



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**  
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
ZARAGOZA



***Optimización del proceso de calcinado para la obtención de una  
biocerámica en estado sólido con forma geométrica definida***

**TESIS**

Que para obtener el título de  
**Ingeniero Químico**

**PRESENTA**

Claudia Chávez Guerra

**DIRECTOR DE TESIS**

Dra. Norma Angélica Sánchez Flores  
ICAT, UNAM

**Ciudad de México, 2021**



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.

# AGRADECIMIENTOS

A mi tutora la Dra. Norma Angélica Sánchez Flores del ICAT de la UNAM, por su guía, apoyo y confianza.

Agradezco al ICAT por la beca recibida para finalizar mi tesis de licenciatura.

A la Dra. María de Lourdes Chávez García del Laboratorio de cerámicos FQ de la UNAM, por su colaboración tecnológica en el análisis de las muestras por pruebas de compresión.

Por su apoyo técnico al Sr. Hugo A. Sánchez Flores del ICAT de la UNAM.

E infinitas gracias a mi familia, amigos y en especial a mis hermanos que siempre estuvieron ahí, porque si es verdad que fue un largo camino, no podría haberlo logrado sin su apoyo y sus abrazos reconfortantes, no puedo describir la intensidad de alegría que tengo de al fin culminar y volver realidad lo que fue antes un anhelo para mí, les estaré siempre agradecida por ayudarme a mantener mi fe para no defraudarme, y gracias a las nuevas personas que conocí en el camino, soy muy afortunada de poder coincidir.

*“Ten fe ciega no en tu capacidad para el triunfo, sino en el ardor con lo que lo deseas”*  
HORACIO QUIROGA

## INDICE

INTRODUCCIÓN	3
1. GENERALIDADES	5
1.1 Biomateriales	6
1.2 Andamios	7
1.3 Propiedades mecánicas	9
1.3.1 Propiedades mecánicas del hueso	12
2. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN, MATERIALES Y EQUIPO	13
2.1 Técnicas de caracterización	13
2.1.1 Fluorescencia de Rayos X	13
2.1.2 Prueba de compresión	13
2.2 Materiales	13
2.3 Equipo	14
2.4 Reactivos	14
3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL, BIOMATERIAL	15
3.1 Obtención de Sílice a partir de cáscara de arroz	15
3.2 Método de síntesis, biomaterial	15
3.2.1 Síntesis del gel	15
3.2.2 Pruebas de secado/calcinado	16
3.3 Moldes para calcinado	16
3.3.1 Crisoles	16
3.3.2 Moldes de acero inoxidable	17
3.4 Cajas de acero inoxidable	19
4. RESULTADOS, BIOMATERIAL	21
4.1 Efecto del volumen de gel	21
4.2 Efecto de tratamiento de secado	23
4.3 Efecto de condiciones de calcinado	29
4.4 Efecto del proceso de secado/calcinado del gel	31
4.5 Muestras en crisol enano	35
4.6 Muestras en crisol de zirconio	36
4.7 Obtención de muestras con probetas	38
5. PRUEBA DE COMPRESIÓN	41
5.1 Procedimiento experimental	41
5.2 Resultados experimentales	43
6. CONCLUSIONES	49
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	50

# INTRODUCCIÓN

Los sustitutos óseos son materiales ampliamente utilizados en el área médica y dental, por lo que continuamente se buscan nuevas tecnologías para mejorarlos. Entre los sustitutos más conocidos se encuentran los vidrios bioactivos o biovidrios, los cuales se pueden enlazar tanto al hueso como a los tejidos suaves y pueden estimular el crecimiento del hueso. Los biovidrios proveen una condición apropiada para proliferación, colonización y diferenciación de osteoblastos para formar uniones fuertes a la superficie del implante. Haciendo, estos atributos, que los biovidrios sean los materiales más estudiados.

Desafortunadamente, se tiene una limitada oportunidad de sintetizar un vidrio bioactivo poroso y mejorar sus propiedades fisicoquímicas y mecánicas sin disminuir su bioactividad.

Diversos vidrios han sido utilizados para fabricar andamios macroporosos que imiten la arquitectura trabecular de un hueso. En la mayoría de los casos se utiliza el sinterizado como técnica para obtener andamios, por lo que generalmente se obtienen vitrocerámicas. En general, los andamios obtenidos a partir de vidrios bioactivos incluyen la presencia de un polímero que le otorga una porosidad similar a la de un hueso y conlleva a un efecto adverso en propiedades mecánicas, cinética de degradación, respuesta e interacción celular.

En un trabajo previo, tesis doctoral,<sup>1</sup> se mostró que utilizando la cáscara de arroz como fuente de sílice en la síntesis de un material tipo *Bioglass*, se puede sintetizar una vitrocerámica de calcita y material amorfo de sílice, calcio, sodio y fósforo, acompañado de trazas de magnesio, hierro, aluminio, titanio y otros. El material previamente sintetizado mostro bioactividad, acorde a la prueba de inmersión en solución fisiológica artificial, y una porosidad tridimensional característica de la presencia de andamios. Sin embargo, el material obtenido se presentó como trozos pequeños de material poroso de diferente tamaño.

Por la importancia que tiene el sintetizado de una vitrocerámica con andamios, sin la presencia de un soporte de estructura (polímero), se inició el presente estudio con el objetivo de identificar las condiciones experimentales que permitan la obtención de un sólido rígido con andamios tridimensionales como posible sustituto óseo.

Con la finalidad de conocer el efecto de la velocidad de evaporación del glicerol y su efecto en la obtención de un gel semiseco fluido, en este trabajo se reportan los efectos del secado del gel en diferentes condiciones experimentales. Posteriormente, se analiza la velocidad de calcinado y el efecto de la forma geométrica de los crisoles en la formación de un sólido poroso compacto.

Una vez obtenidas las condiciones experimentales para la obtención de un sólido pequeño poroso en crisol, se extrapola el método para obtener un sólido poroso de dimensiones mayores (aprox. 10 cm de altura).

Por la necesidad de evitar el daño a las muflas utilizadas, por el vapor de glicerol, como parte de este trabajo se diseñaron dos cajas de acero inoxidable que evitarán el contacto

del vapor con las resistencias de las muflas. Aunado a esto, con la finalidad de determinar las propiedades mecánicas de los sólidos obtenidos, acorde al equipo utilizado, se tuvo la necesidad de diseñar moldes en acero inoxidable que pudieran fungir como sustitutos de los crisoles.

La realización de este trabajo se ha llevado a cabo en las instalaciones del Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México.

# 1. GENERALIDADES

Históricamente la función de los biomateriales ha sido reemplazar tejidos enfermos o dañados. La primera generación de estos materiales se seleccionaba por ser bio-inerte, tanto como fuera posible para minimizar la formación de cicatriz en la interface con el tejido huésped. La segunda generación proporciono un implante que permitía la unión interfacial con el tejido huésped. Mientras que la tercera generación, llamados vidrios bioactivos o biovidrios, regeneran y reparan los tejidos dañados.<sup>2</sup>

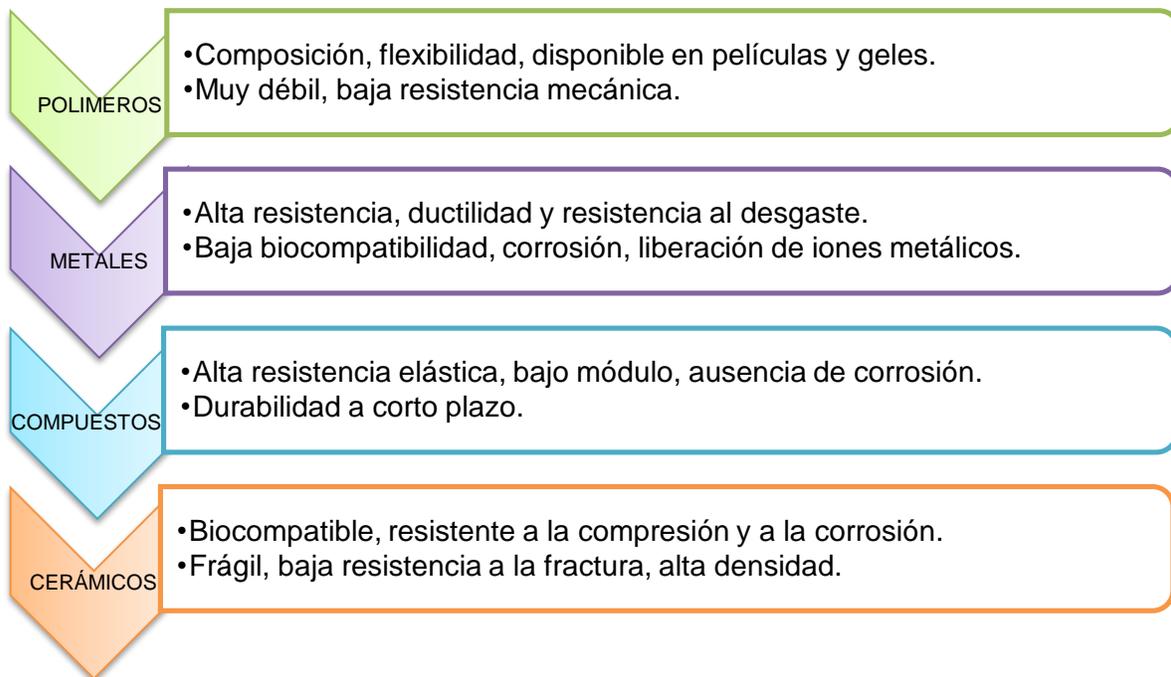
El primer vidrio bioactivo, perteneciente al sistema  $\text{SiO}_2\text{-Na}_2\text{O-CaO-P}_2\text{O}_5$  (Bioglass®), fue sintetizado por Hench a principios de la década de 1970.<sup>3</sup> Desde entonces, muchos otros vidrios de silicato, borato y fosfato han sido desarrollados para aplicaciones de ingeniería de tejido óseo. Sin embargo, la mayoría de estos materiales han sido producidos y probados en forma de polvos, partículas, granulados o volumen denso de varias formas y tamaños, y solo un grupo limitado de estos ha sido elegido para producir andamios porosos.

El hueso es un tejido conectivo que exhibe excelentes propiedades de resistencia mecánica especialmente debido a su estructura única, en el que las células están encerradas en una matriz compuesta esencialmente formado por fibras de colágeno y fase mineral apatita. El hueso generalmente necesita regeneración o sustitución debido a la extirpación de tumores, traumatismos o patologías relacionadas con la edad, como osteoartritis y osteoporosis. Se tienen dos alternativas como reemplazo óseo: trasplante o implantación.<sup>4</sup>

Los trasplantes se pueden hacer usando tejido vivo o no vivo; la cirugía ósea reconstructiva consiste en el uso de autoinjertos que implican la recolección del propio tejido del paciente de un sitio donante y trasplantarlo a la región dañada. La implantación implica la sustitución del tejido dañado mediante el uso de materiales artificiales biocompatibles.

Hay cuatro grupos de materiales sintéticos usados para implantación: metálicos, cerámicos, poliméricos y compuestos de ellos. Las propiedades generales de cada uno de ellos se muestran en la **Figura 1.1**.

Una de las ventajas de los materiales cerámicos y vítreos es su capacidad para ser preparados con amplias respuestas bioquímicas; es decir, pueden realizar reacciones rápidas con los fluidos del cuerpo y ser casi insolubles o presentar fenómenos de reactividad superficial controlada.



**Figura 1.1** Clasificación general de los biomateriales con sus propiedades más significativas.<sup>5</sup>

## 1.1 BIOMATERIALES

Podemos interpretar la biocompatibilidad de un material como la aceptabilidad biológica del material por el organismo del paciente, cuando un material es biocompatible entonces lo llamamos biomaterial.<sup>6</sup> El éxito de un biomaterial o de un implante depende de tres factores principales: propiedades y biocompatibilidad del implante, condiciones de salud del receptor, y la habilidad quirúrgica del operante.<sup>7</sup>

Los requisitos que debe cumplir un biomaterial son:

1. Ser biocompatible, es decir, debe ser aceptado por el organismo, promover la proliferación celular además de la adhesión celular.
2. No ser tóxico, ni carcinógeno.
3. Ser químicamente estable (no presentar degradación en el tiempo) e inerte.
4. Tener una resistencia mecánica adecuada.
5. Tener un tiempo de fatiga adecuado.
6. Tener densidad y peso adecuados.
7. Tener un diseño de ingeniería perfecto; esto es, el tamaño y la forma del implante.
8. Ser relativamente barato, reproducible, fácil de fabricar y procesar para su producción en gran escala.

Un biomaterial es un material que al entrar en contacto con la sangre es capaz de favorecer los procesos vitales de las células que lo rodean, así las células proliferan en su interfase. Las células se unen más fácilmente a materiales como el vidrio, de elevada tensión superficial, que a materiales como el teflón o la silicona de baja tensión superficial.<sup>8</sup> Además, la topografía superficial, por su parte, no solo afecta a la actividad anticoagulante sino también promueve el crecimiento interno del tejido vivo, de ahí que el control de la microestructura sea muy importante en un biomaterial y deba basarse en

conseguir poros de suficiente tamaño que permita el crecimiento del tejido óseo así como mantener el aporte sanguíneo y nutritivo suficiente.<sup>9</sup>

Se ha observado que los tejidos del hueso crecen dentro de los poros de un implante cuando estos tienen un diámetro superior a 100 micras asegurando una firme adherencia entre el hueso y el implante, mostrando una correlación entre diámetro de poros y crecimiento del tejido óseo, un ejemplo típico de la falta de interacción implante-hueso es la aparición de una capa fibrosa que se presenta en la utilización de materiales inertes como implantes, debido, aparentemente, a la ausencia de una serie de reacciones tanto químicas como celulares en la región de cicatrización.

Actualmente, los materiales bioactivos capaces de estimular la regeneración ósea son ampliamente estudiados. Esencialmente, esta capacidad es posible gracias a la formación sobre la superficie del biomaterial de una capa de hidroxiapatita, que imita el comportamiento cristalográfico y químico del hueso mineral.<sup>10</sup>

El éxito de la regeneración ósea requiere el conjunto y la interacción de la osteogénesis, osteoconducción y osteoinducción. Osteogénesis; formación de nuevo hueso a partir de células osteogénicas. Osteoinducción; estimulación de la osteogénesis mediante diferentes factores capaces de reclutar células osteogénicas y diferenciarlas hacia fenotipos osteogénicos. Osteoconducción: desarrollo de una matriz o una malla tridimensional que sirve de soporte para la formación de hueso nuevo.

Los vidrios bioactivos (sistema  $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ ) presentan excelentes propiedades de osteoconducción y una nula osteoinducción que puede revertirse en ciertos biomateriales con una estructura porosa específica. Además, otra ventaja de los vidrios bioactivos es su velocidad de degradación, la cual varía con la composición química, porosidad y tamaño de poro.<sup>11</sup>

## **1.2 ANDAMIOS**

Entre los biomateriales utilizados en medicina regenerativa están las plantillas porosas 3D (andamios) capaces de apoyar y promover el crecimiento y la reparación de tejidos naturales. Polímeros biodegradables, cerámicas de fosfato de calcio, vidrios bioactivos, y algunos materiales naturales (coral y hueso desmineralizado) pueden utilizarse como andamios.

Los vidrios bioactivos, debido a sus propiedades versátiles que pueden ser apropiadamente diseñadas dependiendo de su composición, son materiales muy atractivos para producir andamios para regeneración ósea.

Los andamios tridimensionales (3D) son matrices macroporosas sintéticas que se utilizan como guías para crecimiento celular que permiten la formación de una matriz extracelular ósea que da un soporte estructural para que se forme un nuevo tejido. El diseño de estructuras 3D debe considerar una alta porosidad (70 – 90%) y una alta área superficial y macroporos interconectados ( $>150 \mu\text{m}$ ) que permitan adhesión celular, intercrecimiento, y un mejor control de la velocidad de degradación, garantizando la vascularización y nutrición esencial para una proliferación celular.<sup>12</sup>

Brevemente se puede decir que se requiere que un andamio (i) actúe como una plantilla 3D para el crecimiento óseo, (ii) produzca productos de degradación no tóxicos, (iii)

promueva la osteogénesis induciendo la adhesión celular, proliferación y actividad, (iv) se adhiera al hueso del huésped creando una interfaz estable sin la formación de cicatriz / tejido fibroso, (v) posea propiedades mecánicas que coinciden con las de hueso natural, (vi) se adapte para que coincida con la forma y el tamaño de defectos óseos, y (vii) sea fabricado y esterilizado de acuerdo con los estándares internacionales para la producción comercial y uso clínico. Además, si el andamio es temporal, debe reabsorberse al mismo tiempo que se repara el hueso.<sup>10</sup>

Las propiedades de los andamios, dependen principalmente de la naturaleza del biomaterial y el proceso de fabricación. La naturaleza del biomaterial incluye diferentes materiales tales como metales, cerámicas, vidrios, polímeros sintetizados químicamente, polímeros naturales y la combinación de estos materiales para formar compuestos. Las técnicas más comunes para crear porosidad (andamios) en un biomaterial son la lixiviación de sal, espumado con gas, separación de fases y sinterizado.<sup>12</sup>

Ejemplos de las propiedades de los andamios en vidrios y vitro-cerámicas se resumen en la **Tabla 1.1**.

**Tabla 1.1** Porosidades y tamaños de poro de andamios de vidrio amorfo y vitrocerámica para la regeneración ósea (los poros se indican como rango o como talla de poro promedio).<sup>12</sup>

<b>Material</b>	<b>Técnicas de fabricación</b>	<b>Tamaño de poro (µm)</b>	<b>Porosidad (%)</b>	<b>Aplicación</b>
<b>Vidrio</b>	Sinterización	100-200	5.5 40	Defectos de tibia en conejos
<b>Bioglass</b>	Espumoso	10-500		Osteoblastos humanos primarios in vitro
	Sinterización	100-500		Formación de hueso ectópico en perros
<b>Vitro cerámica</b>	Sinterización	100-200		
	Transformación de fase	10-300	51, 47 y 43	Defectos femorales en conejos

### 1.3 PROPIEDADES MECÁNICAS

Las propiedades de los materiales que pueden ser medidas se clasifican generalmente como físicas, químicas y mecánicas.<sup>13</sup> Hablando en específico de las propiedades mecánicas; los conceptos fundamentales en mecánica de materiales son el esfuerzo y la deformación, estas se evalúan en laboratorios de ensayos de materiales los cuales están equipados con máquinas de ensayo que producen ciertas deformaciones típicas de las probetas o muestras de ensayo tales como la tracción, compresión, torsión y flexión.<sup>14</sup> Por lo que se han desarrollado varios tipos de pruebas para evaluar la resistencia del material; bajo cargas estáticas, cíclicas, de duración prolongada o producidas por impulsos.<sup>15</sup>

Debido a que una misma propiedad de un material puede medirse en distintos aparatos, bajo distintas condiciones experimentales y utilizando probetas de muestras de distintas dimensiones y formas, esto supone generalmente obtener resultados distintos para una misma propiedad, por lo que estas deben medirse siguiendo normativas que aseguren que los datos obtenidos son comparables con los obtenidos en otros laboratorios. Una de las principales organizaciones normativas en Estados Unidos es la American Society for Testing and Materials (ASTM), una sociedad técnica que publica especificaciones y normas para materiales y pruebas. Otras organizaciones normativas son la American Standards and Association (ASA) y el National Institute of Standards and Technology (NIST). En otros países existen organizaciones similares.<sup>16</sup>

La forma elemental de realizarse una prueba de esfuerzo deformación es considerando una barra prismática (elemento estructural recto que tiene la misma sección transversal en toda la longitud) sometida a una fuerza axial (carga distinguida a lo largo del eje del elemento), lo que resulta en esfuerzos de tensión o de compresión en la barra.<sup>16</sup>



**Figura 1.2** Esquema de una barra prismática sometida a una fuerza axial.

Cuando la barra es estirada por las fuerzas  $P$ , los esfuerzos son esfuerzos de tensión; si se invierte la dirección de las fuerzas, la barra se comprime y tenemos esfuerzos de compresión. Puesto que los esfuerzos actúan en una dirección perpendicular a la superficie cortada, se denominan esfuerzos normales.<sup>16</sup>

- *Esfuerzo normal*

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots \dots \dots (1)$$

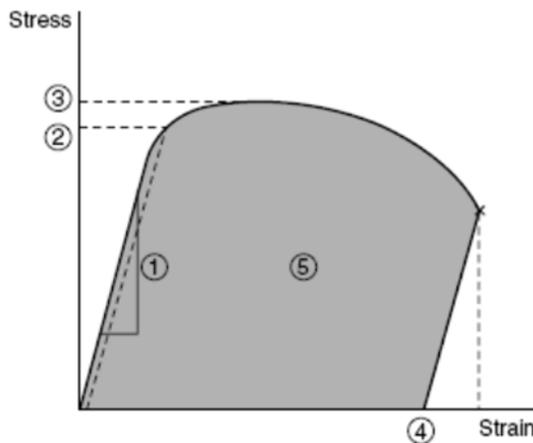
Donde:  $\sigma$  es esfuerzo de compresión,  $F$  es fuerza axial y  $A$  es la sección transversal.

Si una fuerza externa, al actuar sobre un cuerpo modifica las distancias entre las partículas que lo conforman, es decir produce una deformación, las fuerzas internas sufrirán un incremento en las fuerzas internas a fin de equilibrarse con la fuerza externa y de oponerse a la deformación; este incremento en las fuerzas internas constituye un esfuerzo. Las deformaciones son longitudinales cuando se muestra un alargamiento del

cuerpo (+) o un acortamiento (-), y angulares cuando se presenta un cambio de ángulo entre las caras.<sup>17</sup>

El tipo de deformación depende de la naturaleza del cuerpo, y velocidad de deformación a la que es sometido. A temperatura constante los materiales se comportan normalmente como elásticos cuando los esfuerzos aplicados son pequeños, y se tornan plásticos cuando los esfuerzos superan un cierto límite. Por otra parte, en general, los materiales se vuelven más duros y frágiles a temperaturas bajas, mientras que a temperatura elevada se vuelven blandos y dúctiles.<sup>18</sup>

Los valores obtenidos de las pruebas se expresan en diagramas de esfuerzo deformación; gráfica de esfuerzo ( $\sigma$ ) contra la deformación ( $\epsilon$ ) a medida que la carga aplicada al elemento incrementa. De dicho diagrama es posible determinar algunas propiedades importantes del material, tales como su módulo de elasticidad y si el material es dúctil o frágil (**Figura 1.3**).



**Figura 1.3** Diagrama Esfuerzo vs Deformación mostrando: (1) módulo de elasticidad, (2) límite elástico, (3) resistencia tensil, (4) ductilidad, (5) tenacidad.

En los diagramas puede observarse un tramo de la curva donde el esfuerzo es directamente proporcional a la deformación (zona 1). Este comportamiento constituye la ley de Hooke (**Ecuación 2**), que aplica solo para pequeñas deformaciones, siendo la relación entre esfuerzo y deformación en la región elástica lineal.<sup>19</sup> En este tramo, el comportamiento del material es elástico (módulo de elasticidad), esto es, si se disminuye el esfuerzo aplicado lentamente, se recorre el mismo tramo de las curvas en sentido contrario, hasta alcanzar el punto de origen donde el esfuerzo y la deformación son nulos. La proporcionalidad entre esfuerzo y la deformación en el tramo de la ley de Hooke permite definir el módulo de Young o módulo de elasticidad.

- Ley de Hooke

$$\sigma = E \epsilon \dots \dots \dots (2)$$

- Módulo de elasticidad axial (*Modulo de Young*) E

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \dots \dots \dots (3)$$

- Deformación axial total  $\Delta t$

$$\Delta t = l_0 D\sigma = l_1 - l_0 \dots \dots \dots (4)$$

- Deformación axial/ lineal (por tensión o compresión) o unitaria

$$\varepsilon = \frac{\Delta t}{l_0} = D\sigma \dots \dots \dots (5)$$

Donde  $\sigma$  es el esfuerzo axial,  $\varepsilon$  es la deformación unitaria axial y E es una constante de proporcionalidad conocida como el módulo de elasticidad del material (módulo de Young) **(Ecuación 3)**.

Por otra parte, cuando un material es sometido a una prueba de esfuerzo deformación puede fallar. Por fallo del material se entiende cualquier deformación permanente o rotura real, la que primero se produzca.<sup>20</sup>

Existen diferentes fallas en un material:

*Falla por deformación:* esta falla se presenta cuando el esfuerzo inducido en el material produce una deformación excesiva (ya sea elástica o plástica) que impida el funcionamiento correcto de las piezas.

*Falla por fractura:* esta falla se caracteriza por la ruptura completa del material bajo carga estática y la resistencia última es la propiedad básica para el análisis. Se puede presentar (a) fractura quebradiza o frágil y (b) fractura de corte o cizalladura. En el primer caso la fractura se produce prácticamente sin deformación plástica en la sección transversal perpendicular al eje de la muestra. En el segundo caso se produce después de una considerable expansión plástica, siendo una fractura dúctil y se caracteriza por la propagación lenta de la fisura por medio de un proceso de deformación y coalescencia de huecos.<sup>19</sup>

*Falla por fatiga:* esta falla se presenta cuando el material se fractura bajo el efecto de cargas que varían constantemente.

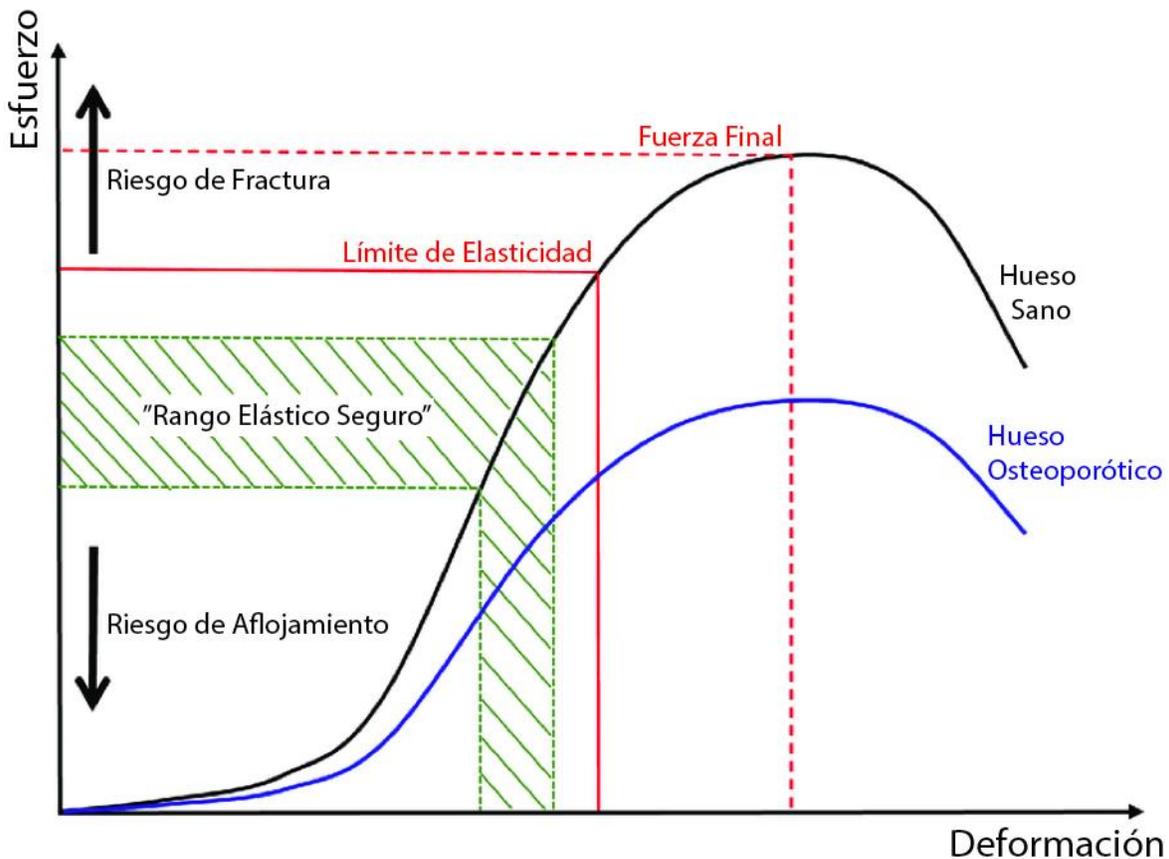
*Falla por "Creep":* se caracteriza por excesiva deformación plástica después de un largo periodo de tiempo bajo esfuerzo constante.

*Falla por carga de impacto:* cuando una carga se aplica en forma súbita o con choque sobre una pieza, su efecto es más perjudicial que en el caso de cargas gradualmente aplicadas. La falla puede presentarse ya sea por deformación excesiva o por fractura según el tipo de material.<sup>21</sup>

*Falla por corte:* los materiales quebradizos comúnmente se rompen a lo largo de un plano diagonal, o con una fractura en forma de cono o pirámide, ocasionalmente denominada fractura en forma de reloj de arena.

### 1.3.1 PROPIEDADES MECÁNICAS EN HUESO

La rigidez de una estructura es su capacidad para resistir la deformación y depende de la rigidez del material, conocida como módulo elástico, así como de la geometría de la estructura. El módulo elástico de un material se calcula a partir de la inclinación de la porción elástica lineal de la curva de esfuerzo-deformación. En el caso del sistema óseo, la curva esfuerzo-deformación muestra un comportamiento diferente<sup>22</sup> muestran que cuando el hueso se somete a un esfuerzo más allá de este rango elástico y más allá del límite elástico, comienza a sufrir deformación plástica (permanente) **(Figura 1.4)**. Si el esfuerzo continúa aplicándose, se alcanzará la fuerza máxima del hueso y la fractura comenzará a ocurrir más allá de este punto.



**Fig 1.4** La curva esfuerzo vs deformación demuestra el “rango elástico seguro” propuesto de deformación ósea durante la cirugía de reemplazo de una articulación no cementada a presión. Se muestra una comparación entre un hueso sano (curva negra) y uno más poroso, hueso osteoporótico (curva azul). Donde se define el límite de riesgo de fractura, el rango elástico seguro (zona verde), el riesgo de aflojamiento, el límite de elasticidad (línea roja), la fuerza final (línea roja punteada), el hueso sano (curva negra) y el hueso osteoporótico (curva azul).<sup>21</sup>

## 2. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN, MATERIALES Y EQUIPO

### 2.1 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

#### 2.1.1 FLUORESCENCIA DE RAYOS X

El análisis químico se realizó con un espectrómetro Siemens SRS 300, el cual fue equipado con un anticátodo de Rh para ventana de 125 $\mu$ m (Laboratorio de Fluorescencia de Rayos X, I Geol, UNAM). El análisis se realiza en perlas de vidrio obtenidas por la fusión de la mezcla de 0.8 g de la muestra con 7.2 g de fundente (el fundente está constituido por Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> y Li<sub>2</sub>BO<sub>2</sub> ultra puro en relación 1:1, se utiliza en forma granular para favorecer el llenado del crisol y evitar pérdidas durante el enfriamiento) a 1000°C durante 10 min de acuerdo a referencias geoquímicas. Se utilizó como agente no mojante LiBr en disolución acuosa a una concentración de 250 g/L.<sup>1</sup>

#### 2.1.2 PRUEBA DE COMPRESIÓN

La resistencia a la compresión de las probetas se analizaron utilizando una máquina estándar Humboldt HM-2800 Master Loader (Laboratorio de cerámicos, FQ. UNAM). Para la prueba mecánica se elaboran probetas del biomaterial en forma cilíndrica, en una relación altura diámetro 2:1. El ensayo consiste en colocar la probeta en la prensa aplicando una carga axial a velocidad constante hasta su fallo (velocidad de cruceta de 0.10 mm/min para la probeta 1 y 2, 0.20 mm/min para la probeta 3).

Especificaciones del equipo: Marco de carga Multi-velocidad, 120 V 60 Hz, HM-2800 con anillo de carga. El HM-2800 cuenta con la capacidad de regular la velocidad de operación entre 0.008 y 2 mm/min.

### 2.2 MATERIALES

- Vaso de precipitado de vidrio (50, 500 mL)
- Probeta de vidrio (50 mL)
- Crisol de porcelana Sigma-Aldrich (30, 100 mL)
- Crisol de Zirconio (5 mL)
- Tubo de acero inoxidable de una pieza (40 mL)
- Tubo de acero inoxidable de dos piezas (40 mL)
- Base tubular de acero inoxidable (40 mL)
- Cubeta
- Coladera
- Guantes de plástico
- Espátula de polvos
- Termómetro
- Mortero con pistilo
- Alambre de ortodoncia
- Bisturí
- Navaja de un solo filo

- Agitador magnético
- Papel parafilm
- Pinzas
- Guantes de asbesto
- Placa de asbesto
- Lija de agua
- Etiquetas
- Jeringa (30 mL)
- Cubreboca
- Bernier

### **2.3 EQUIPO**

- Parrilla de calentamiento con agitación
- Balanza analítica (Sartorius Research)
- Mufla digital para calcinado (Felisa ®)
- Caja con tapa a presión de acero inoxidable 304
- Campana de extracción

### **2.4 REACTIVOS**

- SiO<sub>2</sub> obtenido a partir de ceniza de cáscara de arroz
- Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> CAS 497-19-8 99.95-100.5% puro, Sigma-Aldrich
- CaCO<sub>3</sub> CAS 471-34-1 99.95-100.5% puro, Sigma-Aldrich
- P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> CAS 1314-56-3 >-98% puro, Sigma-Aldrich
- Glicerol anhidro CAS 5681-5, J.T. BAKER

### 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL, BIOMATERIAL

#### 3.1 OBTENCIÓN DE SÍLICE A PARTIR DE CÁSCARA DE ARROZ

La sílice utilizada como materia prima para el desarrollo de este trabajo proviene de la cáscara de arroz, donada por Arrocera Covadonga, S.A., y tratada bajo el siguiente procedimiento:

1. Se realizan 10 ciclos de lavado a la cáscara de arroz con agua destilada.
2. Se licua la cáscara en licuadora para obtener cáscara molida.
3. Se coloca la cáscara lavada y seca en crisoles, se calcina en mufla por 24 horas a 500°C.

Una vez obtenida la ceniza de la cáscara de arroz (RHA, por sus siglas en inglés), está se analiza por fluorescencia de rayos X, determinándose un contenido de sílice superior al 96% (**Tabla 3.1**).

Posteriormente se determinan sus propiedades superficiales a partir de la isoterma de adsorción-desorción de N<sub>2</sub>; caracterizándose esté como un material mesoporoso con un área superficial BET de 243.21 m<sup>2</sup>/g.

**Tabla 3.1** Composición química de la ceniza de cascara de arroz, obtenida mediante Fluorescencia de Rayos X.

Compuesto	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> t	MnO	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
% en peso	96.238	0.002	0.455	0.373	0.184	0.66	0.75	0.299	0.641	3.96

#### 3.2 MÉTODO DE SÍNTESIS, BIOMATERIAL

##### 3.2.1 SÍNTESIS DEL GEL

Se prepara un gel del sistema sílice/sodio/calcio/fósforo, de composición similar al biovidrio comercial 45S5. Para esto se utiliza la sílice de cáscara de arroz y productos comerciales de sodio, calcio y fósforo, se sintetiza un gel en las condiciones previamente establecidas para la obtención de un biomaterial experimental.<sup>1</sup>

Para preparar 20 gramos de biomaterial se siguió la siguiente secuencia de reacción:

- Se depolimeriza RHA en glicerol con una relación 1:10
- 9.352 gramos de RHA + 200 mL de glicerol a 200°C/9 horas = Gel 1
- Gel 1 + 4.724 gramos de CaCO<sub>3</sub> a 200°C/1 hora = Gel 2
- Gel 2 + 4.863 gramos de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> a 110°C/30 minutos = Gel 3
- Gel 3 + 1.138 gramos de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a 60°C/30 minutos = GEL

### 3.2.2 PRUEBAS DE SECADO/CALCINADO

Se realizan diferentes pruebas de tratamiento al gel previo a realizar la rampa de calentamiento para su calcinación (proceso de secado). Se usó la decantación y el calentamiento, solos o combinados como métodos de eliminación del exceso de glicerol. El calentamiento se realizó con mufla o parrilla, con y sin agitación, variando el tiempo y la temperatura.

- Secado por decantación de glicerol: Se utilizan muestras homogéneas de volumen conocido, las cuales se colocan en diferentes moldes (vaso de precipitado o crisol), se cubre y se decanta a la semana, variando el porcentaje de glicerol extraído.

- Secado en parrilla: Se utilizan muestras homogéneas de volumen conocido, las cuales se colocan en diferentes moldes (vaso de precipitado o crisol), y se procede a secar variando el tiempo y temperatura en la que permanece en el equipo, con agitación.

- Secado en mufla: Se utilizan muestras homogéneas de volumen conocido, las cuales se colocan en crisoles y se procede a secar variando el tiempo y temperatura en la que permanece en el equipo.

Posterior al proceso de secado, las muestras se calcinan a diferentes tiempos y con diferentes velocidades de calentamiento para obtener un sólido tridimensional de forma definida. Las pruebas de calcinado se llevan a cabo a 700°C con diferentes rampas de calentamiento.

### 3.3 MOLDES PARA CALCINADO

El gel se coloca en diferentes moldes con la finalidad de conseguir la forma deseada. Para esto se utilizan crisoles de porcelana, zirconio y probetas tubulares con base de acero inoxidable.

#### 3.3.1 CRISOLES

Se utilizaron crisoles comerciales, con las características mencionadas en la **Tabla 3.2 (Figura 3.1)**.

**Tabla 3.2** Crisoles empleados en el calcinado del gel.

Tipo de crisol	Volumen (mL)	Diámetro superior (cm)		Diámetro inferior (cm)		Altura (cm)
		Exterior	Interior	Exterior	Interior	
Crisol de porcelana Coors™ forma amplia (A)	100	7.6	7.2	2.8	2.9	4.6
Crisol de porcelana Coors™ forma alta (L)	100	6.5	6	3.1	2.6	5.4
Crisol de porcelana Coors™ forma amplia (E)	30	4.3	3.9	2.1	1.9	3.7
Crisol de Zirconio (Z)	5	2.58	1.8	2.58	1.8	2.2



**Figura 3.1** Imágenes representativas de los Crisoles empleados ( A, L, E, Z ).

### 3.3.2 MOLDES DE ACERO INOXIDABLE

Se diseñaron dos tipos de moldes con acero inoxidable 304 tipo tubular, uno cerrado y otro abierto longitudinalmente (cortado en dos partes iguales), con una base sellada en la parte inferior para evitar el derrame del material depositado (**Figura 3.2**). Las características de los tubos utilizados para fabricar los moldes se mencionan en la **Tabla 3.3**.

**Tabla 3.3** Características de los moldes de acero inoxidable.

	Altura (cm)	Espesor (cm)	Diámetro (cm)		Volumen (mL)
			Exterior	Interior	
Tubo de acero inoxidable de 1 pieza	12	0.49	2.597	2.107	40
Tubo de acero inoxidable de 2 piezas	12	0.49	2.597	2.107	40
Base tubular de acero inoxidable	6	0.24	3.821	2.597	40



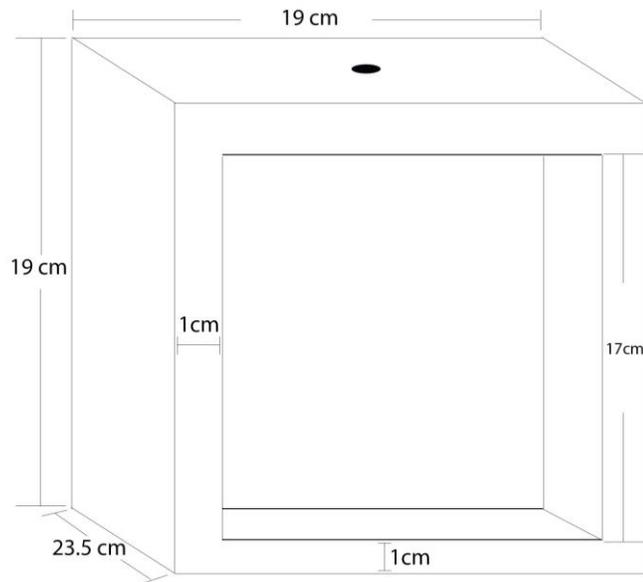
**Figura 3.4** Imágenes de los tubos empleados.

### 3.4 CAJAS DE ACERO INOXIDABLE

Con la finalidad de evitar daños a la mufla, fue necesario diseñar e implementar una caja de acero inoxidable que se colocó dentro de la mufla. Esto con la finalidad de evitar el contacto de los vapores de glicerol con las resistencias de la mufla, para lo cual se colocó una salida superior en la caja para desalojar los vapores generados durante la calcinación. Las características de las cajas diseñadas están acorde a la mufla utilizada (**Figura 3.3 y 3.4**).

Felisa ® modelo FE-361

- Serie: 1402041
- Temperatura: 1100°C
- Voltaje: 220 V ac
- Potencia: 3000 W
- Frecuencia: 60 HZ



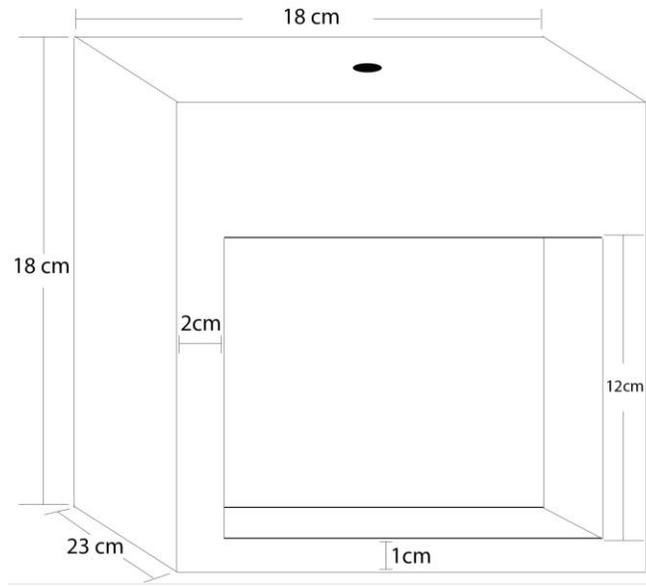
Caja (23.5x19x19cm) de acero inoxidable 304 calibre 18 y tapa con pestaña para cierre a presión (17x17cm). Orificio de salida de vapor de 2 cm de diámetro exterior.



**Figura 3.3** Imagen de la caja de acero inoxidable empleada en la mufla modelo FE-361.

Felisa ® modelo FE-360

- Modelo: FE-360
- Serie: 1501050
- Temperatura: 1100°C
- Voltaje: 120 V ac
- Potencia: 3000 W
- Frecuencia: 60 HZ



Caja (23x18x18cm) de acero inoxidable 304 calibre 18 y tapa con pestaña para cierre a presión (14x12cm). Orificio de salida de vapor de 2 cm de diámetro exterior.



**Figura 3.4** Imagen de la caja de acero inoxidable empleada en la mufla modelo FE-360.

## 4. RESULTADOS, BIOMATERIAL

Una vez sintetizado el gel en las condiciones descritas (Capítulo 3.2.1) se somete a diferentes procesos de secado y calcinado. Las condiciones utilizadas en cada prueba se mencionan a continuación.

### 4.1 EFECTO DEL VOLUMEN DE GEL

El gel obtenido se coloca en un crisol de porcelana, sin secado previo, se somete a calcinación directa con el programa descrito en las **Tablas 4.1** y **4.2**. Teniendo como diferencia el uso de la caja de acero inoxidable en la mufla utilizada. Observándose principalmente que la presencia de la caja de acero inoxidable afecta la velocidad de calentamiento y la salida de los vapores de glicerol, afectando también la consistencia de la muestra obtenida (**Figura 4.1**).

**Tabla 4.1** Rampa de calentamiento para calcinado de gel en mufla sin caja de acero inoxidable.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C) /tiempo (minutos)																		Resultados	
		100°C	150	200	250	270	290	300	310	320	330	350	370	390	410	430	450	500	600		700
X	Se preparan 2 gramos de biomaterial y se calcinan empleando un crisol forma alta.	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	30	30	180	Se obtiene un sólido firme de color uniforme (grisaseo) con 1 cm de altura.

**Tabla 4.2** Rampa de calentamiento para calcinado de gel en mufla con caja de acero inoxidable.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C)/tiempo (minutos)																			Resultados
		100°C	150	200	250	270	290	300	310	320	330	350	370	390	410	430	450	500	600	700	
Y	Se preparan 2 gramos de biomaterial y se calcinan empleando un crisol forma alta.	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	30	30	180	La muestra explota.



**Figura 4.1** Imagen de las muestras X y Y descritas en las **Tablas 4.1** y **4.2**.

## 4.2 EFECTO DE TRATAMIENTO DE SECADO

Diferentes muestras se colocaron en crisol y se sometieron a diferentes procesos de secado. En la **Tabla 4.3** se observa el efecto tiempo/temperatura del tratamiento de secado en mufla, con la caja de acero inoxidable; el gel con un mejor secado es el de la muestra C y D2, por ser equivalentes (**Figura 4.2**). La **Tabla 4.4** nos muestra una mayor pérdida de peso en la muestra seca en parrilla, mientras que la **Tabla 4.5** nos confirma que la mejor muestra se obtiene en la muestra previamente seca en parrilla (**Figura 4.3**).

**Tabla 4.3** Muestras secas en mufla a diferentes tiempos y temperaturas.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C)/tiempo (minutos)			Resultados
		160 °C	210°C	250°C	
A	Muestra de 20 mL.	720			Al sacar la muestra tiene diferencia de colores, se homogeniza y se espera que este a temperatura ambiente. Peso inicial 92.343 g, final: 87.45 g.
B	Muestra de 20 mL.	720	120		La muestra es ámbar, espesa, pero aún fluye, mancha el crisol. Peso inicial 92.343 g, final: 84.945 g.
C	Muestra de 20 mL en crisol forma amplia.	720	120	120	La muestra presenta un color café chocolate y aún fluye. Peso inicial 92.343 g, final 82.63 g.
D	Muestra de 20 mL seca en mufla.	720			A esta temperatura hay un ligero burbujeo de vapor, el peso inicial es de 92.343 g, el peso final después de 720 min de secado a 160°C es de: 87.450 g.
D1	Muestra anterior homogenizada y seca en mufla.		120		El color se vuelve más oscuro (ambar), mientras que el glicerol es más claro. A esta temperatura el crisol se mancha ya que hay mayor burbujeo. Peso inicial: 87.450 g final: 84.945 g.
D2	Muestra anterior homogenizada y seca en mufla.			120	La muestra es más espesa y se enfría más rápido, tiene un color fuerte (chocolate), aún fluye. Peso inicial: 84.945 g. Peso final: 82.630 g.



**Figura 4.2** Imágenes de las muestras A, B y C, obtenidas después del tratamiento descrito en la **Tabla 4.3**.

**Tabla 4.4** Comparativo de muestras secas en mufla y en parrilla.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C)/tiempo (minutos)			Resultados
		160°C	190°C	220°C	
E	Muestra de 20 mL, seca en mufla.	60	60	60	Conserva el mismo nivel de gel, no le da tiempo para evaporarse. Peso después de secar: 90.466 g.
F	Muestra de 20 mL seca en parrilla 30 min a ≈230°C.				Peso después de secar: 88.589 g.

**Tabla 4.5** Tratamiento térmico de las muestras con secado previo en mufla, en parrilla y decantada.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C)/tiempo (minutos)				Resultados
		250°C	330°C	350°C	370°C	
E1	Muestra de 20 mL seca en mufla.	120	60	60	60	El gel sube por el crisol y se desborda, queda muy poca muestra en la base del crisol y es húmeda, brillante. Peso inicial: 90.466 g.
F1	Muestra de 20 mL seca en parrilla 30 min a $\approx 230^{\circ}\text{C}$ .	120	60	60	60	Salpica las paredes del crisol, pero se obtiene una muestra de forma definida, la muestra sale amarillenta, color capuchino. Peso después de secar: 88.589 g.
G	Muestra de 20 mL decantada después de una semana, 10 mL extraídos.	120	60	60	60	La muestra sale seca y muy dura, se ve fibrosa como cascara de coco, sube muy poco por las paredes, conserva mejor su tamaño, se la hace una costra negra en la parte superior (como nata). Peso después de decantar: 79.755 g.



**Figura 4.3** Imagen de las muestras E1, F1 y G obtenidas después del tratamiento descrito en la **Tabla 4.5**.

Muestras con secado previo en parrilla: Se secan a diferente tiempo 3 muestras en parrilla por duplicado y se calcinan en las mismas condiciones de tiempo/temperatura (**Tabla 4.6**). Se observa que el peso de las muestras con el mismo tiempo de secado varío conforme a la posición de la muestra en la parrilla, siendo el centro el mejor lugar para colocar la muestra a calentar. A mayor tiempo de secado, se evita el desbordamiento de las muestras y, por tanto, menor pérdida de muestra. Teniendo que la mejor consistencia se tiene en la muestra previamente seca en parrilla con el mayor tiempo, 540 min a 175°C (**Figura 4.4**).

**Tabla 4.6** Condiciones de tiempo/temperatura utilizadas en el secado de las muestras 1 a 6.

	Temperatura programada en la mufla (°C) vs tiempo (minutos)																		
°C	100	150	200	250	270	290	300	310	320	330	350	370	390	410	430	450	500	600	700
min	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	30	30	60

**Tabla 4.7** Efecto del tratamiento de secado/calcinado en muestras de 20 mL montadas en crisol de porcelana forma alta. Secado en una parrilla, agitando manualmente.

Muestra	Tratamiento previo	Resultados
1	Muestra de 20 mL en crisol forma alta seca en parrilla por 390 min a 175-180°C.	Peso después de secar: 92.942 g Peso final: 85.752 g
2	Muestra de 20 mL en crisol forma alta seca en parrilla por 390 min a 175-180°C.	Peso después de secar: 96.189 g Peso final: 87.882 g
3	Muestra de 20 mL en crisol forma alta seca en parrilla por 540 min a 175°C.	Peso después de secar: 101.492 g Peso final: 78.299 g
4	Muestra de 20 mL en crisol forma alta seca en parrilla por 540 min a 175°C.	Peso después de secar: 103.203 g Peso final: 79.674 g
5	Muestra de 20 mL en crisol forma alta seca en parrilla por 240 min a 175-180°C.	Peso después de secar: 84.693 g Peso final: 69.416 g
6	Muestra de 20 mL en crisol forma alta seca en parrilla por 240 min a 175-180°C.	Peso después de secar: 87.407 g Peso final: 70.852 g



**Figura 4.4** Imagen de las muestras obtenidas con 390, 540 y 240 minutos de secado previo.

Muestras decantadas y sin decantar: Se prepararon 4 muestras de 30 mL de gel, dos de ellas se reposaron por una semana y posteriormente se decantaron. Con la finalidad de conocer el efecto del tiempo en el tratamiento térmico se utilizaron dos muestras decantadas y dos sin decantar acorde a la **Tabla 4.8**. Observándose que la muestra con un contenido medio de glicerol (8 mL) y con un tiempo mayor en cada isoterma no presenta pérdida de material y muestra el mejor sólido obtenido (**Figura 4.5**).



**Figura 4.5** Imagen de las muestras 7, 8 (tratamiento isotérmico de 10 min), 9, 10 (tratamiento isotérmico de 20 min) acorde a la **Tabla 4.8**.

**Tabla 4.8** Efecto comparativo del tratamiento térmico en muestras decantadas y sin decantar.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C)/tiempo (minutos)												Resultados	
		250°C	270	290	300	310	330	350	370	390	410	430	450		
7	Muestra de 30 mL en crisol forma alta decantada después de una semana, se extraen 16 mL.	30	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	Peso después de decantar: 87.82 g. La muestra se somete a la rampa de calentamiento sin agitar, está sale realmente seca, muy poco porosa, no se puede extraer del crisol.
8	Muestra de 30 mL en crisol forma alta. Sin tratamiento previo de secado.	30	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	Peso inicial: 109 g. La muestra sube por la superficie del crisol y se precipita, no es recuperable, todo el volumen se distribuye y se pierde.
9	Muestra de 30 mL en crisol forma alta decantada después de una semana, se extraen 8 mL.	30	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	Peso antes de decantar: 100 g, peso después de decantar: 92.008 g. La muestra decantada a la cual se le extraen 8 mL, se esponja hasta llegar a mitad del crisol, muestra porosa pero se deshace al tacto.
10	Muestra de 30 mL en crisol forma alta. Sin tratamiento previo de secado.	30	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	Peso inicial: 109 g. La muestra sube distribuyéndose por todo el crisol, pero este no desborda, el volumen recuperado es muy poco.

### 4.3 EFECTO DE CONDICIONES DE CALCINADO

Se prepararon 6 muestras sin secado previo y se sometieron a un proceso de calcinado con diferentes relaciones tiempo/temperatura (**Tabla 4.9 y 4.10**). Las muestras que iniciaron el proceso de calcinado a altas temperaturas se derraman (**Figura 4.6**). Iniciando el proceso de calcinado a bajas temperaturas, se observa que la muestra 14 presenta una mejor consistencia (**Figura 4.7**).

**Tabla 4.9** Gel sin secar, calcinado en mufla en diferentes intervalos de temperatura.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C)/tiempo (minutos)										Resultados
		300°C	310	330	350	370	390	410	500	600	700	
11	Muestra de 15 mL.	60	30	30	30	30	30	30	60	60	60	Se infla, muestra porosa pero débil.
12	Muestra de 15 mL.			60	60	60	60	60	60	60	60	Se infla, su tamaño es el doble, la parte de abajo es más firme.



**Figura 4.6** Imágenes de las muestras 11 y 12, acorde a la **Tabla 4.9**.

**Tabla 4.10** Gel sin secar, calcinado en mufla en diferentes intervalos de temperatura.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C) /tiempo (minutos)															Resultados
		100°C	150	180	200	250	270	290	310	330	350	370	390	500	600	700	
13	Muestra de 20 mL.			10		10				60	30	30	30	60	60	120	La muestra aumenta su tamaño, es frágil.
14	Muestra de 20 mL.	60	60		60	60	60	60	60	60	60			60	60	60	La muestra aún es frágil y presenta diferencia de colores.
15	Muestra de 20 mL.						120		60	60	60						La muestra aumenta su tamaño, aún presenta un color oscuro brillante.
16	Muestra de 20 mL.					120			60	60	60						La muestra tiene un mejor secado a las anteriores, conserva su tamaño pero se fractura.



**Figura 4.7** Imagen de las muestras 13, 14 ,15 y 16, acorde a la **Tabla 4.10**.

#### 4.4 EFECTO DEL PROCESO DE SECADO/CALCINADO DEL GEL

Se realizaron diferentes pruebas de calcinado con muestras sin secar, decantadas o con secado previo en parrilla. La mayor parte de las muestras obtenidas se formaron como un sólido agrietada que se desmorona con facilidad (**Tabla 4.11, 4.12 y Figuras 4.8 y 4.9**). Teniéndose que la muestra con la mejor consistencia fue la muestra 24, con un secado previo en parrilla y un tiempo largo de por lo menos 60 min en cada isoterma (**Tabla 4.13 y Figura 4.10**).



**Figura 4.8** Imagen de las muestras obtenidas después del proceso de calcinado, muestra 17, 18 y 19 **Tabla 4.11**.

**Tabla 4.11** Condiciones de calcinado de muestras con diferente procedimiento de secado.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C)/tiempo (minutos)													Resultados
		170°C	200	230	250	270	290	300	310	330	350	500	600	700	
17	Muestra de 20 mL en crisol forma alta seca en parrilla 30 min a 290°C.	10	10	120	120	60	60	60	60	60	60	60	60	60	Esta muestra cuenta con mayor concentración de material, no se deshace fácilmente, tiene poca altura por ser poco volumen de muestra.
18	Muestra de 20 mL seca en mufla.	10			300	360	300		60	60	60	60	60	60	La muestra resultante explota, sube por el crisol y deja muy poca muestra la cual es frágil.
19	Muestra de 20 mL en crisol forma amplia seca en parrilla 30 min a 290°C.	10			120	120	60		60	60	60	60	60	60	La muestra es más ancha a comparación del crisol largo y tiene menor altura, se recupera muy poca muestra y se pierde material que queda depositado en el crisol que es difícil de retirar. El poro de esta muestra se podría considerar pequeño.

**Tabla 4.12** Condiciones de calcinado de muestras previamente secas en parrilla con y sin agitación.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C)/tiempo (minutos)													Resultados
		170°C	200	230	250	270	290	300	310	330	350	500	600	700	
20	Muestra de 40 mL seca en la parrilla 60 min a 290°C sin agitación.	10	10	60	120	120	60	60	60	60	60	60	60	60	La muestra es menos rígida en comparación a la muestra 21, se ve grisácea formada por torres.
21	Muestra de 40 mL seca en la parrilla 60 min a 290 °C con agitación.	10	10	60	120	120	60	60	60	60	60	60	60	60	La muestra es más rígida en comparación a la muestra 20.



**Imagen 4.9** Imágenes de las muestras calcinadas con secado previo en parrilla, muestra 20 y 21 **Tabla 4.12**.

**Tabla 4.13** Condiciones de calcinado de las muestras con condiciones de secado diferente.

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla(°C) /tiempo (minutos)								Resultados
		160°C	190	220	250	330	350	370	700	
22	Muestra de 20 mL, seca en mufla.	60	60	60	120	60	60	60	120	En el crisol, se observan dos partes de muestra, la parte de arriba es blanca y frágil (ceniza), la parte de abajo es negra.
23	Muestra de 20 mL decantada después de una semana, 10 mL extraídos.				120	60	60	60	120	La muestra presenta una tapa de costra blanca (ceniza) y la parte de abajo es negra.
24	Muestra de 20 mL seca en parrilla 30 min a $\approx 230^{\circ}\text{C}$ con agitación.				120	60	60	60	120	Es la muestra que presenta un color uniforme (negro).



**Figura 4.10** Imagen de las muestras con secado en mufla (muestra 22), decantada (muestra 23) y en parrilla (muestra 24) **Tabla 4.13.**

#### 4.5 MUESTRAS EN CRISOL ENANO

Utilizando el mismo procedimiento de secado de la muestra 24, se preparan dos muestras con un mayor número de rampas de calentamiento durante el proceso de calcinado. Una muestra se secó sin agitación (muestra 25) y la otra con agitación (muestra 26). Obteniéndose el sólido con mejor consistencia, con el proceso de secado con agitación (**Tabla 4.14**, **Figura 4.11**).

**Tabla 4.14** Muestras de 20 mL, secas en crisol enano (30 mL de capacidad).

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C) /tiempo (minutos)										Resultados
		170°C	250	270	290	310	330	350	500	600	700	
25	Muestra de 20 mL seca 60 min sin agitar a $\approx$ 230°C.	10	120	120	120	60	60	60	60	60	60	La parte de arriba se desprende, la parte de abajo es más blanca. La estructura parece torres y se fractura.
26	Muestra de 20 mL seca 60 min con agitación a $\approx$ 230°C.	10	120	120	60	60	60	60	60	60	60	La parte de arriba es más oscura, la parte de abajo es más gris, mejor firmeza.



**Figura 4.11** Imagen de las muestras sin agitar y con agitación (muestra 25 y 26, **Tabla 4.14**).

#### 4.6 MUESTRAS EN CRISOL DE ZIRCONIO

Se utilizaron dos muestras de gel y un proceso de secado en parrilla con agitación con tiempo variable, acorde a la consistencia del gel. Con la finalidad de economizar la cantidad de gel utilizada en cada prueba y de controlar la forma del sólido obtenido, se procedió a realizar el proceso de secado en crisol cilíndrico de zirconio pequeño (capacidad de 4 ml). Debido al grosor del crisol, el proceso de secado requirió de un tiempo mayor que el utilizado con crisol de porcelana (1 h con crisol porcelana vs 3 h con crisol zirconio. Por utilizar una cantidad menor que en las pruebas anteriores, se disminuyó el tiempo de cada isoterma durante el proceso de calcinado.

Debido a que la muestra 27 mostraba un mayor contenido de glicerol que la muestra 28, se optó por incrementar los tiempos de calentamiento a bajas temperaturas (170 y 190 °C).

**Tabla 4.15** Muestra en crisol de Zirconio (4 mL de capacidad).

Muestra	Tratamiento previo	Temperatura programada en la mufla (°C) /tiempo (minutos)												Resultados
		170°C	190	210	230	250	270	290	310	330	500	600	700	
27	Se homogeniza el gel en el vaso de precipitados en la parrilla con agitación, se vierte en el crisol y se sigue secando (180 min).	120	120	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60	La muestra al no estar suficientemente seca se sale del crisol.
28	Se homogeniza y se seca el gel en el vaso de precipitados en la parrilla con agitación, se vierte en el crisol y se sigue secando en la parrilla (180 min).	10		60	60	60	60	60	60	60	60	60	60	La muestra sale empacada de la mufla, se reduce su diámetro y altura, no se solo a la base perdiéndose un poco de la muestra al desmontar. Medidas, base: 2 cm altura: 1 cm.



**Figura 4.12** Imágenes superiores, muestra 27, consistencia del gel antes del proceso de calcinado y sólido obtenido posterior al calcinado. Imágenes inferiores, muestra 28, consistencia del gel antes del proceso de calcinado y sólido obtenido posterior al calcinado dentro del crisol y fuera del crisol.

## 4.7 OBTENCIÓN DE MUESTRAS CON PROBETAS

Para la fabricación de probetas, el gel obtenido se seca en parrilla a una temperatura de  $250 \pm 5^{\circ}\text{C}$  aproximadamente para retirar el exceso de glicerol. Posteriormente el gel seco se empaca con ayuda de una espátula y se coloca en un molde de tubo cilíndrico de 2.1 cm de diámetro que se empotra en un tubo hueco que es usado como base. Posteriormente la muestra obtenida se calcina acorde a la Tabla 4.16. Una vez calcinadas, se dejan enfriar a temperatura ambiente y se desmontan de los moldes.

Con la finalidad de evaluar la posibilidad de obtener una muestra grande de biomaterial, que pudiera llegar a colocarse en una cavidad óseo grande dañada, se utilizaron probetas de acero inoxidable cilíndricas de 12 cm de altura y 2 cm de diámetro. Para esto, se planeó la velocidad de calentamiento acorde a los resultados obtenidos con anterioridad, pero modificados por la proporción mayor de gel utilizado en cada prueba. Después de varias pruebas se optó por establecer el programa de calcinado reportado en la **Tabla 4.17**, obteniéndose el sólido con la mejor consistencia utilizando las probetas abiertas y un proceso de secado en parrilla con agitación constante (Probeta 1, 3, 4 y 5. **Figura 4.13**).

**Tabla 4.16** Condiciones de tiempo/temperatura utilizadas en el secado de las muestras 29 a 33.

Temperatura programada en la mufla ( $^{\circ}\text{C}$ ) /tiempo (minutos)														
$^{\circ}\text{C}$	200	230	250	270	290	310	330	350	370	410	450	500	600	700
min	10	120	120	120	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60

**Tabla 4.17** Muestras secas y colocadas en tubo de acero inoxidable.

Muestra	Tratamiento previo	Resultados
29	Se seca el gel en un vaso de precipitado por 60 min a 250°C con agitación. Posteriormente se agita y se empaca en las mitades de los tubos por separado, se junta y se empotra en la base tubular sin dejar gel en el área externa del tubo, se precalienta y se compacta con ayuda de la espátula.	Se saca el tubo interno rotándolo mientras se mantiene fijo el tubo exterior, se separan las caras del tubo interno y se extrae la muestra, la cual es sólida de 1.6 cm de diámetro y 10 cm de altura promedio.
30	Se seca el gel en un vaso de precipitado por 60 min a 250°C con agitación. Posteriormente se agita y se empaca en el tubo de una pieza previamente empotrado en la base, se precalienta y se compacta con ayuda de la espátula.	Se saca el tubo interno rotándolo mientras se mantiene fijo el tubo exterior, la muestra no sale por sí misma, con ayuda de una espátula se desprende del tubo, no se obtiene una sola pieza por las maniobras necesarias para sacarla.
31	Se seca el gel en un vaso de precipitado por 40 min a 250°C con agitación. Posteriormente se agita y se empaca en las mitades de los tubos por separado, se junta y se empotra en la base tubular sin dejar gel en el área externa del tubo, se precalienta y se compacta con ayuda de la espátula.	Se saca el tubo interno rotándolo mientras se mantiene fijo el tubo exterior, se separan las caras del tubo interno y se extrae la muestra, la cual es sólida de 1.9 cm de diámetro y 9 cm de altura promedio.
32	Se seca el gel en un vaso de precipitado por 40 min a 250°C con agitación. Posteriormente se agita y se empaca en las mitades de los tubos por separado, se junta y se empotra en la base tubular sin dejar gel en el área externa del tubo, se precalienta y se compacta con ayuda de la espátula.	Se saca el tubo interno rotándolo mientras se mantiene fijo el tubo exterior, se separan las caras del tubo interno y se extrae la muestra, la cual es sólida de 1.7 cm de diámetro y 9 cm de altura promedio.
33	Se seca el gel en un vaso de precipitado por 60 min a 250°C con agitación. Posteriormente se agita y se empaca en las mitades de los tubos por separado, se junta y se empotra en la base tubular sin dejar gel en el área externa del tubo, se precalienta y se compacta con ayuda de la espátula.	Se saca el tubo interno rotándolo mientras se mantiene fijo el tubo exterior, se separan las caras del tubo interno y se extrae la muestra, la cual es sólida de 1.8 cm de diámetro y 10 cm de altura promedio.



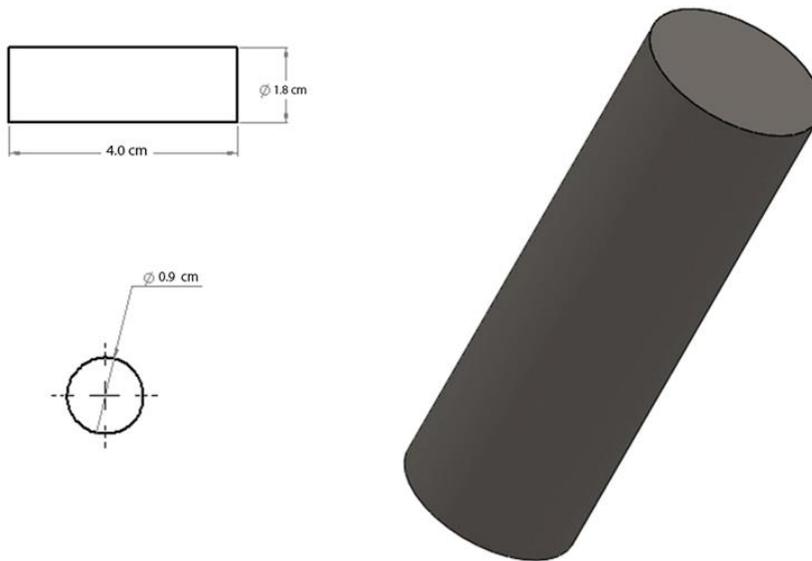
Figura 4.13 Imagen de las muestras colocadas en los tubos de acero.

## 5. PRUEBA DE COMPRESIÓN

### 5.1 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Tomando las muestras 31, 32 y 33 sintetizadas en la sección 4.7, se obtienen 3 probetas para someterlas a prueba de compresión. Las muestras mencionadas se miden y se estandarizan los tamaños con cortes con navaja y lijado con lija de agua. Las dimensiones de las probetas cilíndricas ensayadas se pueden consultar en la **Tabla 5.1**.

Se considera la estandarización del tamaño de las probetas con una relación 2:1 con respecto a la altura (**Figura 5.1**).



**Figura 5.1** Diagrama representativo indicando las medidas promedio en las probetas empleadas para la prueba de compresión.

La prueba de compresión se realizó acorde al siguiente procedimiento experimental:

1. Se anotan las medidas iniciales correspondientes de la probeta a ensayar (**Tabla 5.1**).
2. Se procede a bajar la máquina para colocar la probeta en el lugar indicado, asegurando que este lo más centrada posible a la base (**Figura 5.2**).
3. Se baja el plato superior muy cerca de la probeta y se colocan en cero los controles.
4. Se selecciona el rango de carga.
5. Al alcanzar la carga máxima de acuerdo con el material, se detiene la carga (**Figura 5.3**).

**Tabla 5.1** Dimensiones y condiciones iniciales de las probetas utilizadas en la prueba de compresión.

Ensayo de compresión						
Probeta: Biomaterial sintetizado por técnica sol-gel				Lubricante: No		
No. de ensayos: 3				Temperatura de ensayo: Temperatura ambiente		
Tipo de carga: Constante						
MEDIAS INICIALES	PROBETA 1		PROBETA 2		PROBETA 3	
	Diámetro $\phi$	Altura h	Diámetro $\phi$	Altura h	Diámetro $\phi$	Altura h
	1.730	3.925	1.914	3.933	1.727	4.265
	1.691	3.921	1.933	3.941	1.723	4.277
	1.703	3.922	1.889	3.945	1.718	4.259
	1.646	3.923	1.880	3.927	1.721	4.261
	1.703	3.925	1.950	3.928	1.734	4.262
	1.724	3.921	1.885	3.933	1.723	4.258
	1.690		1.937	3.923	1.724	4.263
	1.680		1.933	3.933	1.700	4.266
	1.670		1.945	3.935	1.713	4.275
	1.669		1.895		1.715	4.262
	1.702				1.712	4.256
	1.700				1.716	
	1.653				1.686	
Diámetro promedio (cm)	1.689		1.916		1.716	
Radio promedio (cm)	0.844		0.958		0.858	
Altura promedio (cm)	3.922		3.933		4.264	
Área promedio (cm <sup>2</sup> )	2.241		2.883		2.313	



**Figura 5.2** Imagen del sistema empleado en la prueba de compresión.



Figura 5.3 Imágenes de las probetas al finalizar la prueba de compresión (Probeta 2).

## 5.2 RESULTADOS EXPERIMENTALES

Una vez finalizada la prueba de compresión para cada probeta, se tienen los datos de desplazamiento reportados en la **Tabla 5.2**. Con la finalidad de obtener el equivalente a la carga aplicada se utilizan los datos reportados para la calibración del equipo y se determina la regresión lineal correspondiente (**Figura 5.4**).

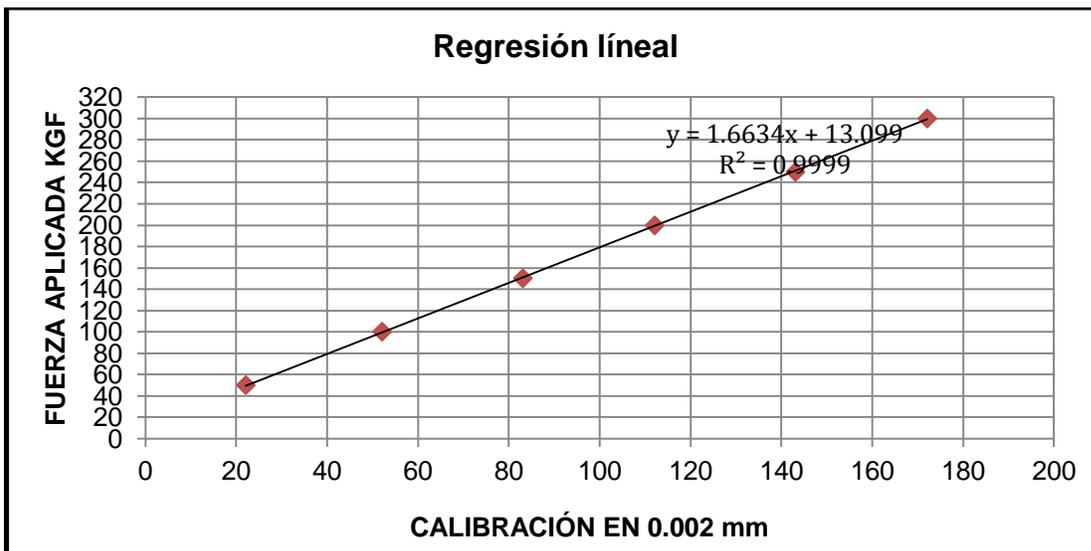


Figura 5.4 Regresión lineal de los datos reportados en la calibración del equipo, correspondientes a la fuerza aplicada.

**Tabla 5.2** Carga aplicada conforme al desplazamiento del anillo de carga.

PROBETA 1		PROBETA 2		PROBETA 3	
Velocidad: 0.1 mm/min		Velocidad: 0.1 mm/min		Velocidad: 0.2 mm/min	
Carga Kgf	Desplazamiento cm	Carga Kgf	Desplazamiento cm	Carga Kgf	Desplazamiento cm
13.10032	0.0002	13.10032	0.0002	13.10032	0.0002
13.10065	0.0004	13.10065	0.0004	13.10065	0.0004
13.10099	0.0006	<b>13.10099</b>	<b>0.0006</b>	13.10099	0.0006
<b>13.11130</b>	<b>0.0068</b>	13.10032	0.0002	<b>13.10165</b>	<b>0.0010</b>
13.10165	0.0010			13.10099	0.0006
13.10398	0.0024				

Con los resultados obtenidos se calculó el esfuerzo de compresión y el módulo de elasticidad, se obtuvieron los diagramas de esfuerzo vs deformación para las probetas 1, 2 y 3 (**Figura 5.5, 5.6 y 5.7**).

### PROBETA 1

Esfuerzo de compresión  $\sigma_c$

$$\sigma_c = \frac{F}{A} \leq \sigma_{c (prom)} = 0.5732 \text{ Mpa}$$

$$A = \pi r^2 = 2.2413 \text{ cm}^2$$

- Módulo de elasticidad (axial) E / Modulo de Young

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = 330.715433 \text{ Mpa}$$

- Ley de Hooke

$$\sigma = E\varepsilon = 0.5732 \text{ Mpa}$$

- Deformación axial total ( $\Delta t$ )

$$\Delta t = 0.0068 \text{ cm}$$

- Deformación axial/ lineal (por tensión o compresión)

$$\varepsilon = \frac{\Delta t}{l_0} = D\sigma = 0.0017$$

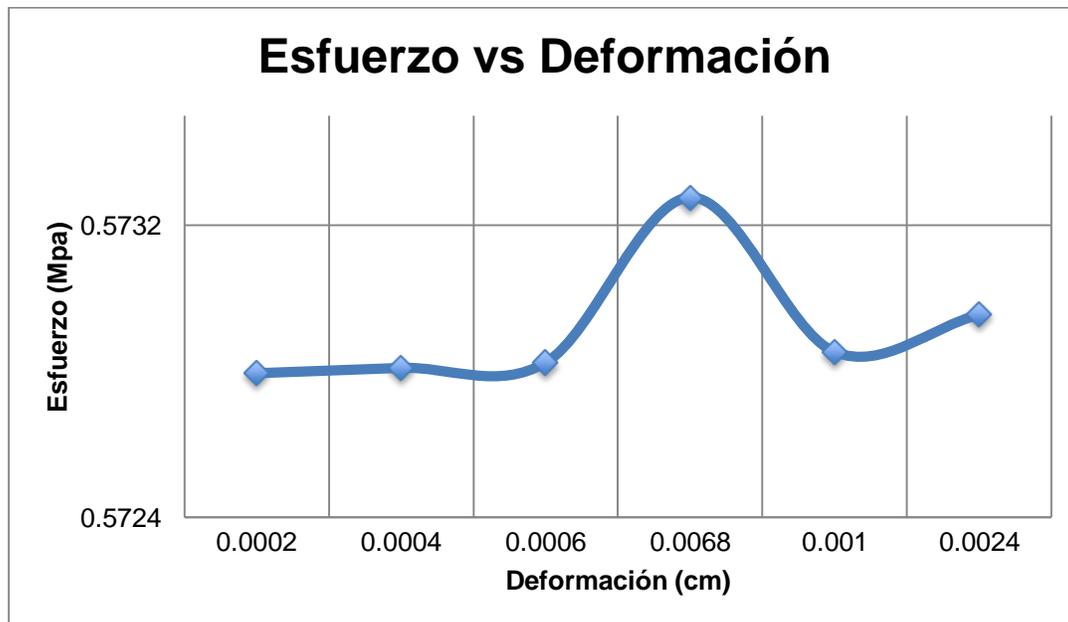


Figura 5.5 Diagrama esfuerzo vs deformación obtenido por la prueba de compresión, probeta 1.

## PROBETA 2

Esfuerzo de compresión  $\sigma_c$

$$\sigma_c = \frac{F}{A} \leq \sigma_{c (prom)} = 0.4452 \text{ Mpa}$$

$$A = \pi r^2 = 2.8835 \text{ cm}^2$$

- Módulo de elasticidad (axial) E / Modulo de Young

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = 2918.6896 \text{ Mpa}$$

- Ley de Hooke

$$\sigma = E\varepsilon = 0.4452 \text{ Mpa}$$

- Deformación axial total ( $\Delta t$ )

$$\Delta t = 0.0006 \text{ cm}$$

- Deformación axial/ lineal (por tensión o compresión)

$$\varepsilon = \frac{\Delta t}{l_0} = D\sigma = 0.00015$$

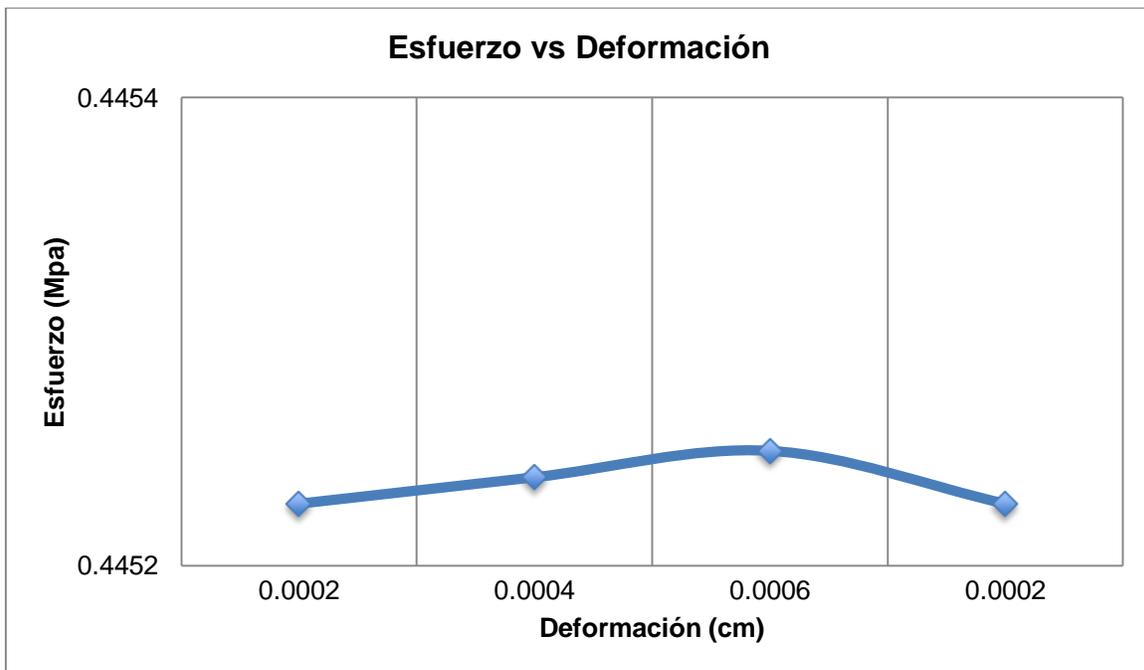


Figura 5.6 Diagrama esfuerzo vs deformación obtenido por la prueba de compresión, probeta 2.

### PROBETA 3

Esfuerzo de compresión  $\sigma_c$

$$\sigma_c = \frac{F}{A} \leq \sigma_{c (prom)} = 0.5549 \text{ Mpa}$$

$$A = \pi r^2 = 2.3135 \text{ cm}^2$$

- Módulo de elasticidad (axial) E / Modulo de Young

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = 2366.4005 \text{ Mpa}$$

- Ley de Hooke

$$\sigma = E\varepsilon = 0.5549 \text{ Mpa}$$

- Deformación axial total ( $\Delta t$ )

$$\Delta t = 0.001 \text{ cm}$$

- Deformación axial/ lineal (por tensión o compresión)

$$\varepsilon = \frac{\Delta t}{l_0} = D\sigma = 0.00023$$

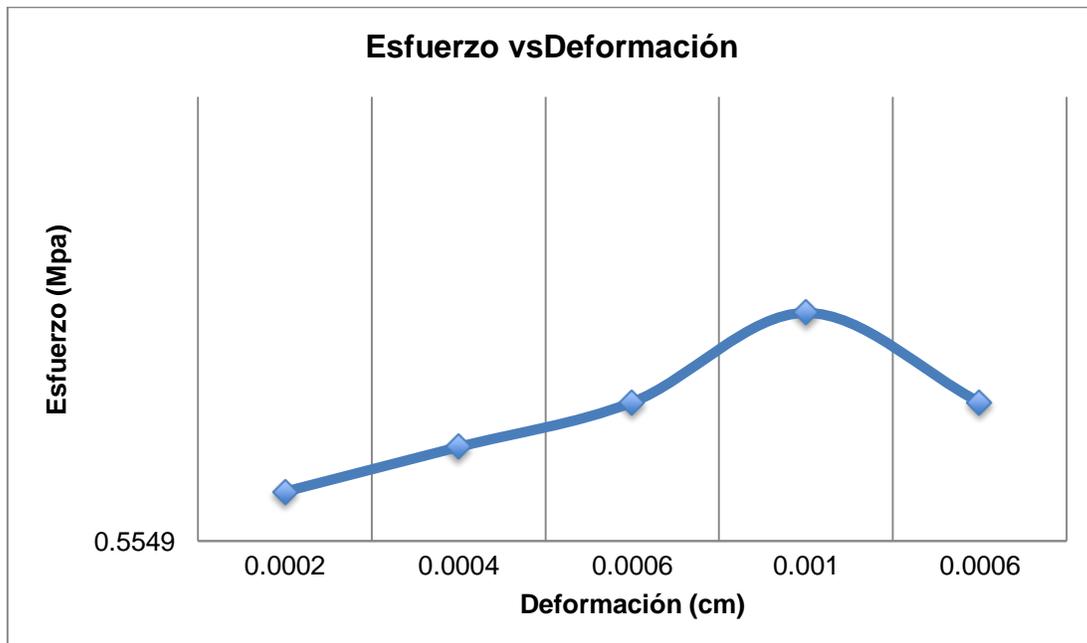


Figura 5.7 Diagrama esfuerzo vs deformación obtenido por la prueba de compresión, probeta 3.

En general, las tres probetas mostraron un comportamiento elástico, es decir mostraron una zona lineal en las gráficas de esfuerzo vs deformación, estas curvas muestran la tendencia típica de materiales cerámicos sometidos a prueba de compresión; fase de compactación lineal, los cambios en la pendiente y el aumento linealmente hasta el fallo.

La probeta 1 es la que mostró una zona de deformación plástica muy pequeña. Posterior a la prueba de compresión las probetas 1 y 2 mostraron fractura, mientras que la probeta 3 se mantuvo intacta.

La probeta 1 cargada en compresión axial, presentó una cortadura que forma aproximadamente un plano inclinado de  $45^\circ$  con el eje central. En esta prueba el proceso no fue interrumpido hasta su fallo total mostrando falla por fractura.

En la prueba de la probeta 2, esta al llegar a una disminución de la deformación en el anillo de carga, la prueba se detuvo, dando paso a fallas por fractura.

En el caso de la probeta 3, esta se evaluó aumentando la velocidad al doble, y se detuvo la prueba al igual que en la probeta 2, al haber una disminución en la deformación del anillo de carga. Esta probeta presentó una falla por deformación.

Los resultados obtenidos para cada probeta se muestran en la **Tabla 5.4**. Las probetas llegadas al fallo presentan agrietamiento en sentido longitudinal. La fisura central se forma primero, empezando en el centro y abriéndose hacia los extremos dando inicio a fisuras laterales.

La probeta nos da los valores del mínimo esfuerzo compresivo necesario para romper una muestra no confinada de forma cilíndrica, en condiciones normalizadas. El material que está en contacto con la maquina no está afectado, mientras que el material de las caras laterales es aplastado por compresión o triturado. Se rompen por subdivisión en láminas paralelas a una de las caras laterales.

**Tabla 5.4** Propiedades mecánicas determinadas para cada probeta.

MUESTRA	IMAGEN	TIPO DE FALLA	VALORES
PROBETA 1		Falla frágil, por corte.	-Esfuerzo de compresión: 0.5732 Mpa. -Módulo de Young: 330.7154 Mpa.
PROBETA 2		Falla parcial por corte. Hasta estos valores el material actúa como semifrágil. Al retirar del equipo esta se parte en dos grandes piezas y pedaceria.	-Esfuerzo de compresión: 0.4452 Mpa. -Módulo de Young: 2918.6896 Mpa.
PROBETA 3		Falla por deformación, aún se conserva en una pieza. Pierde muy poco material desprendido de las paredes laterales.	-Esfuerzo de compresión: 0.5549 Mpa. -Módulo de Young: 2366.4005 Mpa.

## 6. CONCLUSIONES

Con el trabajo realizado se determinó que es posible sintetizar un sólido poroso de forma definida, a partir de cáscara de arroz, en determinadas condiciones de secado y calcinado.

La introducción de una caja de acero inoxidable en la mufla afecta el proceso de calentamiento debido a que el acero inoxidable no es un buen conductor de calor ya que la velocidad de salida del vapor de glicerol fue disminuida. Sin embargo, su uso evito el ataque a las resistencias de las muflas.

El proceso de secado que permite obtener un gel semiseco fluido y compacto se tuvo con un calentamiento del gel en parrilla con agitación por un período de tiempo largo (60 min a 250°C). El tiempo de secado se afecta por la forma del recipiente y la temperatura, a mayor diámetro de boca del recipiente y mayor temperatura se disminuye el tiempo de secado.

El proceso de calcinado requiere de isotermas a pequeños intervalos de temperatura, con tiempos largos, para evitar la explosión del gel.

Como resultado del trabajo realizado pude obtener un sólido con andamios de forma cilíndrica de 10 cm de alto por 2 cm de diámetro, con una dureza suficiente para poder manipularlo manualmente (0.5 Mpa).

El material sintetizado representa un gran logro en la síntesis de vitrocerámicas como sólidos con andamios, debido a que aún no se han reportado andamios sin el uso de un polímero u otro material de soporte. Sin embargo, su uso como sustituto óseo requiere aún de un estudio posterior, debido a que el sistema  $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5$  muestra la formación de diferentes fases cristalinas acorde a la temperatura y al tiempo de síntesis.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- <sup>1</sup> Miriam Marín Miranda Estudio de la formación de la capa de apatita en un vidrio bioactivo sintetizado por técnica sol-gel, usando como biomaterial base la ceniza de cascara de arroz, 2016.
- <sup>2</sup>Hench LL, The story of Bioglass, J. Mater. Sci: Mater.Med. 17(2006)967-978.
- <sup>3</sup>Hench LL, Splinter RJ, Allen WC, Greenlee TK. Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials. J Biomed Mater Res 1972;2:117–141.
- <sup>4</sup>Schlickewei W, Schlickewei C. The use of bone substitutes in the treatment of bone defects—The clinical view and history. Macromol Symp 2007;253:10–23.
- <sup>5</sup>Ornelas. Tereza. Urzúa, R. Daniela, N. Zacar, and C. Isela, Materiales Biocompatibles.
- <sup>6</sup>Hench, L., Ethridge E: Biomaterials An interfacial approach. Edit. Academic Press. New York (1980).
- <sup>7</sup>Hench, L., Ethridge E: Advances in biomedical engineering. Edit J. Brown y J. Dickson. Academic Press. New York (1975) 36-139.
- <sup>8</sup>H.Y. Juang, M.H. Hon, Effect of calcination on sintering of hydroxyapatite, Biomaterials 17 (1996) 2059–2064.
- <sup>9</sup>K. Seema, B. Uma, K. Suchita, Transformations in sol–gel synthesized nanoscale hydroxyapatite calcined under different temperatures and time conditions, Journal of Materials Engineering and Performance 21 (2012) 1737–1743.
- <sup>10</sup>Baino F. Et al. Review, Three-dimensional glass-derived scaffolds for bone tissue engineering: Current trends and forecasts for the future. Wiley online Library, 2011;514-535.
- <sup>11</sup>De Barros M., Pereira M., Sol-Gel Synthesis of bioactive Glass scaffolds for tissue engineering: Effect of surfactant type and concentration. Wiley InterScience, 2005;452-456.
- <sup>12</sup>Karageorgiou V, Kaplan D. Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis. Elsevier, 2005;5475-5491.
- <sup>13</sup>Michael F. Ashby. David R.H. Jones. Materiales para ingeniería 1, introducción a las propiedades, las aplicaciones y el diseño. Editorial REVERTE. 2008 pp. 2,3.
- <sup>14</sup>S. Timoshenko, D.H. Young, Elementos de resistencia de materiales 2da edición Montaner y Simon, S.A.
- <sup>15</sup>R.C Hibbeler Mecánica de materiales 1994, Compañía Editorial continental. S.A. de C.V.
- <sup>16</sup>Gere, James y Barry J. Goodno; Mecánica de materiales séptima edición. Editorial CENGAGE Learning.
- <sup>17</sup>Eugenio Peschard, resistencia de materiales, UNAM México 1976. William A. Nash Teoría y problemas de resistencia de materiales, McGraw-Hill.
- <sup>18</sup>R.C. Hibbeler Mecánica de materiales 1994, compañía Editorial Continental. S.A. de C.V.
- <sup>19</sup>Wayne Hayden, Willian G. Moffatt, John Wulff, Propiedades mecánicas 1982, editorial Limusa S.A.
- <sup>20</sup>Robert, L. Mott, P. E. Resistencias de materiales aplicada tercera edición, Prentice Hall Anoamericana, S.A.
- <sup>21</sup>Jorge Iván Díaz, Sergio H. Zapata, Resistencia de materiales editorial Limusa.
- <sup>22</sup>Boughton OR, Ma S, Zhao S, Arnold M, Lewis A, Hansen U, et al. (2018) Measuring bone stiffness using spherical indentation. PLoS ONE 13 (7): e0200475. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0200475>.