



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO**

FACULTAD DE INGENIERIA

**"BIOCERAMICAS DE HIDROXIAPATTA
CON POROSIDAD CONTROLADA"**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERA MECANICA

P R E S E N T A :

QUINTERO CANO REYNA



TUTORA: DRA. MA. CRISTINA PIÑA BARBA

MEXICO, D. F.

2004



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas

Tesis Digitales

Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©

PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

A mi Madre por darme la vida, ya que el mundo es tan bello sabiendo
que tú estás ahí... +

A mi Padre, gracias por brindarme todo tu apoyo y respetar mis
decisiones.

A mis hermanas Ivette, Naxelli, Itzé y Xenia, por toda su ayuda
y comprensión a lo largo de mi vida.

AGRADECIMIENTOS

Quiero mostrar mi agradecimiento a las siguientes personas que me han acompañado y ayudado a lo largo de estos años.

A la Dra. Ma. Cristina Piña Barba por aceptar dirigirme esta tesis, ayudarme y apoyarme siempre y transmitirme sus conocimientos.

A mis sinodales Dr. Arturo Barba Pingarrón, Ing. Alejandra Garza Vázquez, Dr. Víctor Manuel Domínguez Hernández y al Dr. José Carlos Barquín Puglia por todas sus enseñanzas y consejos recibidos.

A todo el personal del Instituto de investigaciones en Materiales, especialmente a La I.Q. Leticia Baños López, al Dr. José Guzmán Mendoza por su ayuda en la caracterización de las muestras así como también a Rosario Santibáñez por toda su apoyo y amistad.

Al M. en C. Jaime Santoyo Salazar por su ayuda incondicional y por ser una gran persona.

Al Dr. José A. Chávez Carvayar por ofrecerme su amistad y buenos consejos.

A todos mis compañeros del laboratorio de Biomateriales, en especial a la M. En C. Adriana Tejeda Cruz, M: en C. Roberto Benito Palma, Ing. Nelly Medina Molotla, M. en C Carolina Guzmán Vázquez, Dra. Ma. del Pilar Gutiérrez Salazar a todos ellos gracias por su ayuda y por los buenas consejos que me brindaron durante este periodo.

Al Dr. Alejandro Ibarra Palos por todo su apoyo, paciencia y tiempo brindado.

Al Ing. Ignacio Cueva por su infinita amistad que espero nunca se acabe, apoyo incondicional y sobre todo por ser como eres.

A Ing. Orlando León García, por su inmensa amistad, sus sabios consejos y su gran capacidad para enseñar y escuchar.

A mis amigos, Martín Ortega, Samuel Navarro, Shair Mendoza, Francisco Tovar, Jorge Mata, Carlos Soster.

GRACIAS A TODOS.

ÍNDICE

Resumen	1
CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN	
Introducción.....	2
CAPÍTULO 2: GENERALIDADES	
Conceptos básicos de Biomateriales.....	5
Hueso.....	5
Hidroxiapatita.....	7
Importancia Médica de la Hidroxiapatita.....	8
Métodos para la obtención de cerámicos con porosidad controlada..	9
Almidón.....	10
Consolidación del almidón.....	11
CAPÍTULO 3: MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN	
Difracción de Rayos X.....	13
Microscopio Electrónico de Barrido.....	17
Densidad.....	20
CAPÍTULO 4: MÉTODO EXPERIMENTAL	
Material.....	22
Procedimiento.....	23
Variables Experimentales.....	26
Caracterización de hidroxiapatita porosa.....	28
CAPÍTULO 5: RESULTADOS	
Material.....	29
Difracción de rayos X.....	30
Microscopía Electrónica de Barrido.....	32
Densidad.....	41
DISCUSIÓN.....	44
CONCLUSIONES.....	48
REFERENCIAS.....	49

RESUMEN

El objetivo de esta tesis es desarrollar un método para la obtención de cerámicos biocompatibles porosos, utilizando hidroxiapatita y almidón, a través de variaciones en las proporciones de estos y en la cantidad de agua agregada durante el proceso.

Para la caracterización del material obtenido se emplea difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido y medición de la densidad por medio del método de Arquímedes.

En el capítulo 1 se habla sobre la problemática y la necesidad de implantes porosos para reconstrucción ósea, así como también de los materiales que se utilizan actualmente.

El capítulo 2 trata algunos conceptos que son necesarios para comprender este trabajo tales como son: biomateriales, hueso, hidroxiapatita y la importancia médica que tiene, los métodos de obtención de cerámicos porosos, así como también de las características del almidón.

El capítulo 3 trata acerca del principio de funcionamiento de los métodos de caracterización que se utilizan, los cuales fueron: difracción de rayos-X, microscopía electrónica de barrido y medición de densidad.

El capítulo 4 describe el método experimental y el procedimiento utilizado, así como también los materiales que se emplean, y las variables experimentales que se manejan.

En el capítulo 5 se dan a conocer los resultados conseguidos tanto del material empleado, como los de difracción de rayos-X, las micrografías tomadas, así como también las tablas con las densidades obtenidas.

Finalmente, se presenta la discusión sobre los resultados obtenidos y las conclusiones de este trabajo.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

Los defectos óseos son resultado de una gran variedad de causas, tales como tumores, infecciones, enfermedades degenerativas, deformidades congénitas y daños causados por algún traumatismo. En muchas ocasiones es muy difícil para los cirujanos reparar algunos defectos especialmente cuando la extensión de estos daños es grande, lo que ha incrementado el interés en el desarrollo de materiales cerámicos porosos como implantes óseos.

Como materiales para ortopedia y para cirugía maxilofacial, los cerámicos de fosfato de calcio, (como lo es la hidroxiapatita) son utilizados principalmente por sus características de biocompatibilidad y osteoconducción. En los últimos años la atención ha sido puesta particularmente en la obtención de biocerámicos con configuración porosa debido a que permite el desarrollo de tejido orgánico dentro de los poros. El grado de infiltración celular dentro de los poros para la formación de hueso nuevo depende en gran parte de las características del poro, como son: tamaño, distribución y forma del mismo.

Los poros pueden ser clasificados como microporos, cuando presentan un tamaño de $1\mu\text{m}$, o macroporos cuando tienen un diámetro superior a $100\mu\text{m}$. El tejido vascular no crece en poros que miden menos de $100\mu\text{m}$ de diámetro¹, por lo que es recomendable que el tamaño de poro de una biocerámica oscile entre 100 y $200\mu\text{m}$ de diámetro para el caso específico del hueso trabecular. Existe hueso cortical y trabecular, conocidos como hueso compacto y esponjoso respectivamente. El hueso cortical comprende el 80% de la masa ósea esquelética, mientras que el hueso trabecular constituye el 20% restante. Sin embargo la mayor actividad metabólica es desarrollada en el hueso trabecular.

En México se requieren más de 300 000 implantes ortopédicos al año, como son prótesis, placas, clavos, tornillos, alambres, etc. Sin embargo, el material para su

fabricación sigue siendo de importación, debido a que las pruebas que tiene que pasar el material para ser empleado como implante son múltiples y complicadas.²

En el caso particular de materiales que se emplean para reparar hueso o que ayudan en su recuperación, se han desarrollado aleaciones a base de titanio, cobalto y níquel (Ti-Co-Ni) y otras de hierro y cromo (Fe-Cr) que cubren los requisitos de biocompatibilidad. Sin embargo, se sabe que un material metálico no es lo mejor para sustituir un tejido orgánico.

Los homoinjertos como alternativa para sustituir hueso se han utilizado desde la década de los años sesenta. A la fecha se ha visto que el material ideal de injerto es el hueso esponjoso autólogo, sin embargo su disponibilidad es limitada. Para superar en parte estas dificultades, se han desarrollado y aplicado diversos materiales como son cerámicas tales como la hidroxiapatita.³

Se han encontrado, en forma natural, cerámicas totalmente biocompatibles con los tejidos del cuerpo humano que pueden ser reproducidas por síntesis en el laboratorio, estas cerámicas presentan menos problemas de aceptación por el organismo que los metales.

Debido a la necesidad de acelerar la reparación de hueso fracturado y de sustituir al hueso faltante, se han realizado estudios sobre cerámicas biocompatibles mejorándolas tanto en composición como en estructura. Las aplicaciones clínicas que tienen éstas cerámicas se relacionan con reparar partes dañadas del sistema esquelético; para inducir el crecimiento del tejido óseo y como relleno de tejido blando.

Entre las aplicaciones que tienen las cerámicas como material de implante se tienen

1. Relleno óseo, por ejemplo en cavidades producto de tumores o lesiones.
2. Sustitución de huesos o de porciones de huesos faltantes.
3. Como sustituto de tejido blando faltante, como es el caso de cavidad ocular.
4. Implantes dentales.

5. En combinación con otros materiales se pueden utilizar para la reparación de tejido dérmico.
6. La hidroxiapatita con tamaño de poro determinado se emplea para inducir el crecimiento de hueso y/o como sistema de liberación de medicamentos.

Las biocerámicas se han empleado como polvo, gránulos o partes densas y porosas. Algunos materiales encontrados en la naturaleza tales como injerto de hueso y coral han sido buenas alternativas para implantes de hueso.⁴

Por ello se han desarrollado diversos métodos para la obtención de cerámicos porosos biocompatibles que permitan satisfacer las necesidades ya mencionadas y principalmente que no reaccionen negativamente con el organismo.

Se ha estudiado que el grado de infiltración de tejido en los poros y formación de hueso nuevo depende del tamaño de poro, por lo que el tamaño mínimo que se pretende obtener en este trabajo es de 100 μ m y no mayor a 200 μ m.

Con base a lo anterior se planteó el objetivo del presente trabajo, el cual se orienta a la obtención de cerámicas de hidroxiapatita con porosidad controlada como injerto óseo con la finalidad de reparar partes dañadas del sistema esquelético; así como también para inducir el crecimiento del tejido óseo y como relleno de tejido blando.

CAPÍTULO 2

Conceptos básicos de Biomateriales

Una sustancia, o combinación de sustancias, hechas por el hombre, que se emplee para restaurar o sustituir cualquier tejido u órgano alterado por algún traumatismo, malformación o enfermedad degenerativa y que cumple con ser biocompatible con el organismo, se le llama *Biomaterial*.¹

Los materiales que están en contacto con fluidos y/o tejidos corporales, con el objeto de reconstruir, promover la reconstrucción, sustituir o ayudar al buen funcionamiento de algún órgano o tejido, deben cumplir ciertos requisitos mínimos, como por ejemplo, el no ser tóxico para el organismo, y son conocidos como materiales *biocompatibles*.

Los cerámicos que son utilizados para la reparación, sustitución, relleno, o reconstrucción de tejido biológico son llamados *biocerámicos*. Los biocerámicos se producen para ser usados en implantes y prótesis o como relleno de espacios. Han sido utilizados en Medicina y Odontología desde hace más de 20 años.

Hueso

El hueso es un tejido conjuntivo especializado al que también se conoce como tejido óseo. Proporciona soporte estructural, ayuda en la locomoción del organismo, protege órganos vitales, conduce el sonido, contiene a la médula ósea, las cuales producen células sanguíneas y actúa como un reservorio de sustancias químicas, como iones de calcio y de fósforo, los cuales son necesarios para realizar funciones metabólicas; también tiene la capacidad de regenerarse, es decir, se reabsorbe lentamente tejido óseo viejo formando al mismo tiempo uno nuevo; este proceso se realiza durante toda la vida.

Las constantes presiones y tensiones mecánicas que se ejercen sobre el hueso remodelan su estructura, por lo que es un tejido dinámico. Durante la infancia de una persona, el crecimiento del hueso se realiza mediante la combinación de mecanismos de formación y reabsorción del tejido óseo; una vez que se ha alcanzado la etapa adulta, estos procesos se llevan a cabo a un ritmo más lento.

Los huesos que conforman el esqueleto humano están formados por dos componentes fundamentales:

- I. La componente orgánica que está integrada por fibras de colágena en su mayor parte.
- II. La componente inorgánica compuesta principalmente de hidroxapatita que comprende aproximadamente el 70% en peso del hueso y es de la que depende la dureza y rigidez del hueso.

Es importante saber que las fibras de colágena contribuyen principalmente a la elasticidad del hueso.

El hueso presenta en su estructura poros intercomunicados entre las diferentes celdas óseas que lo conforman que permiten el paso de los nutrientes haciéndolo un tejido vivo activo; también proveen un medio para que el hueso vivo se adhiera de forma permanente a un implante; estos poros se observan con mayor claridad en el hueso esponjoso.

Los ortopedistas utilizan injerto de hueso esponjoso para rellenar huecos en las fracturas, el cual extraen de huesos sanos, por lo que se sugirió utilizar hidroxapatita en su lugar, la cual ha sido sometida a pruebas físico-químicas y médico-biológicas para comprobar su utilización en el organismo sin peligro de infección.⁵ Figura 1.

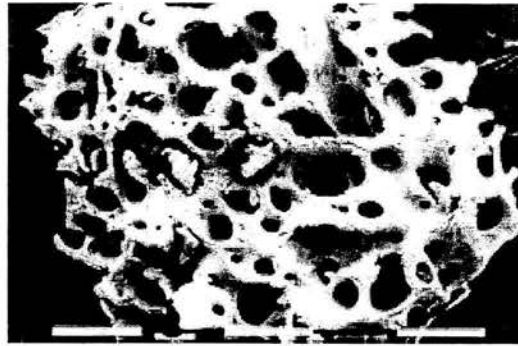


Figura 1. *Hueso Calcinado*

Hidroxiapatita

El término apatita fue aplicado por primera vez a minerales en 1788 por Werner. Este trabajo se refiere a una familia de cristales que responden a la fórmula $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ donde Ca es calcio, P es fósforo y (OH) es un hidróxido que puede, en algunos casos, sustituirse por un compuesto halogenado con fluorina. Con el desarrollo de la difracción de rayos-X se confirmó, en 1926, que la fase inorgánica del hueso es una hidroxiapatita de calcio (Jaffe y Scott 1996)⁶.

La hidroxiapatita (HA), es una apatita compuesta esencialmente por fósforo y calcio, su fórmula es $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, con una relación molar calcio fósforo de 1.67. Es una doble sal de fosfato de tricalcio e hidróxido que tiene una amplia variedad de aplicaciones biomédicas en las que se destaca la reconstrucción ósea, debido a que es el componente mineral del hueso.⁶

En principio, la hidroxiapatita se obtuvo a partir de corales o de huesos humanos y bovinos, a los que se les eliminaban los componentes orgánicos por medio de la calcinación. Actualmente, se obtiene mediante diferentes procedimientos químicos

tales como: método hidrotérmico, precipitación y por proceso sol-gel. El producto generado por alguna de estas vías debe poseer propiedades químicas y/o morfológicas similares a las del hueso para que se pueda reparar el tejido óseo dañado o enfermo. El material empleado en medicina debe ser biocompatible y/o bioactivo, es decir que el cuerpo no rechace un agente externo a pesar de que este interactúe con él y que no cause ninguna reacción tóxica al organismo.

Importancia Médica de la Hidroxiapatita

Tras una lesión, incluidas la extracción de un diente o la inserción de un implante, el hueso puede reconstruirse por medio de procesos fisiológicos de remodelación y cicatrización. Si fuese necesario, en estos procesos pueden incorporarse materiales de aumento óseo para favorecer o estimular el crecimiento del hueso en zonas en las que haya desaparecido como consecuencia de procesos patológicos, traumáticos o fisiológicos.

La hidroxiapatita es el principal constituyente inorgánico de los tejidos óseo y dental. Por este motivo, ha sido empleada como biomaterial o como uno de los componentes de biomateriales compuestos destinados a reparaciones o sustituciones óseas; puede obtenerse a partir de huesos humanos o de bovino; por transformación de materiales naturales como los esqueletos minerales de los corales; o puede ser obtenida artificialmente.

La hidroxiapatita es un fosfato de calcio que se ha considerado como sustituto de hueso por no presentar reacción nociva en el cuerpo y ser bioactivo, lo cual permite estimular el crecimiento de los huesos.

Por años la hidroxiapatita y otros fosfatos de calcio han sido ampliamente utilizados como materiales de implante debido a su composición y alta biocompatibilidad con el hueso natural. Dichos materiales pueden ser aplicados en forma densa o de gránulos.

En 1963 se consideró la utilización de implantes de cerámicos porosos⁷ y más tarde, en 1972, Hulbert *et al.*⁸, demostró que al implantar discos porosos de hidroxiapatita se exhibía una rápida recuperación en comparación con discos compactos de la misma composición e implantados en el mismo lugar. Se ha demostrado que el grado de infiltración de tejido en los poros y formación de hueso nuevo depende de características tales como porosidad y tamaño de poro por lo que el mínimo tamaño necesario es de 100µm y no mayor a 200µm, para que exista osteoconducción.⁹

Métodos para la obtención de cerámicas con porosidad controlada.

Se han desarrollado un gran número de procesos para la elaboración de cerámicas con porosidad controlada algunos de ellos son:

1. El método del polímero de esponja, que fue patentado por Schwartzwalder *et al.*¹⁰, básicamente consta en lo siguiente: se producen poros abiertos a través de una plantilla de esponja polimérica, como el poliestireno, la cual es impregnada por una mezcla de cerámica en polvo con aditivos, se hace un tratamiento térmico en el cual el polímero es calcinado, obteniéndose una cerámica porosa. Este método tiene el inconveniente de que los aditivos utilizados son costosos y no se garantiza que se eliminen por completo, por lo que podría tener reacciones tóxicas para el organismo.
2. El método de espuma polimérica se produjo por primera vez por Sunderman *et al.*¹⁰, se lleva a cabo a través de una mezcla de reactivos y cerámica en polvo, los cuales al combinarse forman una espuma producto de burbujas de los gases que se desprenden de los reactivos utilizados. La desventaja de este método, además de ser costoso, es que el tamaño de

los poros obtenidos no se puede controlar, además de que no son uniformes.

3. El método de consolidación de almidón es una nueva técnica la cual utiliza al almidón como formador de poros¹¹. Las principales ventajas de este método, comparado con el del polímero de esponja y espuma polimérica, son la simplicidad del proceso, la posibilidad de elaborar formas complejas y, la más importante, determinar el tamaño de poro, así como también el bajo costo del material, proceso y equipo utilizado.

Con esta base se diseñó el método que garantiza la obtención de una cerámica porosa con las características deseadas, las cuales son: poros abiertos con un tamaño homogéneo de aproximadamente 100 – 200 μm .

Almidón

Para usos comerciales el almidón es extraído de granos de cereales como son: maíz, sorgo, trigo y arroz, así como de algunas raíces: papa y tapioca, entre otras. Los almidones son utilizados en la industria manufacturera como adhesivos, textiles, papel, alimentos, fármacos y fabricación de algunos materiales.

Las propiedades del almidón, las cuales hacen que éste sea tan ampliamente utilizado son: adhesividad, capacidad de absorber agua, aumento de volumen debido a la absorción de agua, gelificante, estabilizante de espumas, aglutinante, entre otras. Estas propiedades pueden ser modificadas por tratamientos químicos o físicos para obtener características óptimas de acuerdo a la aplicación. Los granos de almidón son generalmente blancos e insolubles en agua a temperatura ambiente.¹²

El almidón consiste, básicamente, en la mezcla de dos tipos de polisacáridos; uno lineal, amilosa y uno ramificado, amilopectina.

La amilosa da al almidón la capacidad de espesamiento en suspensiones acuosas. Las unidades de glucosa que conforman las cadenas poliméricas en el almidón tienen una gran cantidad de grupos hidroxilos y por lo tanto dan un fuerte carácter hidrofílico a los granos de almidón facilitando la dispersión de los granos en medios acuosos. La mayoría de los almidones contienen aproximadamente el 75% de amilopectina y el 25% de amilosa.

Las propiedades físicas tales como tamaño de grano, forma, solubilidad de los almidones naturales son determinados por la razón de contenido de amilosa y amilopectina en el grano de almidón, el cual puede variar entre 2 y 100 μm o más, dependiendo de la clase de planta de la cual fue extraído.¹³

La solubilidad y la capacidad de hinchamiento de los almidones difiere significativamente dependiendo del tipo de almidón, es decir de la planta del cual es extraído. Cuando las moléculas de almidón son calentadas con exceso de agua, la estructura cristalina se rompe y las moléculas de agua se unen por puentes de hidrógeno a los grupos hidroxilos de la amilosa y de la amilopectina, lo cual produce que se incremente la solubilidad y el tamaño de grano. El *almidón de papa* tiene una mayor capacidad de hinchamiento y solubilidad que cualquier otro tipo de almidón; esto es debido a que presenta un alto contenido de grupos fosfato sobre los de amilopectina, lo cual produce que estos se repelen y por lo tanto una mayor hidratación de los granos.

El tamaño de grano puede variar considerablemente de un almidón a otro, el promedio de tamaño de grano del almidón de maíz tiene un rango de 1-7 μm , mientras que el *almidón de papa* tiene un tamaño de grano que va de 22-110 μm .

Tomando en cuenta las características mencionadas, se consideró que el tipo de almidón más conveniente para la realización de este trabajo es el almidón de papa.

Consolidación del almidón

La insolubilidad en agua de los granos de almidón por debajo de 50 °C significa que puede ser manejado y procesado a temperatura ambiente sin que exista cambio en su tamaño. Sin embargo, cuando una suspensión de almidón se

calienta a una temperatura entre 55 y 85 °C, los granos experimentan un rápido e irreversible crecimiento mucho mayor que su tamaño original al absorber agua.

La capacidad de gelación de los granos de almidón en agua, debido a la amilosa, constituye la base del método de consolidación por vaciado en molde. Cuando se tiene una suspensión acuosa de cerámicos en polvo y almidón; las partículas de almidón se hinchan debido a que absorben agua al calentarse por arriba de 55 - 85 °C, la cantidad de agua disponible decrece gradualmente, provocando que las partículas de cerámica se mantengan unidas y como consecuencia, se consolidan en un cuerpo sólido, lo cual permite que sea fácil de desmoldar.¹¹

Como los cerámicos tienen la tendencia a aglomerarse, debido a las fuerzas de Van der Waals¹⁴, se utiliza un dispersante.

La presencia de aglomerados en las suspensiones de cerámicos interrumpe el proceso de densificación (compactación) y por lo tanto se produce una estructura no homogénea; sin embargo esta tendencia puede ser eliminada con la adición de un dispersante apropiado.

El dispersante altera las características de la superficie del polvo cerámico de modo que las partículas no se aglomeran. Al añadir dispersante a la mezcla se garantiza que la viscosidad de la suspensión sea menor y esto por lo tanto nos da una indicación de que las partículas de la cerámica están más dispersas y mejor distribuidas.

CAPÍTULO 3

MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN

Introducción

Las aplicaciones de los materiales, independientemente de que sean metálicos, cerámicos, polímeros o compuestos, depende en gran medida de sus propiedades físicas. Por ejemplo, en Ingeniería Mecánica muchos de los materiales metálicos tradicionales están siendo sustituidos por nuevos materiales que ofrecen mayor resistencia, mejor elasticidad y estabilidad térmica. Las técnicas de caracterización permiten no sólo conocer las propiedades estructurales, tamaño de partícula y composición, sino también, propiedades eléctricas y mecánicas de los diferentes materiales. En este capítulo se describen las diferentes técnicas de empleadas para conocer las propiedades de la hidroxiapatita.

DIFRACCIÓN DE RAYOS-X

Los rayos-X fueron descubiertos por W.C. Röntgen en 1895 mientras experimentaba en la producción de rayos catódicos, dedujo que lo que había encontrado era un nuevo tipo de radiación electromagnética, pero no pudo medir su longitud de onda, hecho que llevó al descubrimiento de la difracción de los rayos-X por los cristales.

Ley de Bragg

En 1913, Bragg dió una interpretación a la difracción de rayos-X producida por los cristales, en ésta se supone la existencia de una familia de planos atómicos paralelos entre sí y a una distancia d (figura 2). Al incidir un haz monocromático de rayos-X con longitud de onda λ , con una inclinación θ respecto al plano, se

producen rayos paralelos (1 y 2) reflejados por los planos atómicos con un ángulo θ .

La diferencia del camino ondulatorio entre ellos es

$$\Delta = (AB+BC)$$

Si esta diferencia de camino ondulatorio es un número entero n de longitudes de onda λ , se observa un máximo de interferencia, por lo que

$$(AB+BC) = n\lambda$$

por geometría se deduce que

$$d/AB = \text{sen}\theta$$

$$BC/BD = \cos\phi = \cos(\pi-2\theta)$$

de aquí que

$$\begin{aligned} n\lambda &= (d/\text{sen}\theta) + (d/\text{sen}\theta)\cos(\pi-2\theta) \\ &= (d/\text{sen}\theta)[1 - \cos 2\theta] \\ &= (d/\text{sen}\theta)[1 - (\cos^2\theta - \text{sen}^2\theta)] \\ &= (d/\text{sen}\theta)[\text{sen}^2\theta + \text{sen}^2\theta] \\ &= (d/\text{sen}\theta)[2\text{sen}^2\theta] \\ &= 2d\text{sen}\theta \end{aligned}$$

por lo tanto

$$2d\text{sen}\theta = n\lambda$$

Esta es la condición de difracción conocida como ley de Bragg, en donde conociendo el ángulo θ se puede calcular la distancia interplanar d .

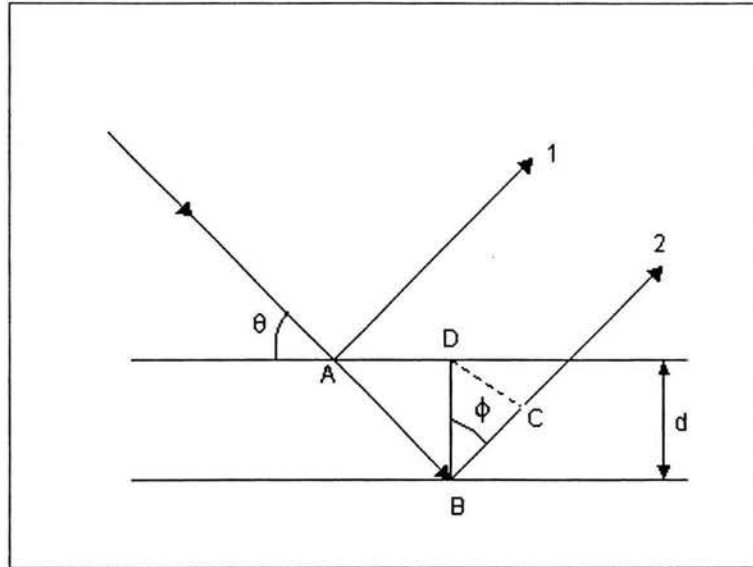


Figura 2. Representación gráfica de ley de Bragg

Análisis de difracción de rayos-X por el método de muestra en polvo

En esta técnica se utiliza una muestra en polvo con el fin de que se produzca una orientación al azar de muchos cristales que asegure que alguna de las partículas estén orientadas en el haz de rayos-X para satisfacer las condiciones de difracción de la ley de Bragg.

Para analizar cristales por rayos-X se utiliza un difractómetro de rayos-X que tiene un contador de radiación para detectar la intensidad del haz difractado. El detector registra automáticamente la intensidad del haz difractado mientras se mueve a lo largo de un goniómetro que está sincronizado con la muestra sobre un rango de valores 2θ , de esta forma se registran al mismo tiempo los ángulos y las intensidades de los haces difractados.

La figura 3 es un patrón de difracción de una muestra de hidroxiapatita pulverizada, los picos de alta intensidad aparecen cuando algún conjunto de planos cristalográficos cumple la condición de difracción de Bragg. Las líneas de

difracción se ensanchan dependiendo del tamaño promedio de los cristales que conforman la muestra.

La hidroxiapatita es un polvo cristalino y, por lo tanto, presenta patrones de difracción de rayos X que permiten caracterizar al material. Estos patrones pueden ser utilizados cualitativamente, para identificar a la hidroxiapatita y cuantitativamente para determinar el grado de pureza y/o cristalinidad.

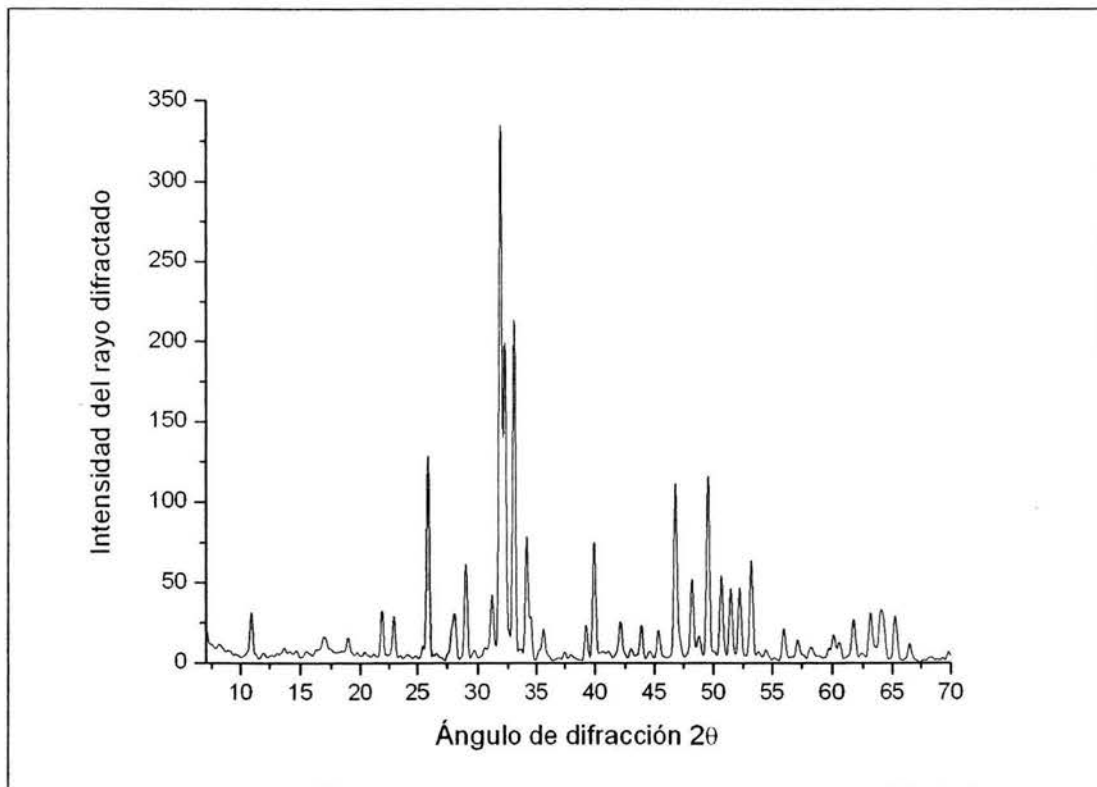


Figura 3. Gráfica de intensidad vs 2θ de una muestra de Hidroxiapatita. La identificación se hace generalmente comparando los picos característicos de cristales cuyo espectro de difracción y composición ya están determinados.

MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (MEB)

El microscopio electrónico de barrido es un instrumento fundamental para el estudio de la morfología y microestructura de materiales sólidos; permite observar el campo de la muestra con profundidad y con una resolución alrededor de 3 nanómetros.¹⁵

Principio de funcionamiento

El microscopio electrónico de barrido es un instrumento que genera un haz de electrones que es focalizado sobre un punto exacto de la superficie de una muestra, recoge y muestra en pantalla las señales electrónicas emitidas por la muestra.

Básicamente, consiste en un cañón que produce un haz de electrones los cuales pasan por una columna al vacío que se enfoca por unos lentes electromagnéticos a la superficie de la muestra figura (4). Los electrones originados en un filamento caliente, generalmente de tungsteno, parten de la muestra con la misma velocidad pero siguiendo trayectorias diferentes. Al entrar a un campo magnético uniforme formado por un solenoide, siguen trayectorias helicoidales para posteriormente, converger en un punto de la muestra observada. Este haz, que se sincroniza con el haz del tubo de rayos catódicos de una pantalla, se rastrea fuera de la muestra. La interacción entre los electrones emitidos, nombrados electrones primarios, con la muestra, producen electrones con diferentes propiedades:

1. Varios electrones primarios, dependiendo del voltaje que los acelere, penetran 10 μm en el sólido. Sus trayectorias cambian y van perdiendo su energía al entrar en la muestra. Si esta es lo suficientemente delgada, algunos electrones logran atravesar el material.
2. Algunos otros interaccionan con los átomos de la superficie, de manera que son dispersados formando un ángulo grande con la superficie. Estos se denominan electrones elásticos retrodispersados.

3. Otros más interaccionan con los átomos de la muestra, de manera que se produce una cascada de electrones secundarios a medida que van penetrando el material.

El barrido de electrones secundarios, que se emite de la superficie de la muestra, se colecta por un detector de centelleo. Esta señal se usa para modular la brillantez del tubo de rayos catódicos. De esta manera, la emisión sirve para formar la imagen en la pantalla. Las diferencias en la emisión secundaria son las que permiten observar los cambios en la topografía de la superficie.

Por otro lado, si los electrones retrodispersados se colectan para formar la imagen, se observan contrastes que permiten la identificación de diferencias en la composición química dentro de un material, aunque se pierde la definición en la topografía.

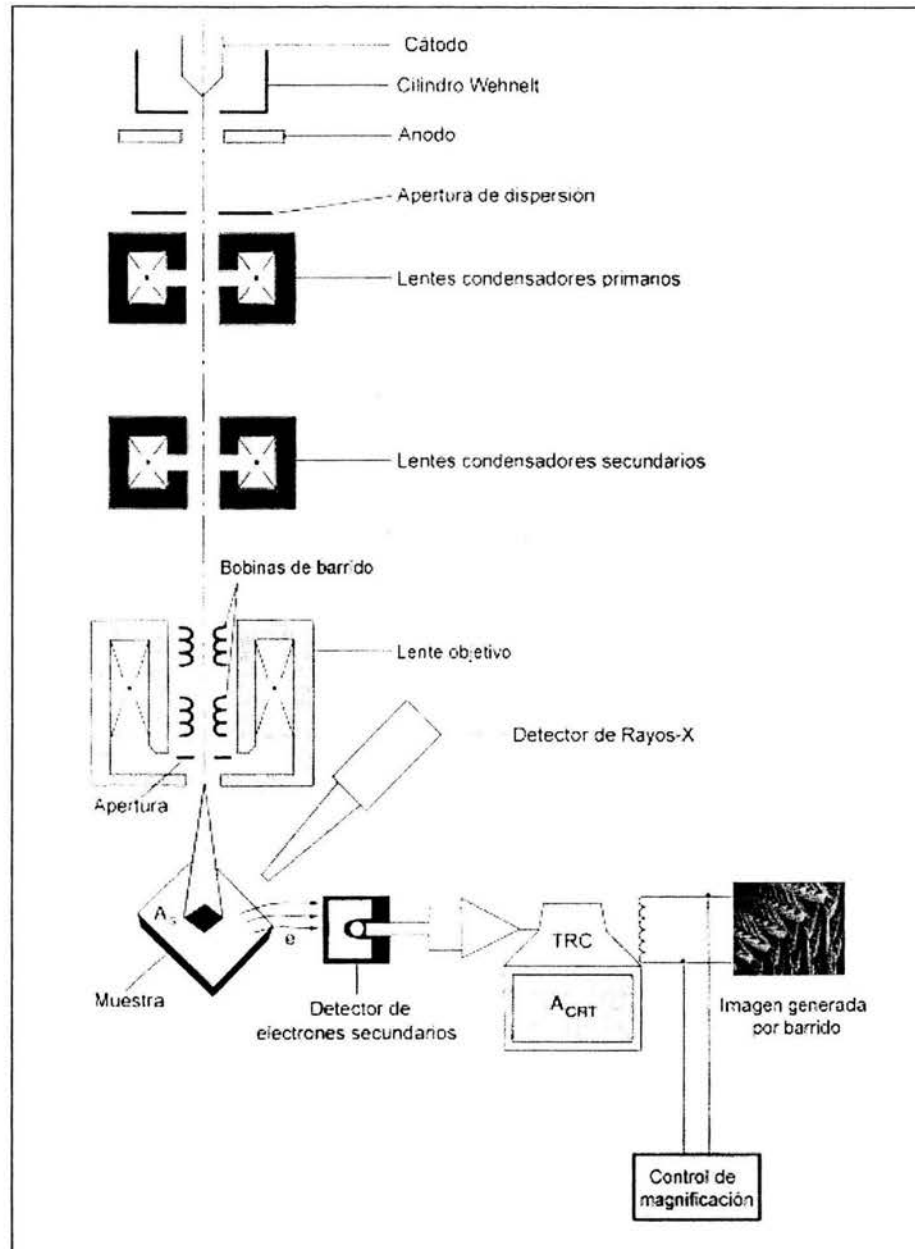


Figura 4. Diagrama del microscopio electrónico de barrido (MEB)

DENSIDAD

La densidad es frecuentemente medida por medio del método de desplazamiento de fluido basado en el principio de Arquímedes¹⁶. En este método se puede utilizar agua o alcohol. La figura (5) muestra un esquema de como se lleva a cabo dicho método en donde W_1 es el peso de la muestra seca, W_2 es el peso de la muestra sumergida en el líquido y W_3 es el peso de la muestra mojada. La densidad y la porosidad tanto de poros abiertos como cerrados se calculan de la siguiente manera:

$$\rho_c = \frac{W_1 \rho_{liq}}{W_3 - W_2}$$

Donde

ρ_c = densidad del cerámico poroso

ρ_{liq} = densidad del líquido

W_1 = cerámico seco.

W_2 = cerámico sumergido en el líquido.

W_3 = cerámico mojado.

El procedimiento es el siguiente:

1. Se pesa el cerámico seco
2. Se pesa el cerámico sumergido en agua
3. Cuando se saca del agua se vuelve a pesar el cerámico
4. Con la densidad del líquido utilizado y la ecuación anterior se obtiene la densidad del cerámico poroso.

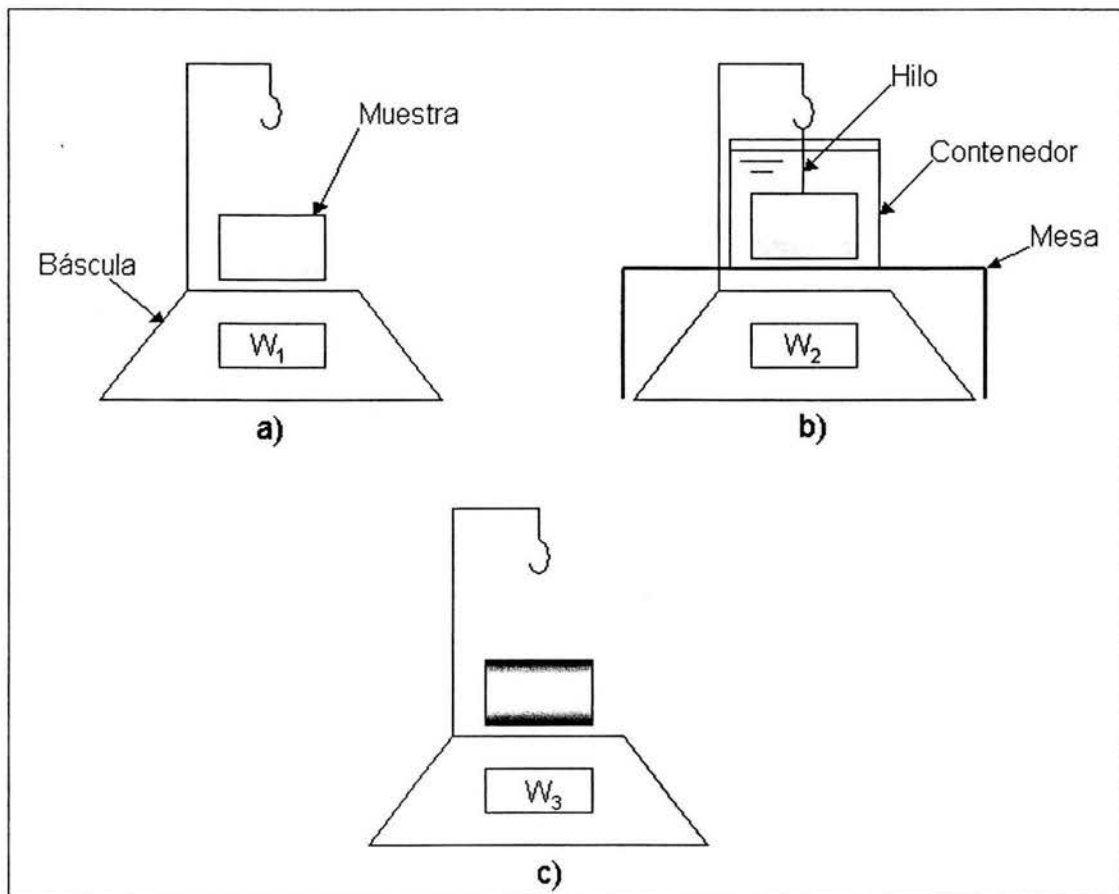


Figura 5. Esquema del método de desplazamiento de fluido. a) Pesar la muestra en seco, b) Pesar la muestra sumergida en agua, c) Pesar la muestra mojada.

CAPÍTULO 4

MÉTODO EXPERIMENTAL

Se utilizó el método de consolidación del almidón, utilizando hidroxiapatita como cerámica y almidón de papa como formador de poros debido a las características antes mencionadas. Para la realización de las muestras se consideró variar la proporción de hidroxiapatita con respecto al almidón de papa y de acuerdo a los resultados obtenidos, se fijó la proporción de hidroxiapatita y almidón más conveniente y se varió la cantidad de agua.

MATERIAL

Para obtener hidroxiapatita porosa se utilizó hidroxiapatita en polvo (HA), la cual se coloca en un molino de bolas durante 72 horas, para desaglomerar y obtener un tamaño de partícula de aproximadamente $0.1\ \mu\text{m}$, se utilizaron bolas de ágata como medio de molienda. El almidón de papa también se introduce en el molino para conseguir un tamaño de partícula de $55\mu\text{m}$ aproximadamente, y finalmente se empleó carbonato de amonio, Mallinckrodt, como dispersante, Los materiales utilizados en este trabajo se listan en la Tabla 1 con algunas de sus características.

Tabla 1. Materiales utilizados.

	Densidad (gr/cm ³)	Tamaño de partícula (μm)
Hidroxiapatita	3.156	0.1
Almidón de papa	1.43	50
Carbonato de amonio	0.83	*****
Agua	1	*****

Nota: se empleó carbonato de amonio como dispersante de la HA.

PROCEDIMIENTO

Para preparar cerámicos porosos con un porcentaje en volumen de 50% de hidroxiapatita, 50% de almidón y 12 ml de agua se sigue el siguiente procedimiento:

Se disuelven 0.0789 g de carbonato de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ en 6 ml de agua, agitando durante 15 minutos, posteriormente se agregan 7.89 g de hidroxiapatita en polvo en el transcurso de una hora y se deja con agitación mecánica por 30 minutos más para obtener una mezcla homogénea. Por último se añaden 3.575 g de almidón de papa muy lentamente sin dejar de agitar y 6 ml de agua, se mezcla por una hora para homogeneizar.

Se pueden elaborar una gran variedad de formas con el método de consolidación de almidón utilizando moldes de plástico con la forma deseada; en este caso se utilizan moldes cilíndricos de plástico de radio 4 cm y 1cm de altura, con tapa.

La mezcla obtenida anteriormente se vacía en un molde, el cual se calienta a 85 °C por una hora, en esta etapa se lleva a cabo la consolidación. Los moldes se tapan para evitar que se evapore el agua e impedir contracciones. Después se saca la cerámica del molde y se seca en un horno a 120 °C por 24 horas.

Posteriormente se lleva a cabo el calcinado a 500 °C, durante esta etapa los materiales orgánicos utilizados (que en este caso es el almidón de papa) se eliminan, por lo que se debe subir muy lentamente la temperatura, el aumento fue de 1 °C/min, ya que si no se controla la temperatura se pueden formar grietas y defectos en la pieza. Para garantizar la eliminación de dichos materiales se mantiene esta temperatura por 2 horas. La sinterización es un tratamiento a alta temperatura, en el que las partículas se unen y de manera gradual se reduce el volumen del espacio entre estas. Se lleva a cabo calentando a una velocidad de 3 °C/min hasta llegar a 1250 °C manteniendo esta temperatura durante 3 horas. Finalmente se hace un enfriamiento lento a 3 °C/min hasta llegar a temperatura

ambiente con el objeto de darle mayor resistencia mecánica al material, ya que de lo contrario, el cerámico que se obtiene es más frágil.

En la figura 6 se muestra la gráfica del tratamiento térmico aplicado al material.

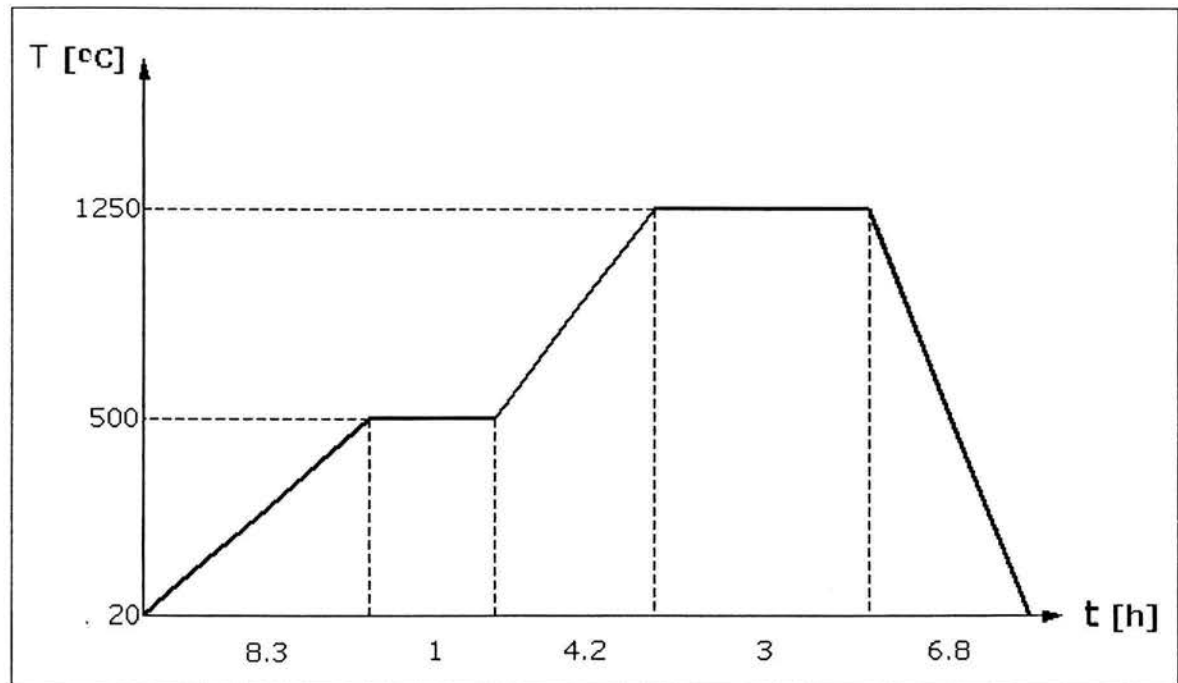


Figura 6. Tratamiento térmico aplicado

En la figura 7 se muestra el esquema del método experimental utilizado para obtener hidroxiapatita porosa. Las proporciones utilizadas de cada material se pueden ver en las tablas 2 y 3.

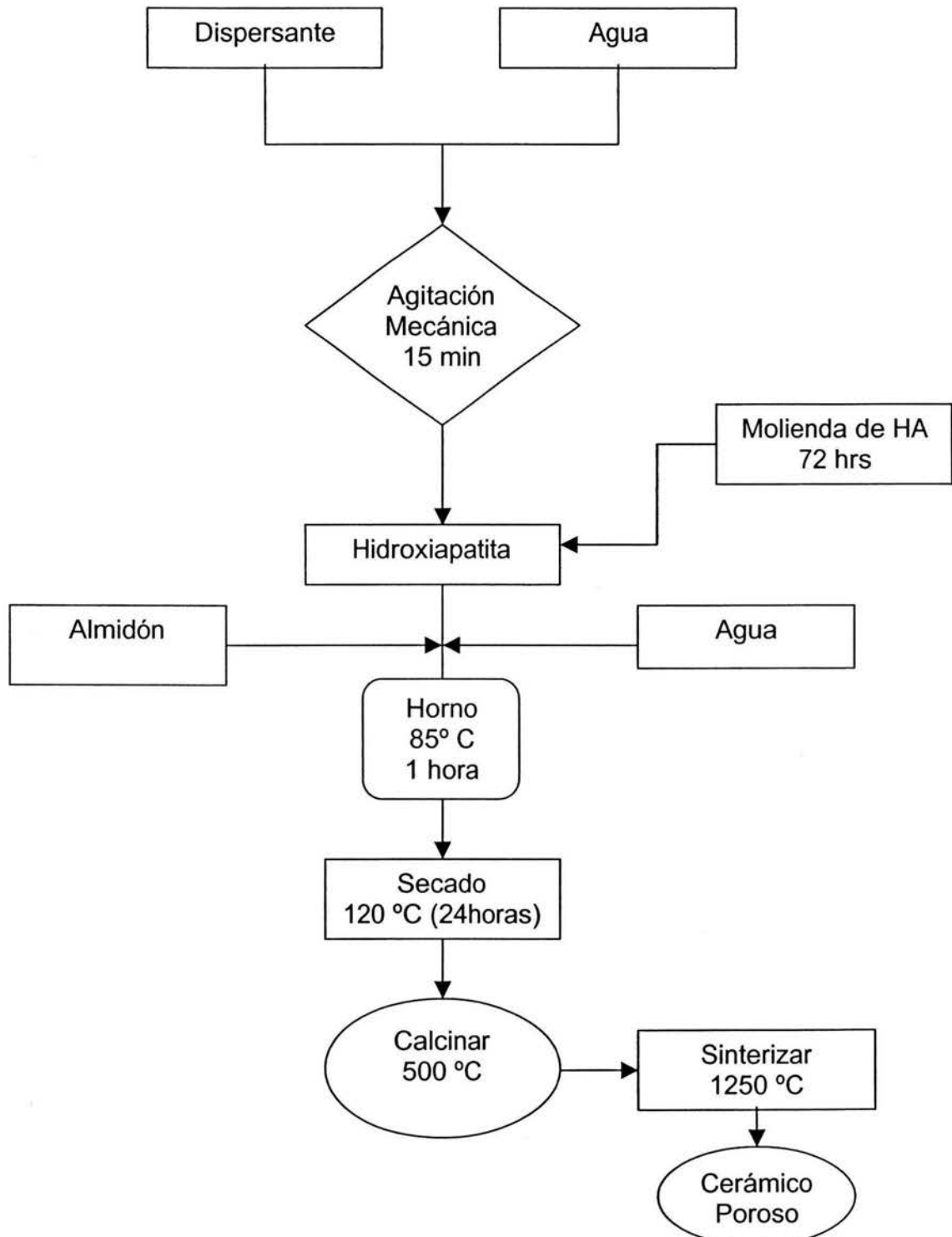


Figura 7. Esquema del método experimental utilizado.

VARIABLES EXPERIMENTALES

Las variables experimentales que se consideran en este trabajo son:

Proporción de hidroxiapatita

La hidroxiapatita es un material muy atractivo para usos médicos puesto que es altamente biocompatible y bioactiva, y ha sido ampliamente estudiada debido a sus aplicaciones en reconstrucción ósea. En este trabajo se consideró variar la proporción en volumen de hidroxiapatita, debido a que es el soporte de la cerámica porosa, por ello se disminuyó su tamaño de grano hasta $0.1\ \mu\text{m}$ aproximadamente, con esto se fortalece el material, y al llevar a cabo la sinterización se obtiene mayor resistencia del cerámico con una mayor cantidad de hidroxiapatita, pues una de las funciones del sinterizado es unir los granos en una masa sólida.¹⁷

Proporción de almidón

La cantidad de almidón agregado es importante, ya que de esta cantidad depende el número de poros que se forman; por lo que se hicieron muestras con diferentes proporciones en volumen de almidón.

Cantidad de agua

Para la elaboración de HA porosa se tiene que agregar agua, ya que de ésta depende la formación de poros; por lo cual en este trabajo se varió la cantidad de agua añadida.

VARIACIÓN DE LA PROPORCIÓN DE HA

Se varió la proporción de HA en un rango del 30 al 70%, manteniéndose constante la cantidad de agua agregada en 10 ml (tabla 2). El procedimiento utilizado fue el descrito con anterioridad (ver figura 7).

Tabla 2. Porcentajes y cantidades utilizados.

Muestra	%HA	HA (g)	%Almidón	Almidón (g)	Agua (ml)
M1	30	4.73	70	5.01	10
M2	40	6.31	60	4.29	10
M3	50	7.89	50	3.57	10
M4	60	9.46	40	2.86	10
M5	70	11.05	30	2.15	10

Nota: el porcentaje de la hidroxiapatita y el almidón son en volumen.

VARIACIÓN EN LA CANTIDAD DE AGUA AGREGADA

Se varió la cantidad de agua en un rango de 20 a 12 ml, conservándose el porcentaje de hidroxiapatita y almidón en 50% (tabla 3), cabe mencionar que se llevó a cabo el mismo procedimiento ya descrito en la figura 6.

Tabla 3.Variación de la cantidad de agua.

Muestra	%HA	%Almidón	Agua (ml)
M6	50	50	12
M7	50	50	13
M8	50	50	15
M9	50	50	20

Nota: el porcentaje de la hidroxiapatita y el almidón son en volumen.

Es importante mencionar que se hicieron, al menos, cinco pruebas de cada muestra.

CARACTERIZACIÓN DE HIDROXIAPATITA POROSA

DIFRACCIÓN DE RAYOS-X

Las muestras obtenidas se analizaron por difracción por rayos-X, utilizando un difractómetro de polvos Brucker D8 (radiación $K\alpha$ -Cu y monocromador secundario de grafito) para realizar la identificación de las fases presentes en cada uno de los cerámicos porosos obtenidos.

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Se usó un microscopio de barrido (LEICA Cambridge Stereoscan 440) para determinar la microestructura de las cerámicas porosas obtenidas. Se determinó el tamaño de poro aproximado a partir de las fotografías obtenidas.

DENSIDAD

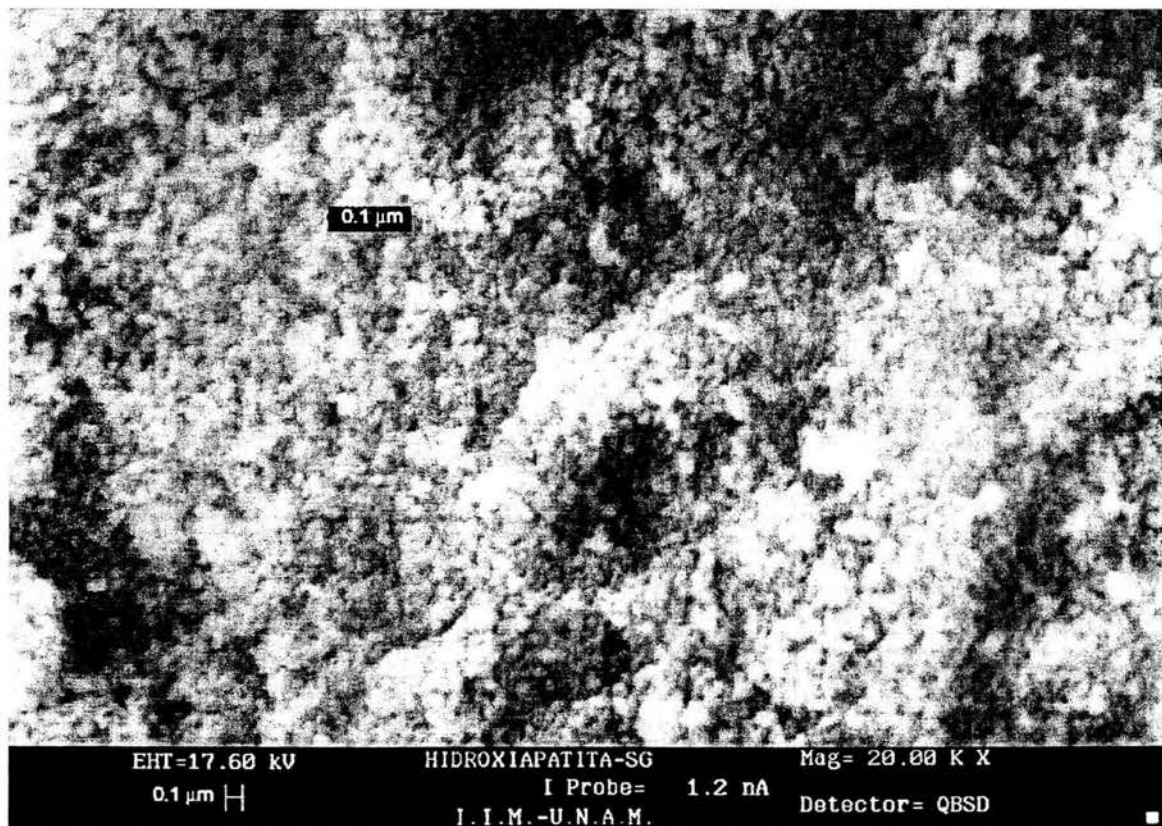
Las pruebas de densidad se llevaron a cabo por medio del método de desplazamiento de agua de Arquímedes, con el cual se pudo determinar la densidad del cerámico poroso.

CAPÍTULO 5

RESULTADOS

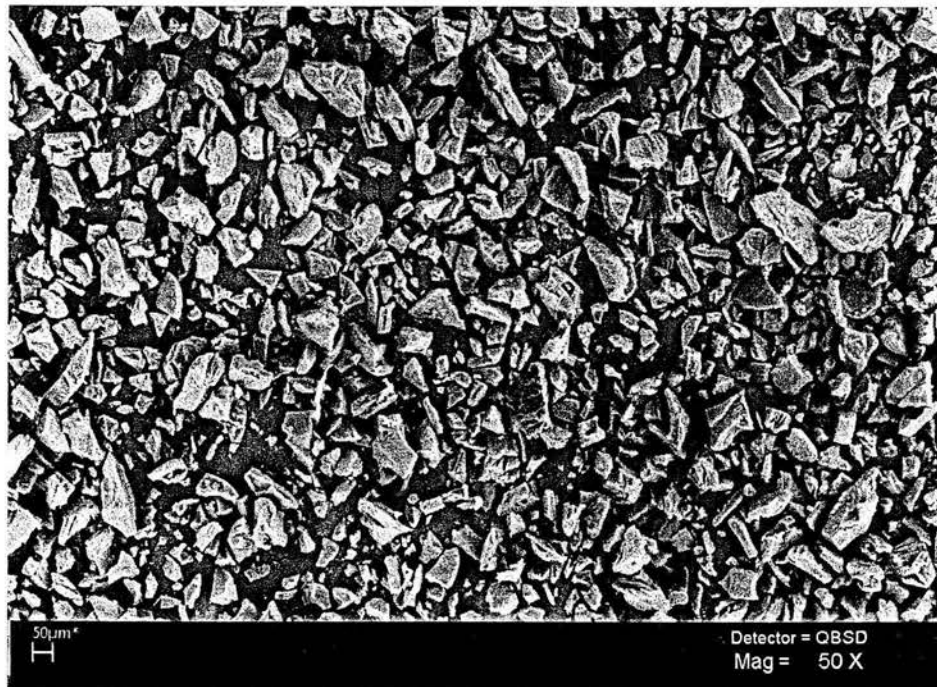
MATERIAL

En la fotografía 1 se muestra la hidroxiapatita en polvo utilizada para elaborar las muestras, la cual tiene un tamaño aproximado de partícula de $0.1\ \mu\text{m}$ y que fue obtenida después de 72 horas de haber sido molida en un molino de bolas, empleando como medio de molienda bolas de ágata.



Fotografía 1. Microestructura de la hidroxiapatita

Para la elaboración de cerámicos de hidroxiapatita porosa se utilizó almidón de papa en polvo. En la fotografía 2 se muestra la microestructura del almidón de papa.



Fotografía 2. Microestructura del almidón de papa

DIFRACCIÓN DE RAYOS-X

Los patrones de difracción de rayos-X se muestran en la figura 8. Los ángulos de difracción y la intensidad de cada máximo de difracción fueron comparados con el difractograma de la hidroxiapatita utilizada para elaborar cada una de las muestras, de aquí podemos observar que todas las muestras presentan solamente una composición: hidroxiapatita.

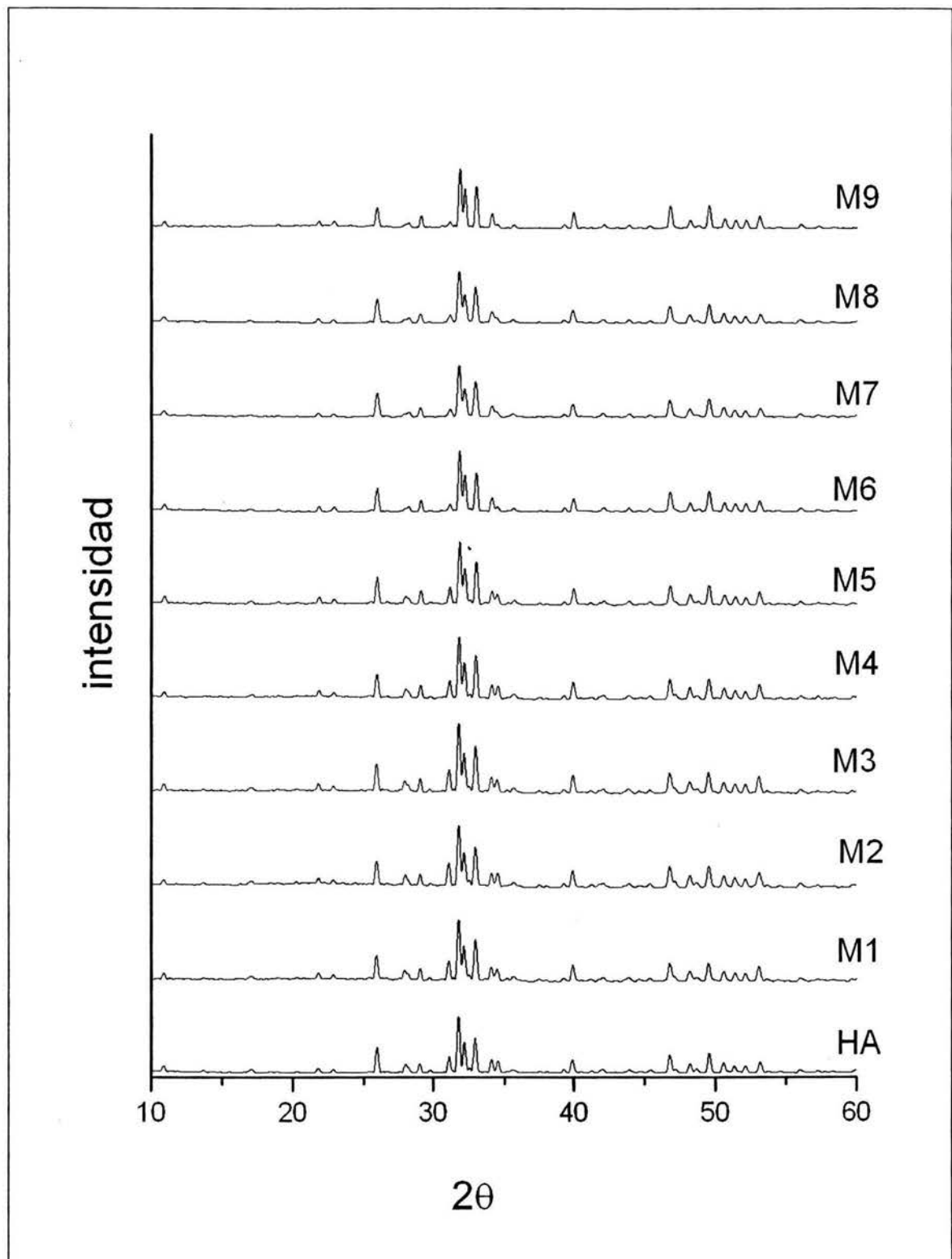
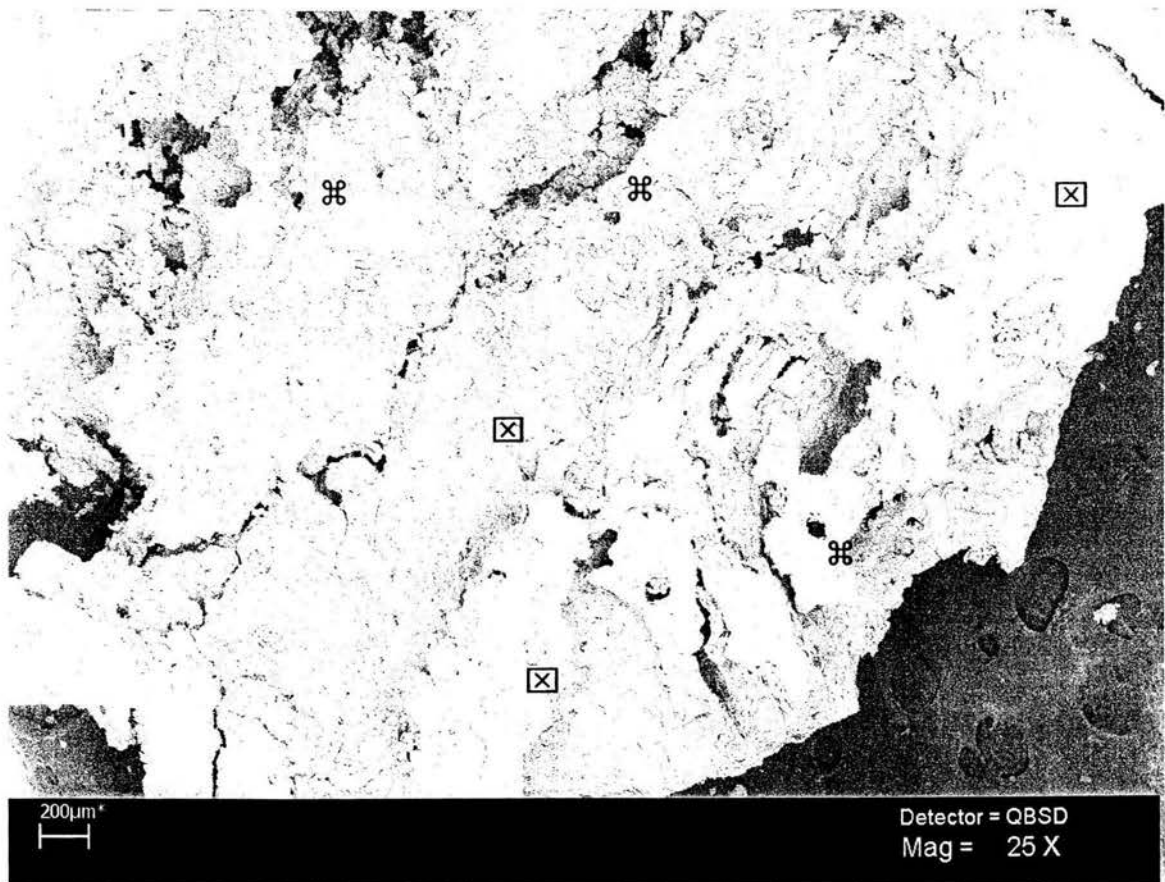


Figura 8. Difractogramas de la hidroxiapatita (HA) y las muestras obtenidas

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

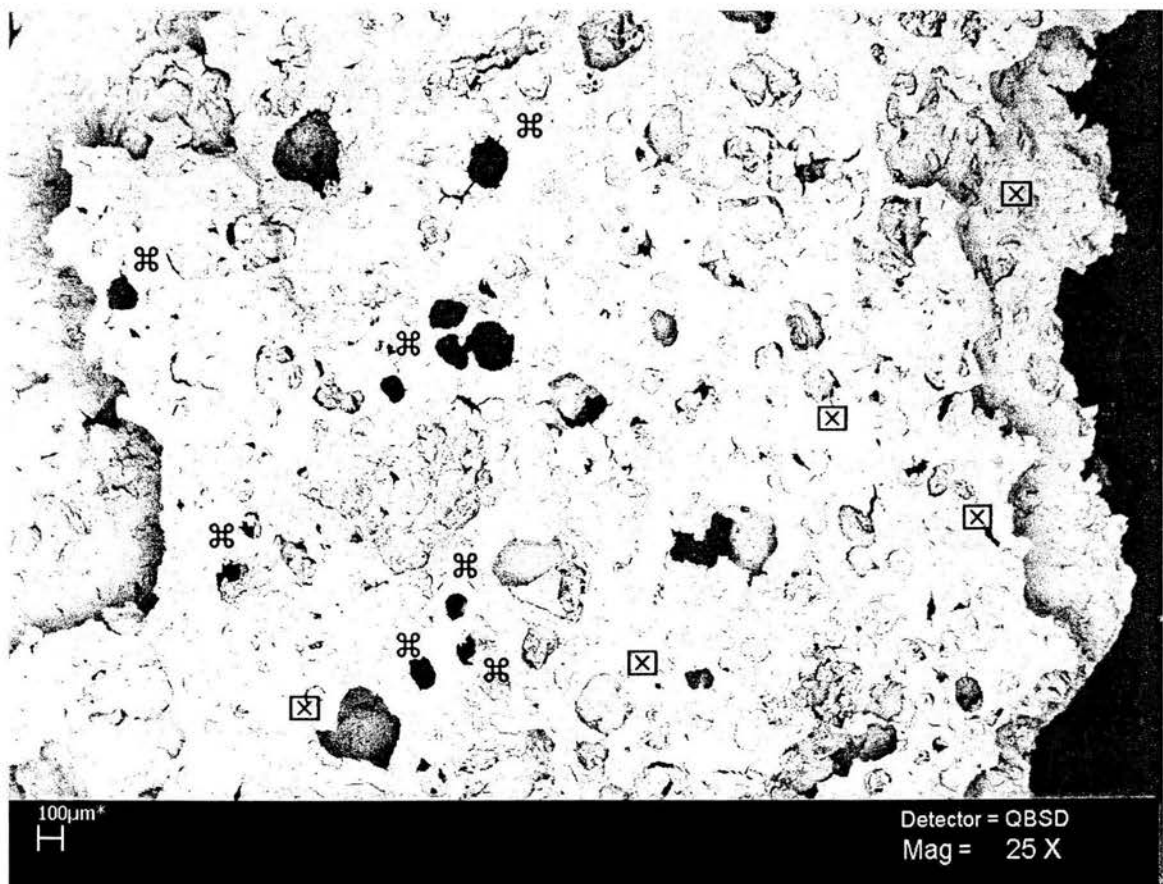
Se obtuvieron las siguientes fotografías de las muestras obtenidas con el microscopio electrónico de barrido. Cabe mencionar que estas fotografías son las más representativas, ya que para cada una de las muestras hechas con las diferentes proporciones de hidroxiapatita y cantidades de agua se hicieron al menos cinco pruebas, como anteriormente ya se había mencionado.

En la fotografía 3 se muestra la microestructura de la M1, en la cual se observan poros cerrados (☒) y sólo existen unos cuantos abiertos (⌘) con un tamaño aproximado de 100 μm , así como también se puede apreciar la presencia de una gran cantidad de grietas, así como también de cavidades.



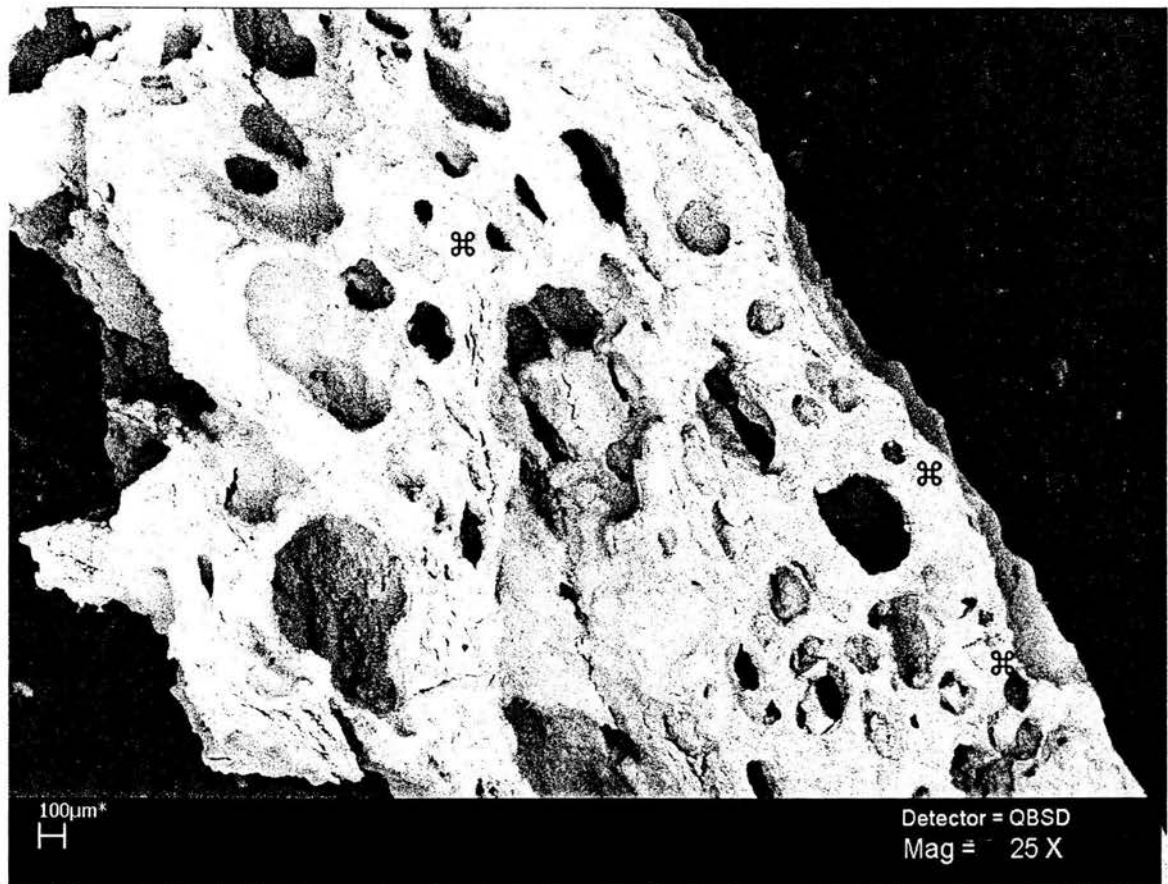
Fotografía 3. Micrografía de la M1

La fotografía 4 muestra la microestructura de la M2 podemos observar una mayor cantidad de poros abiertos (⌘) de tamaño heterogéneo, ya que oscilan entre 100 y 150 μm aproximadamente, también se puede apreciar la formación de algunas cavidades producto de burbujas de aire. Asimismo, encontramos poros cerrados (⊠) en una gran parte del cerámico.



Fotografía 4. Micrografía de la M2

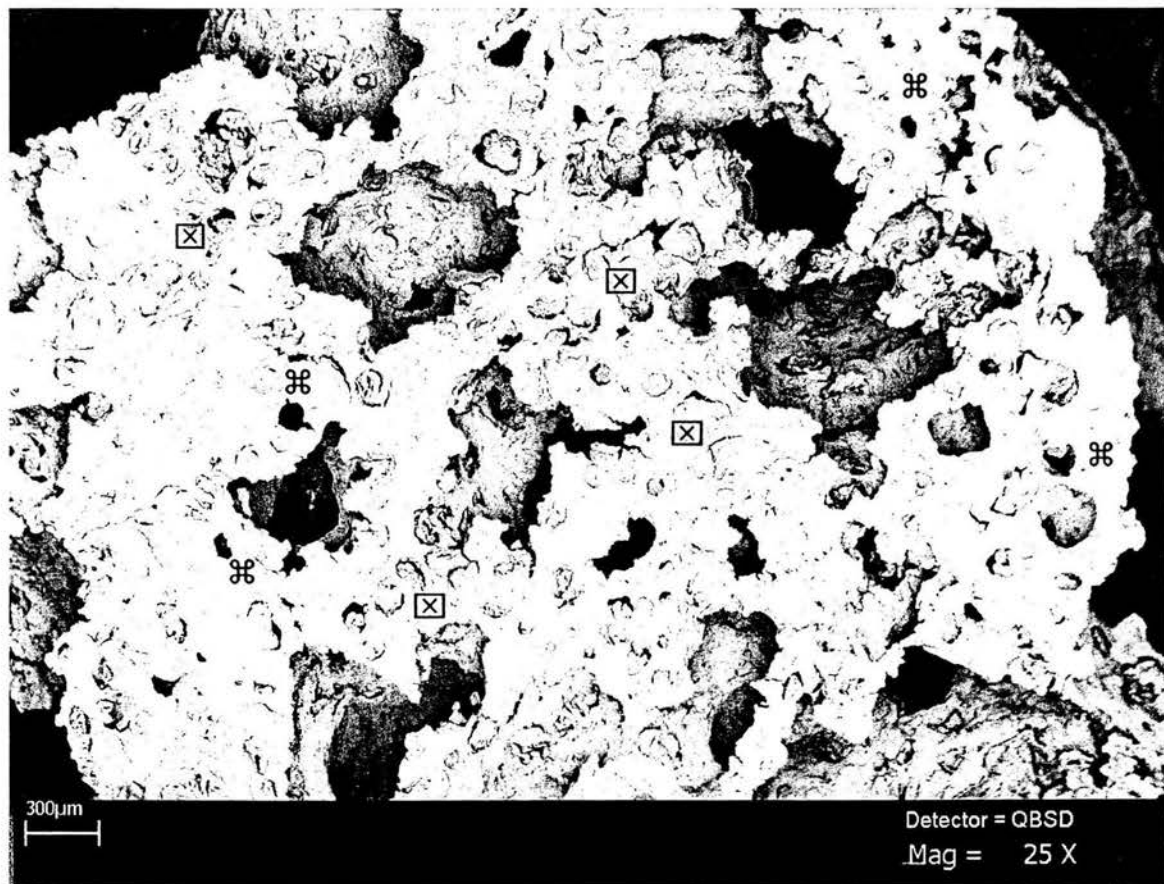
En la fotografía 5 se presenta la microestructura de la M3, en la cual podemos observar una gran cantidad de poros abiertos (⌘), cuyos tamaños van desde 100 hasta 300 μm aproximadamente. Debido al gran tamaño de los poros se puede deducir que éstos fueron producto de burbujas de aire en la mezcla, también.



Fotografía 5. Micrografía de la M3

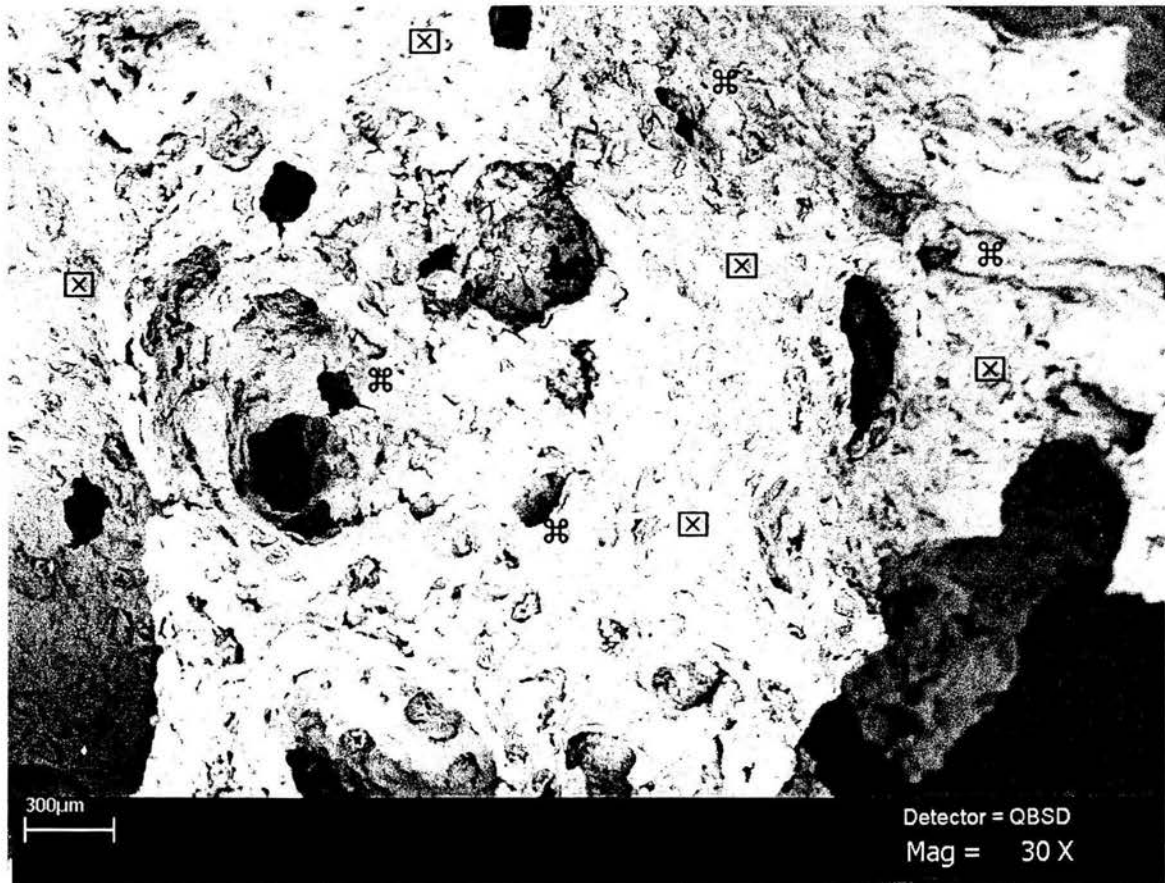
En la fotografía 6 se puede observar que en la M4 solo se formaron unos cuantos poros abiertos (⌘) de aproximadamente 100 μm así como grandes cavidades de aproximadamente 300 μm formadas por burbujas de aire.

En general los poros son cerrados (⊠).



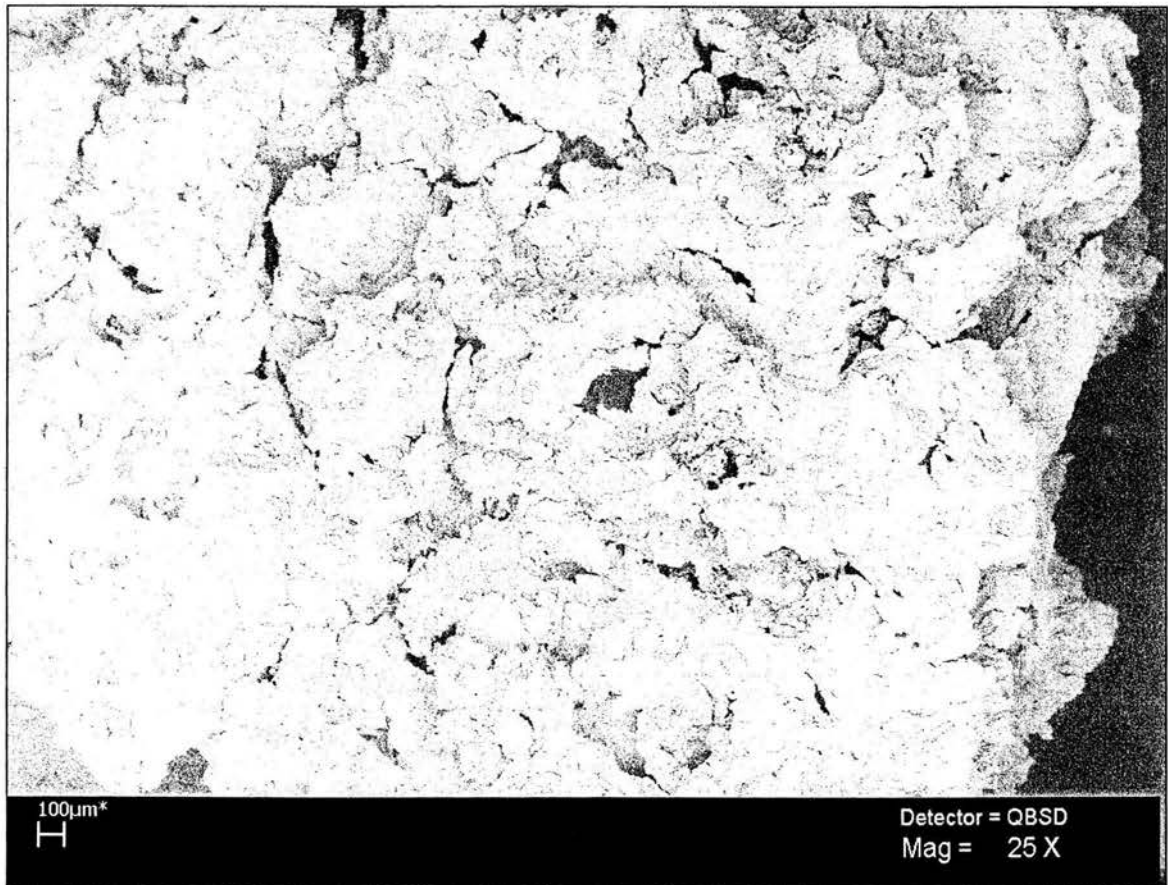
Fotografía 6. Micrografía de la M4

En la fotografía 7 se presenta el cerámico obtenido de la M5 en el cual podemos observar que sólo se formaron unos cuantos poros abiertos (⌘), y una amplia región de está constituida por poros cerrados (⊠). También se puede ver la presencia de cavidades producto de burbujas de aire.



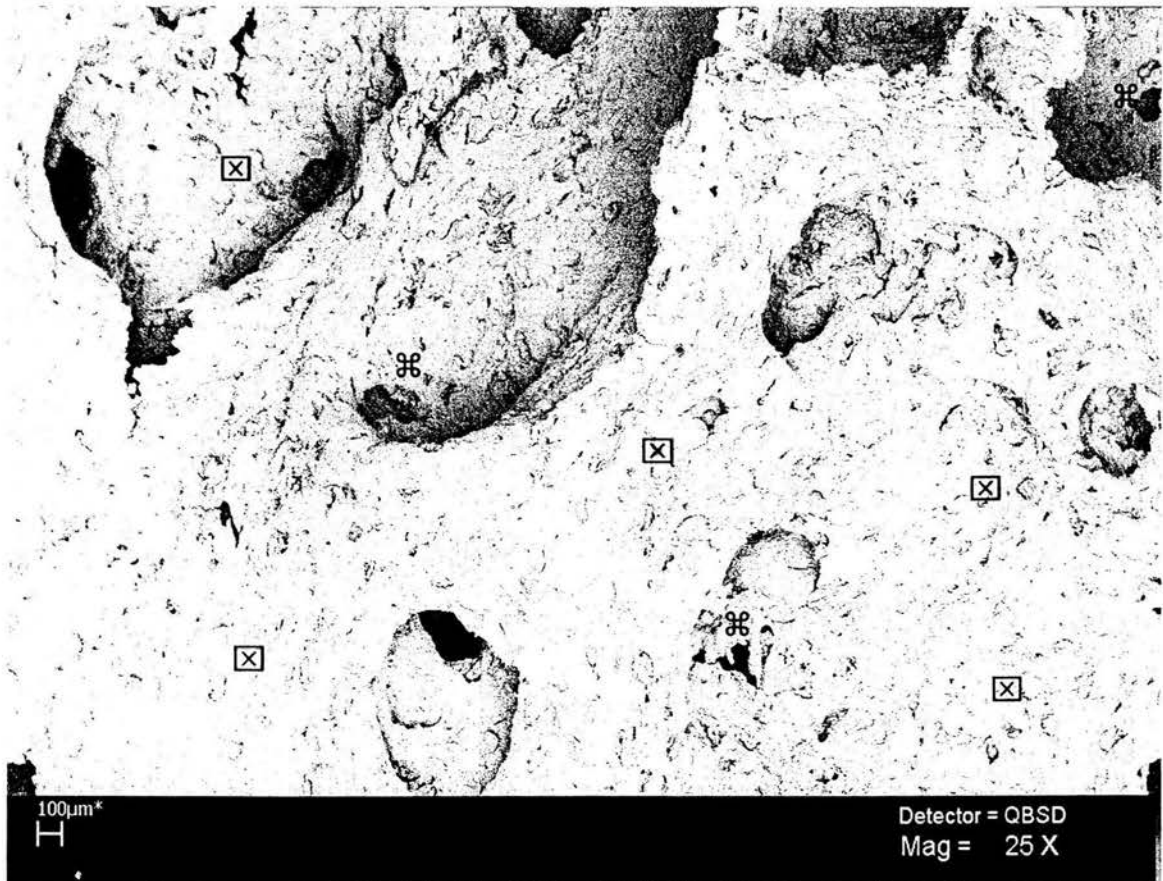
Fotografía 7. Micrografía de la M5

En la fotografía 8 se muestra la microestructura de la M6, en la cual podemos observar que no se logró formar ningún poro abierto, así como también presenta una gran cantidad de grietas.



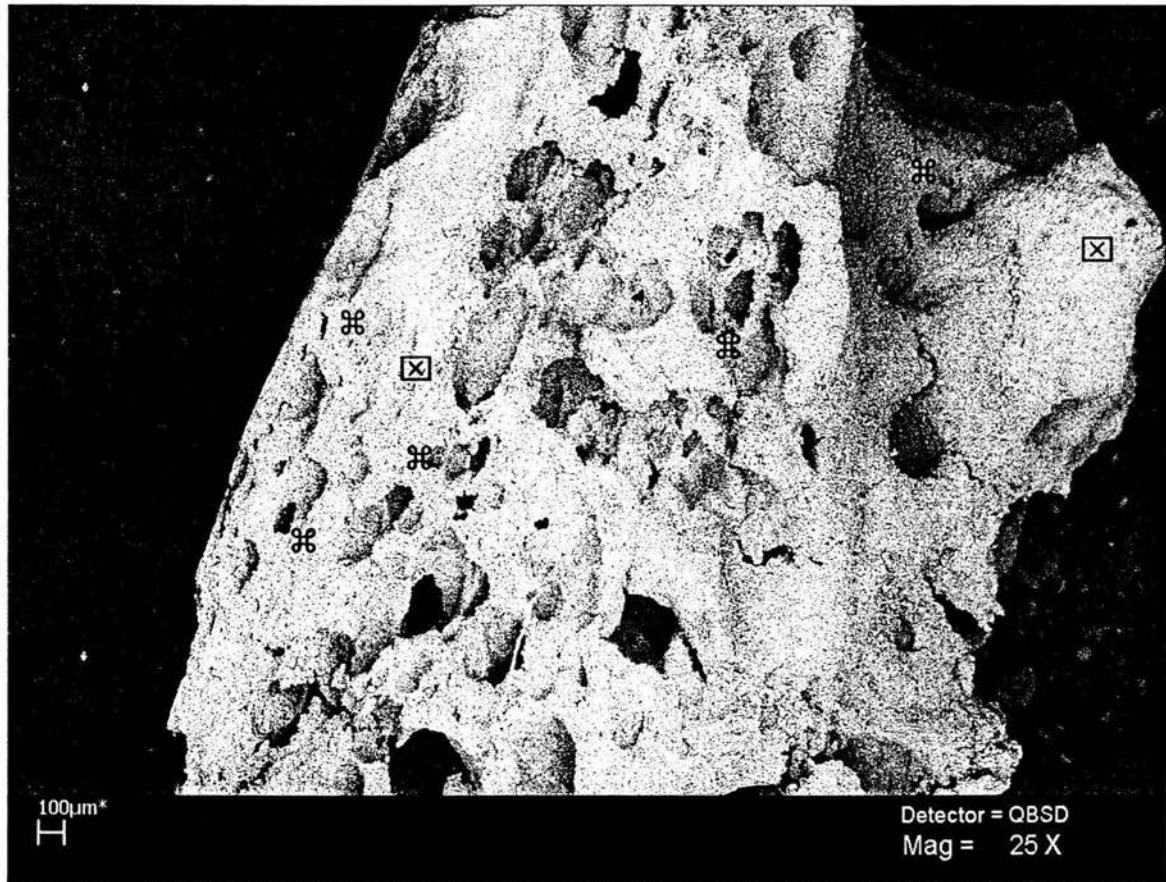
Fotografía 8. Micrografía de la M6

En la fotografía 9 se puede apreciar que una gran parte de la M7 está constituida por poros cerrados (☒) y por cavidades que son producto de la presencia de burbujas de aire en la mezcla del cerámico. Se puede identificar también que sólo se formaron unos cuantos poros abiertos (⌘).



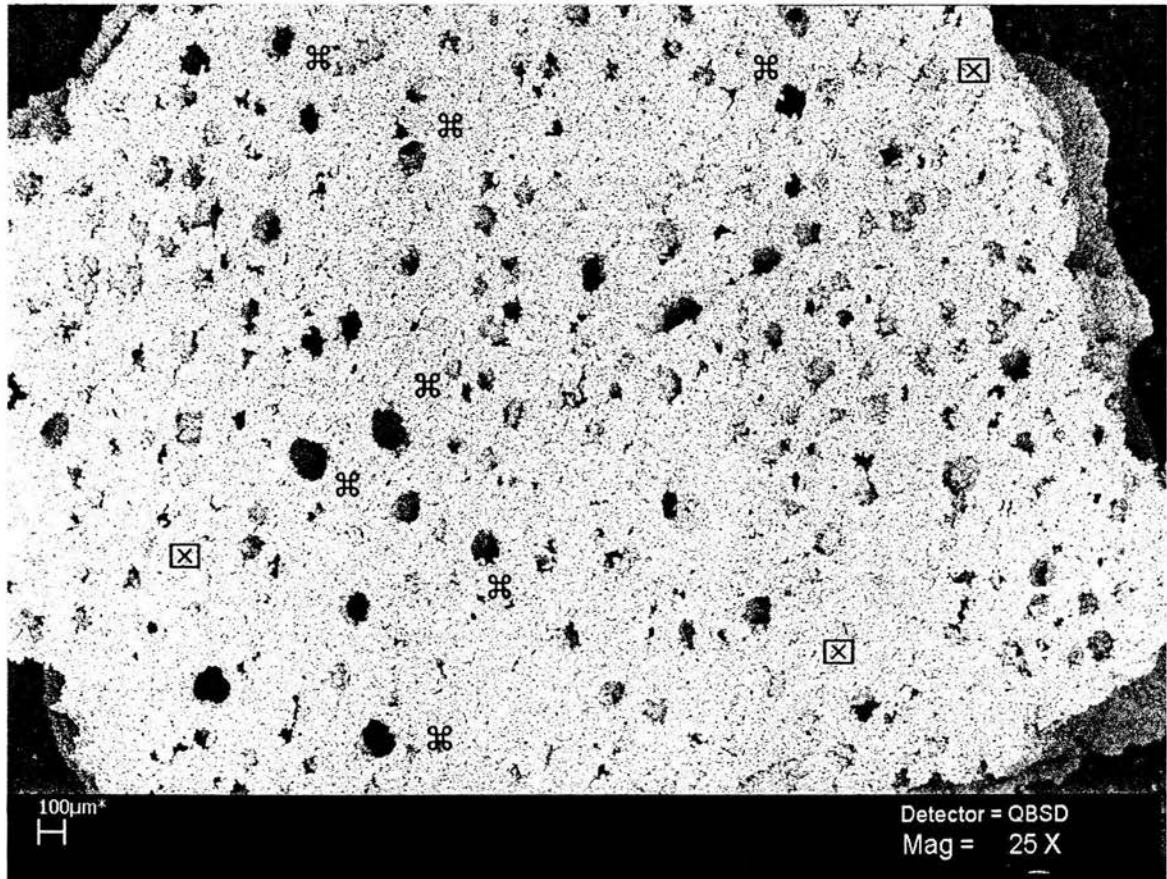
Fotografía 9. Micrografía de la M7

En la M8 (fotografía 10) podemos observar la formación de algunos poros abiertos (⌘) de aproximadamente 100 μm , así como también algunas regiones las cuales están formadas por poros cerrados (⊠). Se aprecian algunas grietas alrededor de las cavidades formadas por aire.



.Fotografía 10. Micrografía de la M8

En la fotografía 11 se puede observar a la M9 en la cual se formaron poros abiertos (⌘) de aproximadamente 100 μm , es importante mencionar que el tamaño de los poros formados es homogéneo y que sólo existen pequeñas regiones en las cuales se formaron poros cerrados (⊠).



Fotografía 11. Micrografía de la M9

DENSIDAD

La densidad de las muestras fue determinada por el método de Arquímedes por inmersión en agua. Los resultados son el promedio de cuatro mediciones para cada composición.

Variación de la proporción de Hidroxiapatita

La tabla 5 muestra las densidades de los cerámicos porosos obtenidos con diferentes proporciones de Hidroxiapatita.

Tabla 5. Densidades obtenidas de la variación en la proporción de hidroxiapatita.

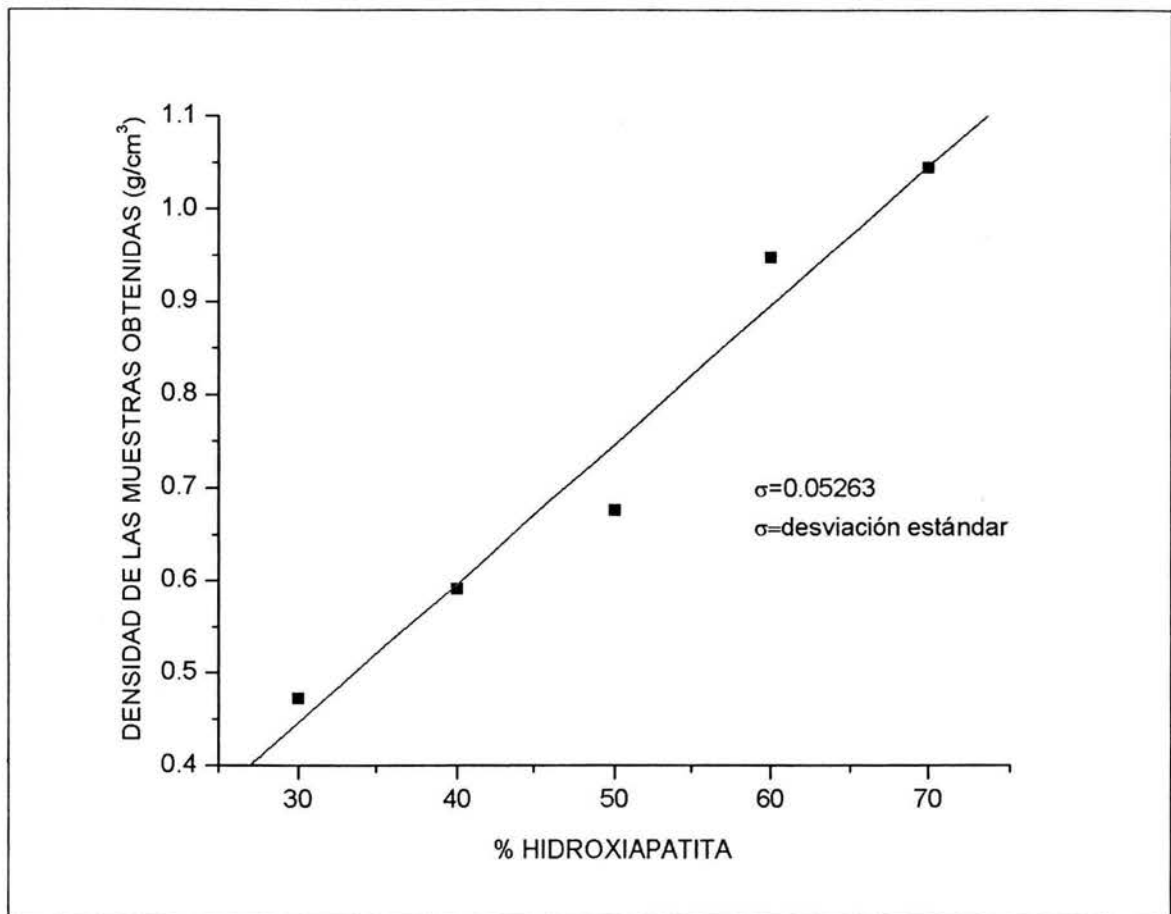
Muestra	Agua (ml)	%HA	ρ_c (g/cm ³)
M1	10	30	0.472 ± 0.005
M2	10	40	0.591 ± 0.06
M3	10	50	0.676 ± 0.01
M4	10	60	0.948 ± 0.01
M5	10	70	1.044 ± 0.04

ρ_c = densidad del cerámico poroso.

HA= Hidroxiapatita.

NOTA. Se utilizó la misma cantidad de dispersante en todas las muestras la cual fue de 0.1% del peso de Hidroxiapatita.

La gráfica 1 muestra los resultados obtenidos de la densidad vs %HA.



Gráfica 1. Densidad vs %HA

Variación de la cantidad de agua

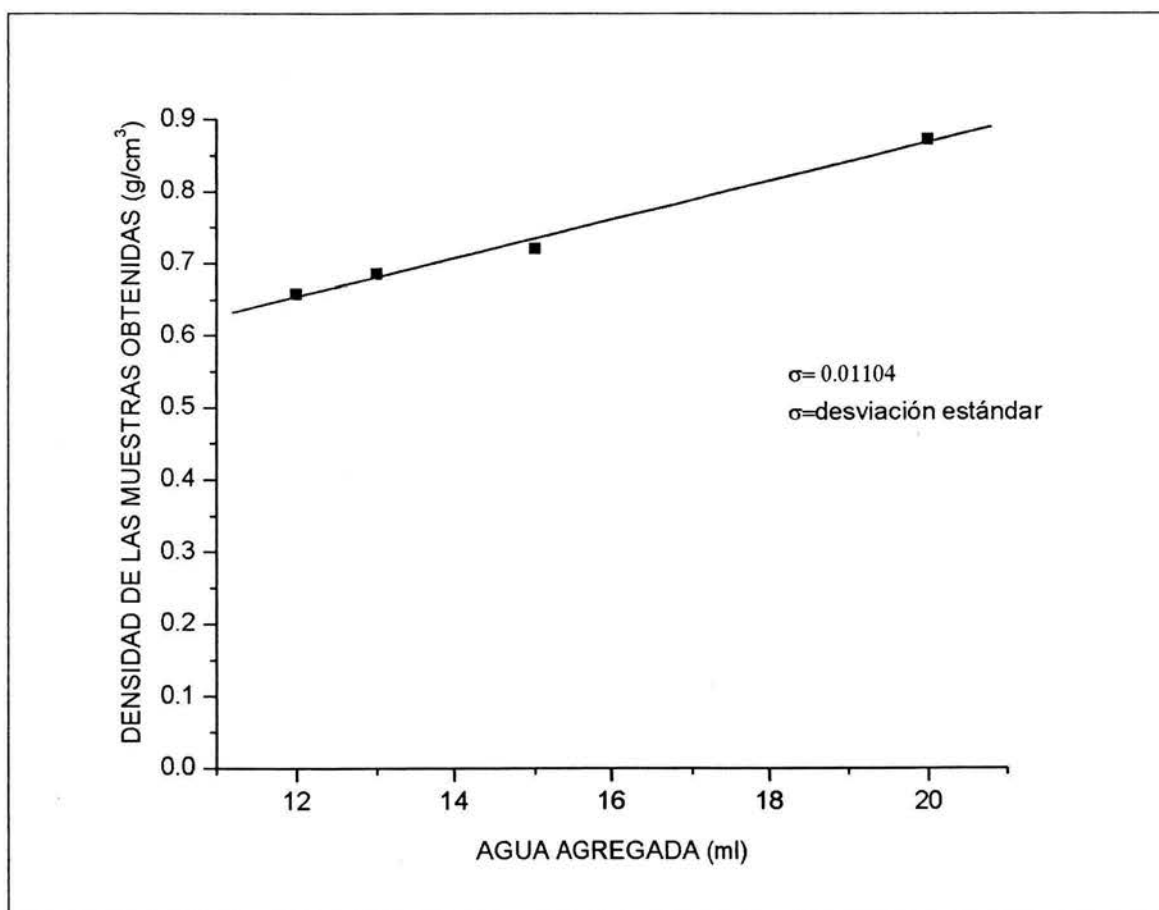
A continuación, la tabla 6 muestra las densidades de los cerámicos porosos obtenidos, manteniendo la misma proporción de hidroxiapatita y almidón; variando la cantidad de agua.

Tabla 6. Densidades.

Muestra	Agua (ml)	%HA	$\rho_c(\text{g/cm}^3)$
M9	12	50	0.658 ± 0.01
M8	13	50	0.686 ± 0.01
M7	15	50	0.721 ± 0.02
M6	20	50	0.873 ± 0.05

ρ_c = densidad del cerámico poroso.

NOTA. Se utilizó la misma cantidad de dispersante en todas las muestras la cual fue de 0.1% del peso de Hidroxiapatita.



Gráfica 2. Densidad vs Cantidad de agua

DISCUSIÓN

DIFRACCIÓN DE RAYOS-X

De los patrones de difracción es evidente que el producto final que se obtuvo consiste en hidroxiapatita pura, y que no se presenta alguna otra fase en los difractogramas. La composición es uno de los parámetros más importantes de la hidroxiapatita porosa, ya que esto determina que tan biocompatible es. En este estudio, los patrones de difracción de las muestras con diferente proporción de hidroxiapatita, almidón y agua, coinciden con el patrón de difracción de la hidroxiapatita utilizada como materia prima de todas las muestras, es muy importante constatar que no se altera la composición de las muestras, ya que a temperaturas de 1250 °C la hidroxiapatita puede ser inestable y formar otras fases como son fosfatos tricálcicos (β -TCP, α -TCP) y óxido de calcio (CaO); (Suchanet et. al 1997; Tamperi et al, 1997)⁷. Dado que no se presenta ninguna fase adicional en los difractogramas; esto nos indica que la temperatura de sinterización no alteró la composición de la hidroxiapatita, así como también que los materiales utilizados (almidón y carbonato de amonio) fueron eliminados por completo.

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Las fotografías tomadas con el microscopio electrónico de barrido indican que en algunas muestras se presentaron poros abiertos y poros cerrados, así como también se pudo observar el tamaño de estos.

En la muestra M1 (fotografía 3) observamos una gran cantidad de grietas, cavidades y poros cerrados, es importante mencionar que en esta muestra se utilizó la menor cantidad de hidroxiapatita (30%). También se pudo observar, mediante las fotografías, que conforme se fue aumentando el porcentaje de hidroxiapatita la cantidad de poros abiertos se fue incrementando, con el

inconveniente de que se formaron cavidades muy grandes, de aproximadamente 300 μm producto de burbujas de aire, que posiblemente se crearon cuando se realizó la mezcla de agua y almidón, ya que al llenar el molde con la mezcla, si ésta es muy viscosa permite que se queden atrapadas burbujas de aire durante el vaciado, y esto, a su vez, produce que se formen grietas en la cerámica. Un ejemplo representativo de esto es la M4 (ver fotografía 6), así como la M5 (fotografía 7), en las cuales predominan los poros cerrados y cavidades que no fueron producto de los granos de almidón. En estas muestras se utilizó un porcentaje de hidroxiapatita de 60 y 70% respectivamente.

En cuanto a las muestras en las cuales se varió la proporción de hidroxiapatita y almidón (ver tabla 2), los mejores resultados se obtuvieron para la M3 (fotografía 5), esta muestra fue la que presentó la menor cantidad de poros cerrados.

Debido a lo mencionado anteriormente, se eligió una proporción fija de 50% de hidroxiapatita y 50% de almidón para el resto de las muestras, variando únicamente la cantidad de agua.

De las diferentes cantidades de agua agregada a las muestras (ver tabla 4), se observó que a mayor cantidad de agua agregada menor cantidad de poros abiertos y mayor cantidad de grietas, una de las fotografías más representativas es la 8 en la que se muestra a la M6, la cual no presenta poros abiertos.

En la M7 (fotografía 9) a pesar de que se disminuyó la cantidad de agua, únicamente se formaron poros abiertos producto de burbujas de aire, la mayor parte del cerámico está constituida por poros cerrados. En la M8 (fotografía 10) se obtuvieron poros abiertos en el cerámico, con el inconveniente de algunas grietas y cavidades que fueron originadas por burbujas de aire.

Con excepción de la muestra M1 la cual tiene mayor contenido de almidón y la M6 con mayor cantidad de agua, las muestras obtenidas no tuvieron deformaciones significativas, lo cual indica que la mezcla es homogénea.

Por último en la M9 (fotografía 11) se obtuvieron las características que se estaban buscando, las cuales son: poros abiertos cuyo tamaño es en su mayoría homogéneo y de aproximadamente 100 μm , cabe mencionar que en esta muestra no se formaron grietas, ni cavidades por que lo se concluye que no se quedaron

atrapadas burbujas de aire durante el vaciado de la mezcla y que las proporciones ideales para el volumen obtenido de material son: 12 ml de agua, 50% de hidroxiapatita y 50% de almidón.

DENSIDAD

Variación en la proporción de hidroxiapatita

Los resultados de las densidades obtenidas para las muestras en las cuales se varió la proporción de hidroxiapatita y almidón se presentan en la tabla 5 y se muestran en la gráfica 1, podemos observar que la densidad se va incrementando cuando se aumenta el porcentaje de hidroxiapatita agregada, lo cual era de esperarse.

Cabe mencionar que cuando se tienen proporciones bajas de hidroxiapatita, la densidad de la cerámica es menor y por lo tanto son más frágiles, presentan una mayor cantidad de grietas, y tienden a contraerse durante el secado, esto es debido a que existen espacios vacíos entre las partículas de hidroxiapatita. Se puede observar mejor en las micrografías tomadas con el microscopio electrónico de barrido, especialmente en la M1 (fotografía 3) que tiene las características antes mencionadas.

La M5, que es la que tiene la densidad más alta, no presenta grietas, pero al ser más densa tiene menor cantidad de poros abiertos y cavidades que son producto de burbujas de aire. (fotografía 7).

De lo anterior, se concluye que la proporción de hidroxiapatita influye en la densidad de la cerámica, así como también en los defectos que se producen, como grietas. Cotejando con las micrografías tomadas se consideró que la M3 (fotografía 5) es la que presenta las mejores características, las cuales son: menor cantidad de grietas y mayor cantidad de poros abiertos por lo que se mantuvo constante la proporción de hidroxiapatita en 50% y almidón 50%, variando la cantidad de agua agregada.

Variación en la cantidad de agua

De las densidades obtenidas que se muestran en la tabla 6, podemos observar que la densidad se mantiene más o menos constante, excepto cuando la cantidad de agua es muy grande, la densidad es mayor; esto se puede observar en la gráfica 2.

CONCLUSIONES

De la presente investigación se concluye que:

1. Las propiedades tan favorables del almidón como son: su bajo costo y la capacidad de gelación, cuando es calentado a 85 °C con agua, permiten la utilización del almidón, no sólo como formador de poros, si no también para consolidar cerámicos, haciendo que este método sea conveniente para la obtención de hidroxiapatita porosa.
2. El método de consolidación de almidón, ofrece la posibilidad de elaborar estructuras porosas con diferente tamaño de poro que pueden ser utilizadas como implantes óseos y/o como sistemas para la liberación de medicamentos.
3. La densidad depende de la proporción de hidroxiapatita y de agua. Las grietas y cavidades se producen en la cerámica cuando la proporción de almidón es muy grande.
4. La muestra M9 fue la que mejores resultados se tuvo, el tamaño de los poros abiertos fue de 100 μm , lo cual es una de las principales condiciones para que exista osteoinducción, ya que grado de infiltración celular en los poros depende del tamaño de poro. Cabe mencionar que en esta muestra no se formaron cavidades ni grietas.
5. Las proporciones de hidroxiapatita, almidón y la cantidad de agua adecuada para la obtención de hidroxiapatita porosa con tamaño de poro de 100 μm son: 50%, 50% y 12 ml, respectivamente.

REFERENCIAS

1. Choon-ki Lee. OSTEOCONDUCTION AT POROUS HYDROXYAPATITE WITH VARIOUS PORE CONFIGURATIONS. *Biomaterials*. 2000, 21:1291-1298.
2. Piña C. BIOCOMPATIBILIDAD DE MATERIALES. *Revista Mexicana de Física*, 1999, suplemento 1:pp.105 -111.
3. Rojas S. Y Domínguez V. PROCEDIMIENTOS, TÉCNICAS Y COMUNICACIONES EN INJERTO ÓSEO, INVESTIGACIÓN E INFORMACIÓN EN ORTOPEDIA. *Acta Ortopédica Mexicana*. 2002,16:225-239.
4. Hernández R., Palma B. y Piña C. HIDROXIAPATITA Y SUS APLICACIONES. *Revista Mexicana de Física*, 1999, suplemento .144 –147.
5. Tiffit J. T., THE ORGANIC MATRIZ OF BONE TISSUE. *Fundamental and clinical bone physiology*. USA.1980
6. Hench L, Land J. AN INTRODUCTION TO BIOCERAMICS. *World scientific*. USA, 1993.201-203
7. Smith L., HYDROXYAPATITE CERAMIC AS A BONE SUBSTITUTE. *International Orthopedic*, 1990, 74:1487-1510.
8. Hulbert S., Morrison J. and Klawitter, J.. CERAMICS IN CLINICAL APPLICATIONS. *Journal of Biomedical. Materials. Research*. 1972, 20:347.
9. Vaz L., Lopes B., Almeida M. POROSITY CONTROL OF HYDROXYAPATITE IMPLANTS. *Journal of Materials Science*. 1999, 10:239-242.
10. Woyasky S and Curtis E.. POROUS CERAMICS. *American Ceramic Society Bulletin*. 1992. 71:1674-1682.
11. Lyckfeldt S. and Ferreira F. PROCESSING OF POROUS CERAMICS BY STARCH CONSOLIDATION. *Journal of European Ceramic Society*. 1998, 18:131-140
12. *Encyclopedia of Polymer Science and Technology: plastics, resins, rubers and fibers*. Interscience Publischers, New York, 1964, V12: pp. 818-823.
13. Narpinder S. MORPHOLOGICAL, THERMAL AND RHEOLOGICAL PROPERTIES OF STARCHES FROM DIFFERENT BOTANICAL SOURCES. *Food Chemistry*. 2003, 81: 219-231.
14. Osman H. Muchtar A. and Tasirin M. EFFECTS OF DISPERSANT ON THE RHEOLOGICAL PROPERTIES AND MICROESTRUCTURE OF CERAMIC POWDER COMPACTS. *Journal of American Ceramic Society*. 2001, 64: 19-22.

15. Sibila. J. A GUIDE TO MATERIALS CHARACTERIZATION AND CHEMICAL ANALYSIS. Edit. por Jonh P. Sibilia, New York, 1988.
16. Ishizaki, Komarneni and Nanko. POROUS MATERIALS, PROCESS TECHNOLOGY AND APPLICATIONS. Kluwer Academic Publishers . London. 1998, pp 202-204.
17. Groover M. FUNDAMENTOS DE MANUFACTURA MODERNA. Prentice Hall, México, 1997. pp 612-620.
18. Gomez, Godinho, Tchalamov and Reis. ALTERNATIVE TISSUE ENGINEERING SCAFFOLDS BASED ON STARCH. Materials Science and Engineering C. 2002, 20: 19-26.