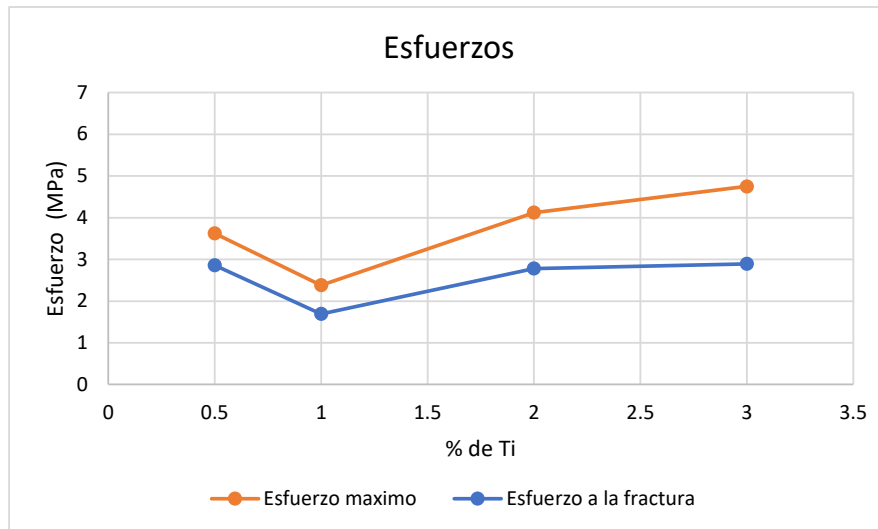


**Fig. 14.** Representación gráfica comparativa de tenacidad de HPa-Ti-BG a 0.5, 1, 2 y 3%

En la fig. 15, se determina la deformación total que presenta antes de la fractura, como en el caso anterior al aumentar el porcentaje de titanio el valor de la deformación aumenta. Esto dice que el contenido de 3% presenta una mayor deformación antes de la fractura.



**Fig. 15.** Representación gráfica comparativa de la deformación de fractura de HPa-Ti-BG a 0.5, 1, 2 y 3%



**Fig. 16.** Representación gráfica comparativa del esfuerzo máximo y esfuerzo de fractura de los compuestos de HPa-Ti-BG a 0.5, 1, 2 y 3%

En la figura 16 se observan los esfuerzos máximos y de fractura que se presentaron en los diferentes porcentajes de titanio, ambas graficas tienen un comportamiento similar lo que indica que en el contenido de 1% presenta una disminución y que el de 3% presenta el mayor valor.

Teniendo en cuenta las gráficas anteriores se puede deducir que el material que presento el mejor comportamiento en compresión serie el del porcentaje de 3%

El comportamiento del material cerámico HPa al aplicarle un esfuerzo de compresión tiende a mostrar una ductilidad inferior a la de los compuestos. En general, en todos los compuestos de estudio se presenta una deformación plástica muy ligera antes de la fractura, debido a su matriz cerámica. Así mismo, se puede notar que éstos compositos presentan una resistencia sutilmente mayor al aumentar el porcentaje de Ti, asociada a la presencia de poros, a la densidad y distribución de partículas, sin embargo, a pesar de esta porosidad el comportamiento de los materiales se ve favorecido por la presencia de partículas de metal que están ayudando al material a absorber la energía producida al aplicar una carga, pues como se puede apreciar el material con mayor contenido de Ti es el que presenta mayor resistencia a la compresión.

### 4.3 Caracterización química.

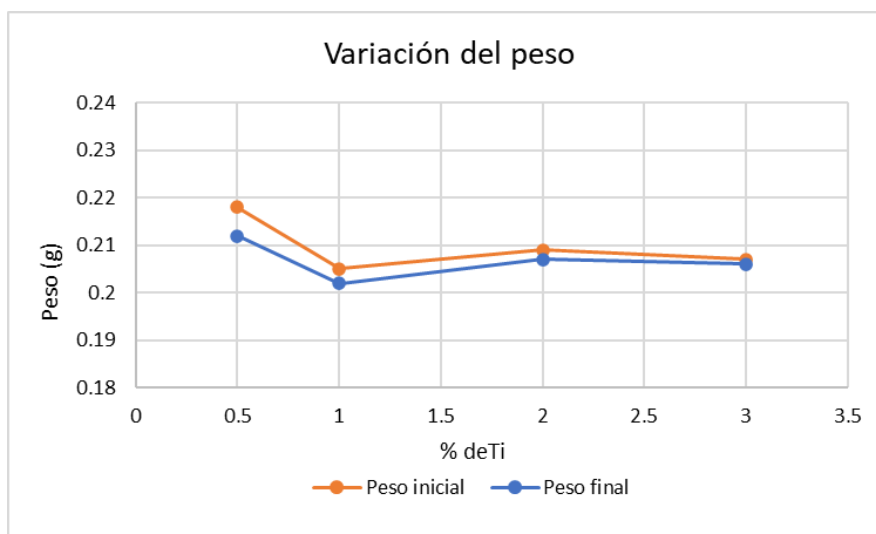
#### 4.3.1 Pérdida de peso.

Variación de peso en las pastillas expuestas en solución Hanks.

Con ayuda de instrumentos de medición, se toman los valores que demuestren el peso que se tiene antes de aplicar la prueba, exponiendo el material durante 16 días continuos, en solución Hanks, y al término de la prueba, es un valor de gran importancia debido a que se busca la obtención de un material que no sufra grandes cambios manteniéndose estable. La tabla 6, contiene los valores obtenidos al término de la experimentación.

**Tabla. 6** cambio en peso antes y después de ser expuestos en solución Hanks por 384 horas.

% Ti	Peso inicial (g)	Peso final (g)
0.5	0.218	0.212
1	0.205	0.203
2	0.209	0.207
3	0.207	0.206

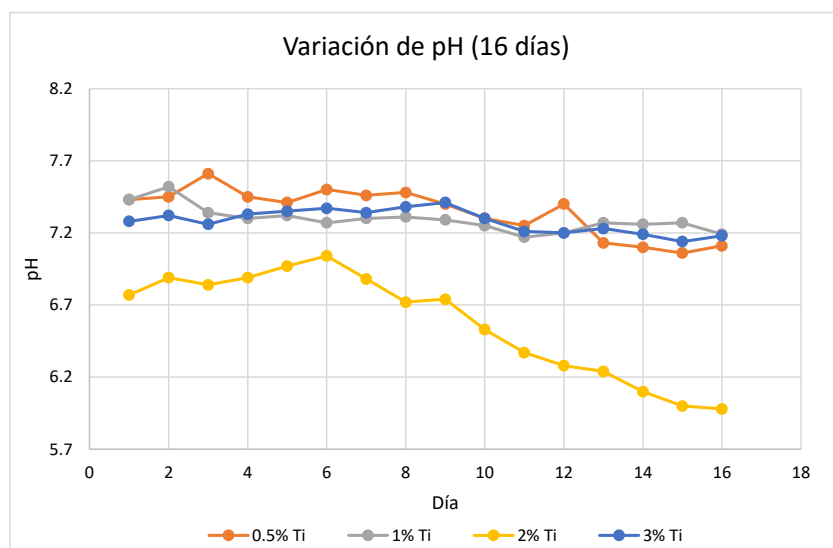


**Fig. 17.** Valores del peso obtenidos antes y después de exponer a SBS durante 384 horas.

En la figura 17 se observa la variación del peso de las probetas antes y después de ser sometidas a la sustancia SBS, lo que nos indica es que al aumento del porcentaje de titanio empezó a presentar una menor pérdida de peso y siendo en la composición de 3% la que menor variación presento. Inicialmente se conoce que la hidroxiapatita por sí sola sufre un cambio en su peso, perdiendo una ligera cantidad de material. se observa que se presenta un comportamiento similar en cuanto al peso perdido, con pérdidas de entre 0.006 y 0.001 gramos, demuestran que el titanio en contacto con la solución Hanks no afecta la capacidad osteoinductura que poseen los materiales que sirven como andamiaje, provocando a partir de ellos que se produzca el crecimiento del hueso.

#### 4.3.2 Modificación del pH

Llevar a cabo el análisis del cambio en el pH antes y después de haber concluido la práctica, brinda resultados de suma importancia, ya que con estos resultados se puede determinar que compuesto mantiene un comportamiento constante, demostrando con esto que con el paso del tiempo este material no provocara anomalías en el entorno en el que estará en contacto en cuanto a pH se refiera. Una simulación de lo que son los fluidos corporales internos se puede dar con solución Hanks, para tal efecto, la figura 18 muestra el comportamiento de pH ayudan a comprender la variación y el cambio de esta durante la prueba.



**Fig. 18.** La grafica representa los valores obtenidos al exponer las probetas por 384 horas en solución Hanks

Como se puede observar en la representación gráfica al comparar el pH de la HPa con los compuestos se muestra un comportamiento controlado, los valores varían entre 7.6 y 7.1 en el caso de los porcentajes de 0.5, 1 y 3, indica que es un material bastante estable al estar inmerso en este tipo de ambientes que simulan los líquidos presentes en el cuerpo humano.

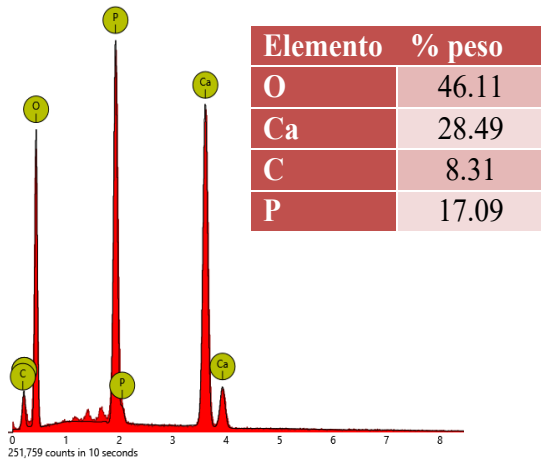
Casi todos los compuestos tienden a un valor neutro, es decir que se aproximan a un pH de 7, sin embargo, el caso de la composición de 2% de Ti, es diferente, este tiende a disminuir significativamente, lo cual podría deberse a alguna impureza introducida en la probeta o en el vial.

La presencia del contenido metálico provoca una captación de protones que trae como consecuencia un aumento o una disminución en el pH, para este caso, se obtuvo un ligero aumento de protones que llevo al pH hasta un valor de 5.7(aprox.), al término de la práctica, se mantiene estable el pH en todos los compuestos, lo que indica que los contenidos de Ti no alteran de manera relevante el pH en contacto con la solución, demostrando su capacidad para ser compatibles a tales escenarios

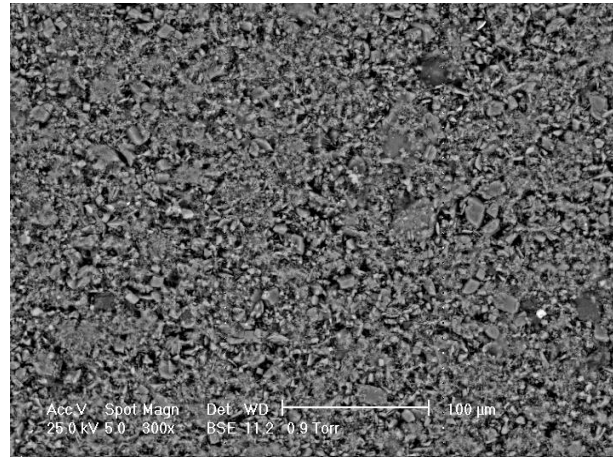
#### 4.4 Caracterización en Microscopia de barrido electrónico

Un microscopio electrónico de barrido crea una imagen ampliada de la superficie de un objeto. Se realizó MEB para las probetas después de exponerse a solución Hanks, donde se podrá observar a mayor detalle la microestructura y composición de estos materiales

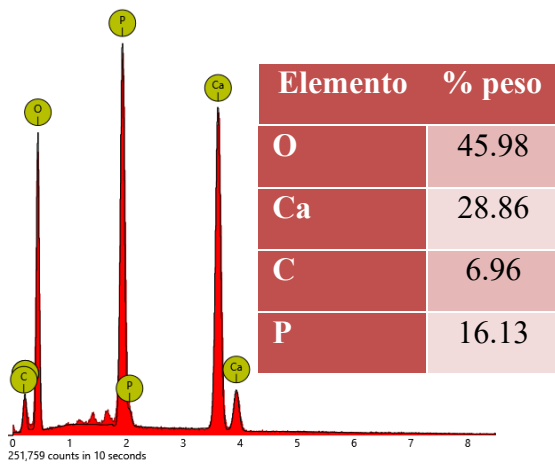
Las imágenes de las figuras (19-26) corresponden a las microestructuras y los eds de las diferentes composiciones.



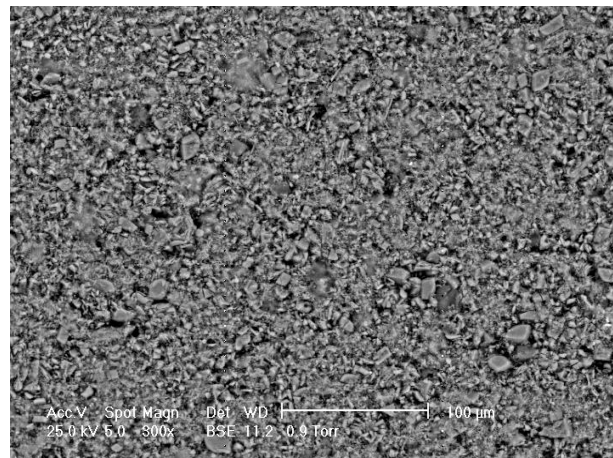
**Fig. 19.-** EDS obtenido por MEB del material HPA-Ti-BG con 0.5% en peso de



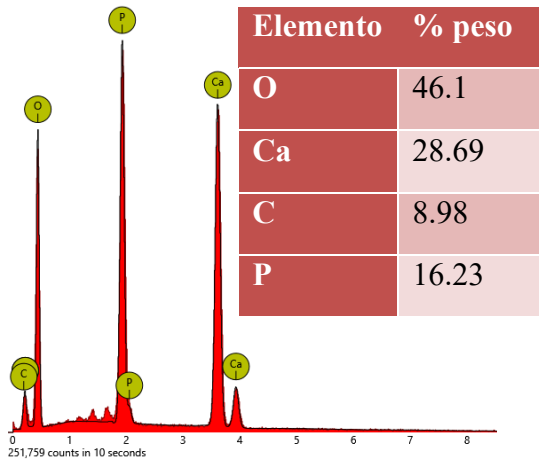
**Fig. 20.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti



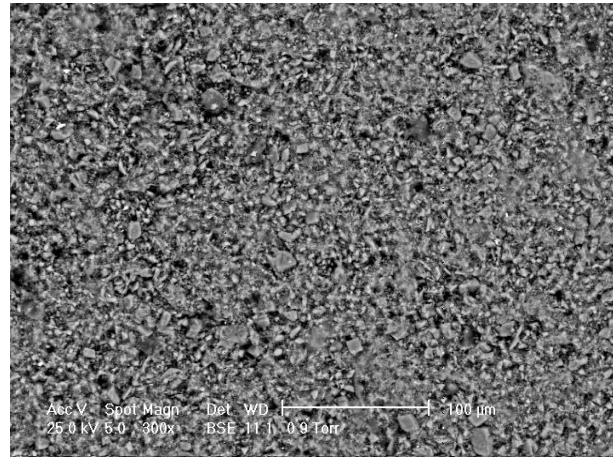
**Fig. 21.-** EDS obtenido por MEB del material HPA-Ti-BG con 1% en peso de Ti.



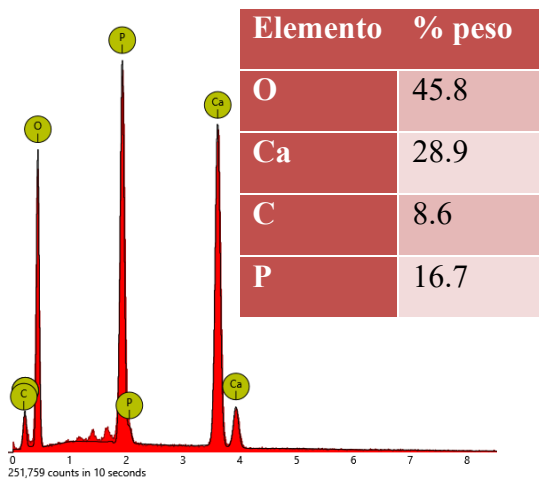
**Fig. 22.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 1% en peso de Ti



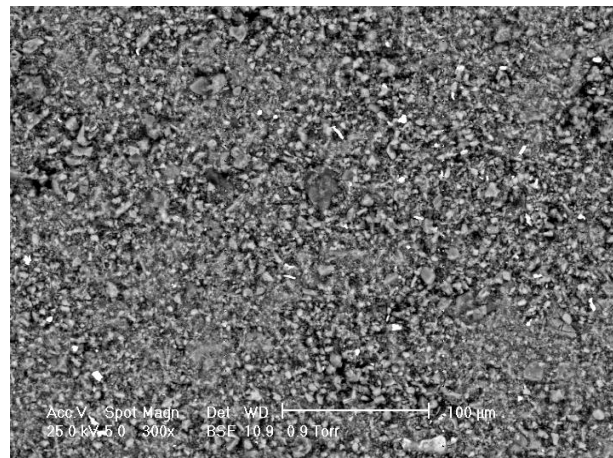
**Fig. 23.-** EDS obtenido por MEB del material HPA-Ti-BG con 2% en peso de Ti.



**Fig. 24.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 2% en peso de Ti



**Fig. 25.-** EDS obtenido por MEB del material HPA-Ti-BG con 3% en peso de Ti.

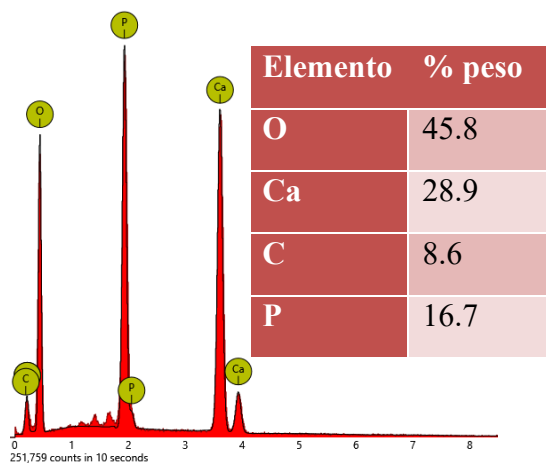


**Fig. 26.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 3% en peso de Ti

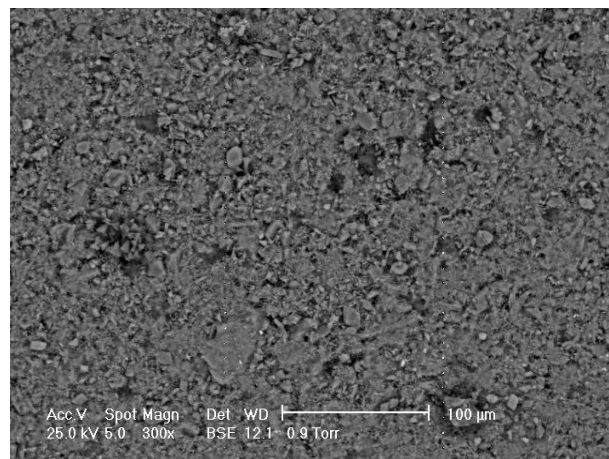
La microscopía de barrido electrónico provee una mejor apreciación de la caracterización microestructural. Estas imágenes son mostradas con el fin de revelar los cambios en aumento de la presencia de aglomerados al agregar un reforzante a la matriz cerámica de HPa, con ayuda del EDS se determina la composición de las áreas trabajadas.

En los MEB se puede apreciar la disminución de los poros al aumentar el porcentaje titanio, en el compuesto con 3% de metal reforzante, se puede observar la presencia de partículas de titanio. Con ayuda del EDS se determina la composición de las áreas trabajadas, evidenciando que en los compuestos se presenta Ca, P, C y O

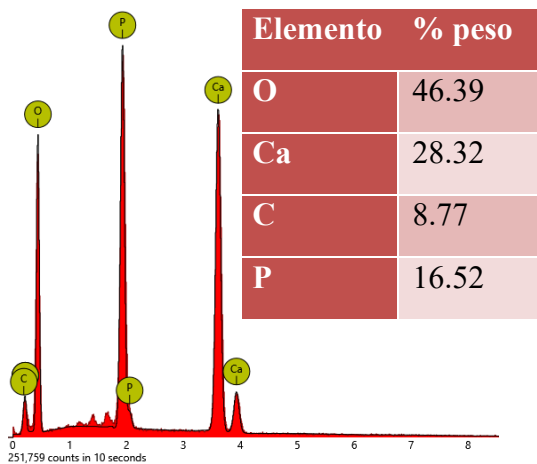
Las imágenes de las figuras (27-34) corresponden a las microestructuras y los eds de las diferentes composiciones después de haber sido expuestas a la solución Hanks



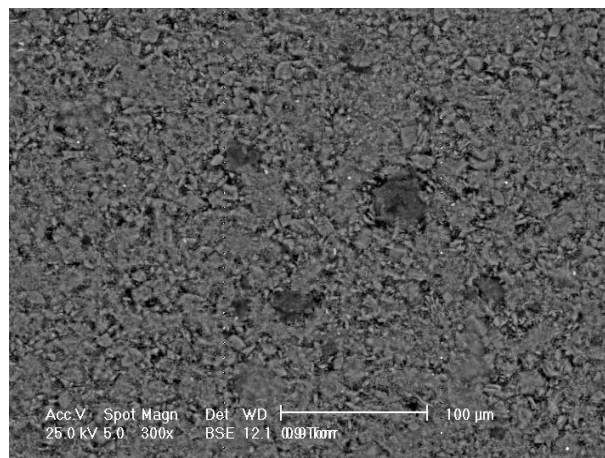
**Fig. 27.-** EDS obtenido por MEB del compuesto HPa-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



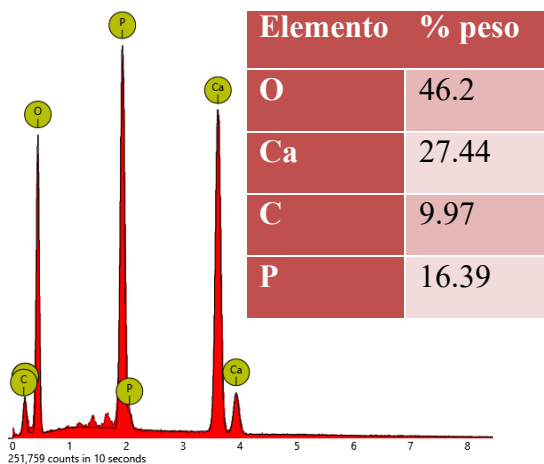
**Fig. 28.-** MEB a 300x HPa-Ti-BG con 0.5% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



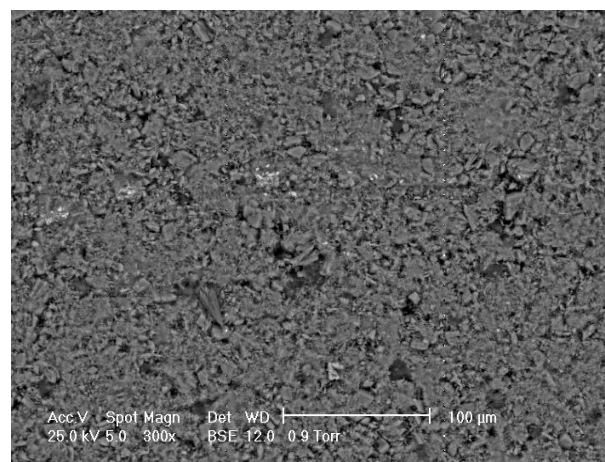
**Fig. 29.-** EDS obtenido por MEB del compuesto HPA-Ti-BG con 1% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



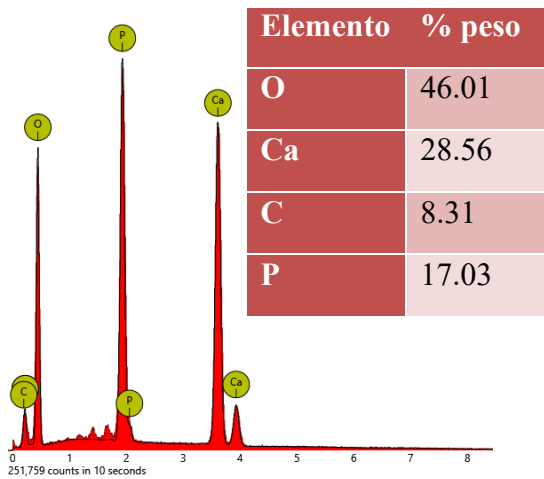
**Fig. 30.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 1% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



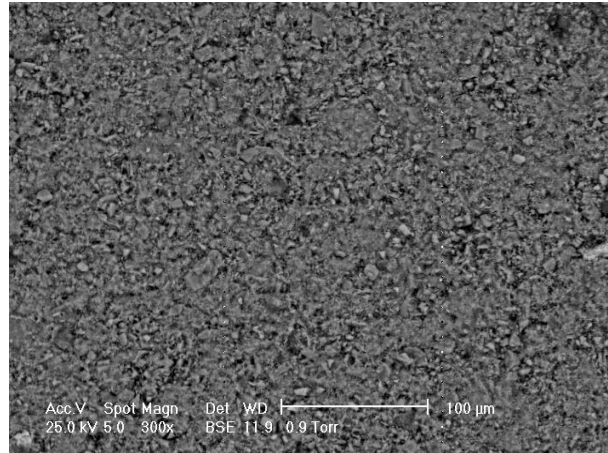
**Fig. 31.-** EDS obtenido por MEB del compuesto HPA-Ti-BG con 2% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



**Fig. 32.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 2% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



**Fig. 33.-** EDS obtenido por MEB del compuesto HPA-Ti-BG con 3% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.



**Fig. 34.-** MEB a 300x HPA-Ti-BG con 3% en peso de Ti, expuesto a solución Hanks.

Se logra apreciar que existe un cambio en la superficie después de ser expuesta a la solución Hanks en todas las probetas, se denota una superficie un poco más lisa y con partículas con menor diámetro en comparación a antes de introducirlos en la solución Hank.

Es posible decir que los espacios porosos fueron ocupados por nuevos compuestos formados principalmente carbono que hubo una tendencia de su aumento, pero no llenados en su totalidad, pero si reduciendo su tamaño, entonces la prueba de degradación coadyuda al refinamiento de grano o de partículas reduciendo la rugosidad de la superficie

En los estudios de EDS se presentan variación de la composición química después de haber sido expuestas a la solución Hanks, hubo tendencia de aumento de contenido de C, P y O esto nos podría indicar que el biovidrio se transformó y este fue el que ayudo a ocupar el espacio que había entre poros. Ya que se sabe que los fluidos biológicos al entrar en contacto con el biovidrio provocan el crecimiento de hueso en el material.

#### 4.5 Comparación con hueso humano

Comparación de las propiedades de los materiales 2 y 3% wt titanio con el fémur, es el hueso largo de la parte superior de la pierna que conecta los huesos de la parte inferior de la pierna (articulaciones de la rodilla) con el hueso pélvico (articulación de la cadera). Valores mostrados en la tabla 7.

**Tabla 7.** Se muestran las propiedades singulares de los compuestos 2 y 3% wt Ti comparadas con el fémur.

Propiedades	HPa-BG-Ti 2%	HPa-BG-Ti 3%	Fémur
Densidad (g/m <sup>3</sup> )	1.74	1.77	1.7 – 2.1 (Staiger, 2006)
Porosidad (%)	37.33	35.74	10 - 40 (Mescher, 2016)
Dureza (HV)	53.89	65.08	50 - 70 (Mescher, 2016)
Esfuerzo a la fractura (MPa)	2.78	2.89	2 - 5 (Jerban, y otros, 2018)

Se obtuvieron valores semejantes a los del fémur, pudiendo considerar que los materiales con 2 y 3% en contenido de titanio entran dentro de los rangos de densidad y resistencia a la compresión, deduciendo que el material sería apto para una sustitución ósea que sirva como andamiaje provocando el crecimiento del hueso.

## 5 Conclusiones

El proceso de fabricación de materiales compuestos por metalurgia de polvos es una buena opción para obtener materiales que pueden modificar sus propiedades uniformemente. Las partículas de titanio en sus diferentes composiciones de estudio han mostrado su capacidad para distribuirse homogéneamente en toda la estructura de la matriz cerámica.

La presencia de titanio en porcentajes de 0.5%, 1%, 2% y 3% presentes en una matriz de hidroxiapatita obtenida a partir de cascara de huevo y reforzada con biovidrio ocasiona que la densidad teórica vaya creciendo conforme el porcentaje de este metal aumenta, adicionalmente la porosidad se mantiene dentro del rango porcentual de 35%~37.5% presentado un comportamiento con tendencia lineal. Este rango de la porosidad, indica que las cantidades de titanio utilizadas no modificaron las características de la hidroxiapatita lo cual ayuda a que el material se pueda utilizar como andamio celular.

La adición de titanio a la hidroxiapatita provoca que las propiedades mecánicas se vean beneficiadas en los compuestos al ir aumentando la cantidad de partículas de titanio, pues la dureza, la resistencia a la compresión, la resiliencia y la tenacidad tendieron a crecer conforme se adicionaba el metal en la matriz cerámica, permitiendo así que dichas propiedades estuvieran dentro del rango que presenta el fémur, dejando así como a las mejores opciones como sustituto óseo, los compuestos con presencia de 2 y 3% de titanio.

En todos los casos se apreció una matriz homogénea con una segunda fase dispersa del elemento metálico, con presencia de algunas aglomeraciones también bien distribuidas, que ayudan a que las propiedades mecánicas sean homogéneas en todo el material.

El tener titanio mezclado con hidroxiapatita en la prueba de degradación en solución Hank propicia poca variación de masa y además una tendencia lineal del pH, considerando que

dicha variación de masa ayuda a que el material no presente una disminución de sus propiedades y que el pH sea neutro ya que este varía en el rango de 6 a 7.5. Esta tendencia lineal está ligada al biovidrio, esto se relaciona con el cambio de la composición química indicando que sirve de ayuda en la biocompatibilidad de los materiales y estabilizando su comportamiento. En este caso el que presentó menor variación fue el 3% de titanio ya que este sufrió una mínima pérdida de peso y la variación del pH siempre estuvo cerca del 7 considera este valor como neutro.

Después de valorar el comportamiento de todos los compuestos se determinó que las mejores propiedades correspondían a los materiales reforzados con 2 y 3% de titanio, pues estos presentaron mayor similitud a las propiedades del fémur considerando la porosidad, dureza y resistencia a la compresión. Sin embargo, se consideró al compuesto de 3% de titanio como el más apto para contemplarse como sustituto óseo, pues a pesar de tener cierta variación de peso, lo cual es deseable para ser sustituido con el tiempo por el mismo hueso, dicha variación es pequeña y esto permite que el hueso pueda crecer antes de que desaparezca el andamio celular. Aunado al hecho de que la solución expuesta al material no varió significativamente su pH, manteniéndolo neutro, lo cual ayuda a su aceptación en el cuerpo humano.

## 6 Bibliografía

- Acosta, S. (16 de marzo de 2015). Y si la cáscara de huevo fuera más que un residuo. *El País*, pág. 15.
- Barba, M. C., & Rojas, M. G. (1987). *La física en la medicina*. D.F: Fondo de cultura económica.
- Becerro, S. D. (2009). Diferentes aspectos de la metalurgia de polvos. *Temas para la educación*, 3-10.
- Bellucci, D., Sola, A., Anesi, A., Salvatori, R., Chiarini, L., & Cannillo, V. (1 de Junio de 2015). Bioactive glass/hydroxyapatite composites: Mechanical properties and biological evaluation. *Materials Science and Engineering*, págs. 196-205.
- Bonilla, C., & Perilla, J. (Mayo de 2011). The past, present and near future of materials for use in biodegradable orthopaedic implants. *SciELO Ingeniería e Investigación*, págs. 124-133.
- Chen, Q., & Thouas, G. (Enero de 2015). Metallic implant biomaterials. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, págs. 1-57.
- Córdoba, A., & Delgado, A. L. (2015). Revisión del comportamiento biocompatible de biovidrio como material promisorio en la industria biomédica. *Informador técnico*, 179-187.
- Cormin, M. R., Grinschpun, L., Oldani, C., A., N., & Cid, P. (2017). Titanium-hydroxyapatite composites sintered at low temperature for tissue engineering: in vitro cell support and biocompatibility. *Journal of Applied Biomaterials and Functional Material*, 13-15.
- García-Garduño, M. V., & Reyes-Gasga, J. (9 de Octubre de 2006). La hidroxiapatita, su importancia en los tejidos mineralizados y su aplicación biomédica. *TIP. Revista especializada en ciencias químico-biológicas*, págs. 90-95.

- Goller, G., Demirkıran, H., Oktar, F., & Demirkesen, E. (2003). Processing and characterization of bioglass reinforced hydroxyapatite composites. *Ceramics International*, págs. 721-724.
- Gonzales, J. A. (2012). Síntesis de biovidrios por la técnica sol-gel con incorporación de metales y estudio de sus propiedades antibacteriales. *Universidad de Chile*, 10-13.
- Hardiman, H. (2006). Osteoporosis: The lifelong risks. *Practice Nursing* , 28-33.
- Jerban , S., Ma, Y., Wan, L., Searleman, A., Jang, H., Sah, R., . . . Du, J. (30 de Octubre de 2018). Collagen proton fraction from ultrashort echo time magnetization transfer (UTE-MT) MRI modelling correlates significantly with cortical bone porosity measured with micro-computed tomography ( $\mu$ CT). *Wiley NMR in biomedicine*, págs. 1-10.
- Kenneth, R., John, S., & Tsao., A. (2013). *Materials for applications that are subject to wear an friction*. Mississippi: Universidad de Mississippi Medical Center.
- Machado Rodríguez, Á., Shimomoto, E., Silverio, R., García del Pino, G., Chagoyén Méndez, C., & Moya Rodríguez, J. (Julio de 2017). Sinterización, un proceso de conformación de metales como alternativa económica con un bajo impacto ambiental. *Centro Azúcar*, págs. 26-32.
- Mescher, A. (2016). *Junqueira's Basic Histology Text and Atlas*. Indiana: McGraw Hill.
- Nieto, E. G., Medellín Castillo, H., & F. de Lange, D. (15 de Septiembre de 2013). Análisis del desempeño estructural de andamios de hidroxiapatita utilizados en ingeniería tisular. *SciELO, Ingeniería mecánica, tecnología y desarrollo*, págs. 15-19.
- Orgaz, F., & Rincón, J. (1987). Materiales bioceramicos y biovidrios. *Instituto de cerámica y vidrio*, 13-19.
- Park, J. B., & J. D. Bronzino. (2004). *Biomaterials, principles and applications*. CRC Press.
- Ravarian, R., Moztaizadeh, F., Solati Hashjin, M., Rabiee, S., Khoshakhlagh, P., & Tahriri, M. (Enero de 2010). Synthesis, characterization and bioactivity investigation of bioglass/hydroxyapatite composite. *Ceramics International*, págs. 291-297.

- Reales, G., & Locher, A. (2014). Capítulo 5, biología del tejido óseo. En A. Locher, *Manual de Implantología Básica* (págs. 8-7). buenos aires : Alphabiotec.
- Rommy, T., Palma, R., & Piña, C. (1999). Hidroxiapatita y sus aplicaciones. *Revista Mexicana de Física*, 144-147.
- Sanchez, A. (24 de Junio de 2014). *azulweb*. Obtenido de azulweb:  
<https://www.azulweb.net/titanio-como-biomaterial>
- Sastre, R., de Aza, S., & San-Román, J. (2004). *Biomateriales*. Italia: Faenza editrice iberica.
- Sequeda, L. G., Milciades Díaz, J., Gómez, O., Gutiérrez, S. J., & Perdomo, S. J. (31 de Mayo de 2012). Obtención de hidroxiapatita sintética por tres métodos diferentes y su caracterización para ser utilizada como sustituto óseo. *Rev. Colomb. Cienc. Quím. Farm*, págs. 50-66.
- Staiger, M., Pietak, A., Huadmai, J., & Dias, G. (Marzo de 2006). Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: A review. *Biomaterials*, págs. 1728-1734.
- Stupengo, F. (2011). Materiales compuestos . En *Materiales y materias primas* (págs. 7-27). Buenos Aires: Educar.
- Trinidad, J., Iñigo, M., Arruebarrena, G., Wendt, J., Letzig, D., Sáenz De Argandoña, E., & Goodall, R. (9 de Octubre de 2013). Processing of Magnesium Porous Structures by Infiltration Casting for Biomedical Applications. *Advanced Engineering Materials*, págs. 241-247.
- Williams, D. (1976). *Biocompatibility of implant materials*. Londres: Sector publishing limited.
- Yazdanpanah, Z., Bahrololoom, M., & Hashemi, B. (Enero de 2015). Evaluating morphology and mechanical properties of glass-reinforced natural hydroxyapatite composites. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, págs. 36-42.

- Zarifah, N., Lim, W., Matori, K., Sidek, H., Wahab, Z., Zainuddin, N., . . . Fauzana, A. (15 de Marzo de 2015). An elucidating study on physical and structural properties of 45S5 glass at different sintering temperatures. *Journal of Non-Crystalline Solids*, págs. 24-29.
- Zujur, D., & Álvarez-Barreto, J. (2016). Prótesis en artroplastia total de cadera y recubrimientos bioactivos de quitosano para mejorar su desempeño. *Ingeniería Biomédica*, 33-43.