



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS  
POTOSÍ**

**FACULTAD DE INGENIERÍA**

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y ESTUDIOS DE POSGRADO**

**ANÁLISIS DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE ANDAMIOS DE  
HIDROXIAPATITA UTILIZADOS EN INGENIERÍA TISULAR**

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:  
MAESTRO EN INGENIERÍA MECÁNICA**

**EN LA OPCIÓN DE:  
MECATRÓNICA Y SISTEMAS MECÁNICOS (MSM)**

**PRESENTA:  
ING. ENRIQUE GALLEGOS NIETO**

**ASESOR:  
DR. HUGO IVÁN MEDELLÍN CASTILLO**

SAN LUIS POTOSÍ, SLP

FEBRERO 2013



550

550

Nombre del sustentante

ENRIQUE GALLEGOS

NIETO



En la Ciudad de San Luis Potosí, capital del estado del mismo nombre, a los 15 días del mes de Febrero de 2013, se reunieron ante el suscrito, Secretario General de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, los Señores Ingenieros : \_\_\_\_\_

Dr. Juan Antonio Córdenas Galindo

Dr. Gilberto Mejía Rodríguez

Dr. Hugo Iván Medellín Castillo (ASESOR)

con el carácter de Jurado Calificador y con el objeto de celebrar el examen de:

Maestría en Ingeniería Mecánica

que sustentó el (la ) Señor (ita) :

Enrique Gallegos Nieto

De conformidad con el acuerdo dictado por el Señor Rector de la Universidad y en vista de que el (la) sustentante comprobó legalmente haber efectuado todos los estudios profesionales y de posgrado exigidos por el Plan de Estudios en vigor para dicho posgrado.

El examen dio principio a las 12 hrs. 00 minutos y terminó a las 14 hrs. 00 minutos del día de la fecha.

En base al cumplimiento de los requisitos aprobados por el H.

Consejo Directivo para: este programa de

Maestría

y conforme a la votación que por escrutinio secreto hizo el H. Jurado Calificador, el (la ) sustentante resultó Aprobado por unanimidad.

Para constancia se levantó la presente acta que firman los Señores Sinodales ante el Secretario General de la Facultad que autoriza.

Dr. Juan Antonio Córdenas Galindo Dr. Gilberto Mejía Rodríguez

Dr. Hugo Iván Medellín Castillo.

Enrique Gallegos

Firma del sustentante



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA  
DE SAN LUIS POTOSÍ

19 de julio de 2012

AL ING. ENRIQUE GALLEGOS NIETO  
P R E S E N T E. –

En atención a su solicitud de Temario, presentada por el **Dr. Hugo Iván Medellín Castillo** Asesor de la Tesis que desarrollará Usted, con el objeto de obtener el Grado de *Maestría en Ingeniería Mecánica*. Me es grato comunicarle que en la Sesión de Consejo Técnico Consultivo celebrada el día 19 de julio del presente año, fue aprobado el Temario propuesto:

TEMARIO:

“ANÁLISIS DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE ANDAMIOS DE  
HIDROXIAPATITA UTILIZADOS EN INGENIERÍA TISULAR”

INTRODUCCIÓN

- I. ANTECEDENTES TEÓRICOS.
- II. METODOLOGÍA.
- III. PRUEBAS EXPERIMENTALES .
- IV. SIMULACIÓN NUMÉRICA.
- V. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

CONCLUSIONES.

BIBLIOGRAFÍA.

APÉNDICES

“MODOS ET CUNCTARUM RERUM MENSURAS AUDEBO”

ATENTAMENTE

M. I. JORGE ALBERTO PÉREZ GONZÁLEZ  
DIRECTOR

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA  
DE SAN LUIS POTOSÍ  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
DIRECCION



FACULTAD  
DE INGENIERÍA

Av. Manuel Nava 8  
Zona Universitaria - CP 78290  
San Luis Potosí, S.L.P.  
tel. (444) 826 2330 al39  
fax (444) 826 2336  
www.uaslp.mx

\*\*bcb

# Resumen

La ingeniería de tejidos óseos surge como una nueva opción para el tratamiento de muchos tipos de afecciones, entre ellas las enfermedades óseas, permitiendo resolver múltiples problemas en el área médica. El desarrollo de una matriz de hidroxiapatita para cultivo de células permitirá contar con otra alternativa para enfrentar las enfermedades causadas en el hueso y articulaciones que frecuentemente llevan a la discapacidad en las personas. Para el desarrollo del proyecto se consideró hidroxiapatita (HA) en polvo blanco del proveedor Sigma-Aldrich [50]. Se fabricaron andamios de HA por el método de polímero soluble en agua, utilizando el Poli vinil Alcohol (PVA) como formador de poros. Las muestras fueron caracterizadas con ensayos a compresión, microscopía electrónica de barrido (MEB), microscopía estereoscópica y difracción de rayos X. Se obtuvieron andamios con multiporosidad (macro y microporosidad) con un diámetro que va de 50 a 935  $\mu\text{m}$ , con porosidades de 52%, 60%, 66% y 70%. Para los andamios que se sometieron a un tratamiento térmico de 400  $^{\circ}\text{C}$ , la resistencia a compresión fue de 3.26, 2.65, 2.18 y 1.84 MPa y un módulo de elasticidad de 44.62, 37.7, 32.56 y 28.38 MPa respectivamente para las porosidades arriba mencionadas. Se analizaron estas estructuras por el método de elementos finitos (MEF) para evaluar su desempeño estructural. Finalmente se analizan los resultados y se proponen modelos matemáticos que permitan predecir el comportamiento mecánico (propiedades mecánicas) de andamios de hidroxiapatita a partir de su porosidad.

# Agradecimientos

Mi más sincero agradecimiento:

A mi esposa Laura Gisela Ortiz Galván por su apoyo incondicional, por su perseverancia, por todo su cariño y comprensión, por ser el motor que me impulsa a seguir adelante.

A mis padres Enrique Gallegos Orozco y Catalina Nieto Alonso que con cariño y amor siempre me han guiado y han estado a mi lado en todo momento, por sus consejos que me han motivado a alcanzar mis metas.

A mi asesor de tesis Dr. Hugo Iván Medellín Castillo por su asesoría, por todos sus comentarios y consejos para llevar por buen camino este proyecto, por todo su tiempo que con gran profesionalismo y calidad dedicó a este trabajo de tesis.

Al consejo Nacional de Ciencia y tecnología (CONACyT) por brindarme el apoyo económico durante mis estudios.

Al Comité Académico del Posgrado en Ingeniería Mecánica por su contribución a mi formación académica.

A la Universidad Autónoma de San Luis Potosí por haberme dado una formación integral, por brindarme los elementos necesarios para crecer como persona.

San Luis Potosí, Febrero de 2013

Enrique Gallegos Nieto

# Contenido

Resumen.....	i
Agradecimientos.....	ii
Contenido.....	iii
Lista de figuras.....	vi
Lista de tablas.....	x
Introducción .....	1
Justificación.....	4
Objetivo general .....	5
Objetivos particulares .....	5
Organización de la tesis .....	6
Capítulo 1.....	7
Antecedentes teóricos .....	7
1.1 Ingeniería tisular .....	7
1.2 Biomateriales .....	8
1.3 Andamios en ingeniería tisular .....	10
1.3.1 Tipos de andamios.....	11
1.4 Proceso de regeneración ósea .....	15
1.4.1 Terapias convencionales para la reparación de tejido óseo .....	16
1.4.2 Biomateriales utilizados para la regeneración de tejido óseo .....	17
1.4.3 Propiedades mecánicas para la regeneración ósea.....	18
1.4.4 Importancia de la porosidad en andamios para la regeneración ósea .....	20
1.5 Hidroxiapatita .....	20
1.5.1 Biocompatibilidad de la hidroxiapatita .....	21
1.5.2 Obtención de la hidroxiapatita .....	23
1.5.3 Propiedades mecánicas de la hidroxiapatita .....	26

Capítulo 2.....	29
Metodología .....	29
2.1 Metodología general.....	29
2.2 Fabricación de andamios .....	30
2.2.1 Materiales.....	30
2.2.2 Técnicas utilizadas para la elaboración de pasta .....	34
2.2.3 Técnicas para producir andamios porosos de HA.....	37
2.3 Difracción de rayos X .....	41
2.4 Microestructura de los andamios .....	43
Capítulo 3.....	46
Pruebas experimentales.....	46
3.1 Medición de porosidad.....	46
3.1.1 Porosidad .....	46
3.1.2 Técnicas para medir la porosidad.....	47
3.1.3 Resultados.....	50
3.2 Propiedades mecánicas.....	51
3.2.1 Generalidades.....	51
3.2.2 Normas utilizadas.....	55
3.2.2.3 Pruebas a flexión.....	57
3.2.3 Equipo utilizado .....	58
3.2.4 Fabricación de moldes y herramientas .....	59
3.2.5 Resultados de las pruebas mecánicas .....	61
Capítulo 4.....	67
Simulación numérica .....	67
4.1 Metodología.....	67

4.2 Resultados .....	71
4.2.1 ANSYS® vs COMSOL® .....	71
4.2.2 Andamios regulares e irregulares.....	75
4.2.3 Andamios con arreglo de poros diferente.....	76
4.2.4 Análisis de la orientación del andamio (anisotropía).....	77
4.2.5 Andamios con propiedades mecánicas en los poros .....	78
4.2.6 Conclusiones .....	81
Capítulo 5.....	82
Análisis y discusión de resultados.....	82
5.1 Yeso hemihidratado .....	82
5.1.1 Flexión.....	82
5.1.2 Compresión.....	83
5.1.3 Tensión .....	84
5.1.4 Discusión .....	85
5.1.5 Conclusiones.....	86
5.2 Hidroxiapatita .....	87
5.2.1 Experimental.....	87
5.2.2 Simulación .....	87
5.2.3 Teórica.....	90
5.2.4 Discusión .....	95
Conclusiones .....	98
Contribuciones.....	100
Trabajo futuro.....	100
Bibliografía .....	102
Apéndice.....	107



# Lista de figuras

Figura 1. Pilares donde se sustenta la Ingeniería tisular.....	2
Figura 2. Imagen tridimensional de un andamio de hidroxiapatita cargado con células madre de oveja e implantado en un ratón, mostrando hueso recién formado (verde) en la superficie interior del andamio (amarillo y rojo), la fase orgánica es de color azul.....	2
Figura 1.1 Esquema ilustrativo de una de las tendencias en ingeniería tisular.....	7
Figura 1.2. Capacidad para producir andamios que imiten los tejidos naturales a escala.....	12
Figura 1.3. Métodos para la fabricación de andamios no fibrosos.....	13
Figura 1.4. Métodos para la fabricación de andamios fibrosos.....	13
Figura 1.5. Proceso aditivo capa por capa.....	14
Figura 1.6. Esquema de diferenciación de células madre.....	15
Figura 1.7 Esquema de la función mecánica del andamio biodegradable hasta el final del proceso de regeneración ósea.....	19
Figura 2.1. Metodología general.....	30
Figura 2.2. Yeso utilizado para el desarrollo de las pruebas piloto.....	31
Figura 2.3. Presentación de la hidroxiapatita.....	32
Figura 2.4. Presentación del PVA.....	33
Figura 2.5. Probetas a flexión de hidroxiapatita.....	36
Figura 2.6. Método de elaboración de pasta de HA.....	37
Figura 2.7. Proceso de fabricación de hidroxiapatita porosa, método por esponja.....	38
Figura 2.8. Hidroxiapatita después del sinterizado.....	38
Figura 2.9. HA agrietada en moldes pequeños.....	39
Figura 2.10. Moldes completamente sellados y rellenos con pasta de HA.....	39
Figura 2.11. Moldes de esponja de poliuretano.....	40

Figura 2.12. Andamios de HA.....	41
Figura 2.13. Difractograma de la hidroxiapatita comercial Sigma-Aldrich.....	42
Figura 2.14. Difractograma de la hidroxiapatita a 400 °C.....	42
Figura 2.15. Difractograma de la hidroxiapatita a 1150 °C.....	43
Figura 2.16. Imágenes de andamios de hidroxiapatita tomadas con el microscopio estereoscópico.....	44
Figura 2.17. Imágenes de andamios de hidroxiapatita obtenidas por el MEB.....	45
Figura 3.1. Muestras sumergidas en keroseno.....	48
Figura 3.2. Probeta graduada de 10 ml.....	49
Figura 3.3. Medición de la porosidad: a) referencia del líquido, b) muestra recién sumergida y c) 24 hrs después.....	49
Figura 3.4. Medición de la porosidad, peso hidrostático.....	50
Figura 3.5. Andamios de HA, a) sin PVA, b) 2 g de PVA, c) 3 g de PVA y d) 5 g de PVA.....	51
Figura 3.6. Curva fuerza-desplazamiento.....	52
Figura 3.7. Barra sometida a una fuerza de tensión.....	52
Figura 3.8. Flexión de una viga.....	54
Figura 3.9. Muestras de tracción utilizadas para cerámicos (dimensiones en mm).....	56
Figura 3.10. Probeta seleccionada para las pruebas a tensión (dimensiones en mm).....	56
Figura 3.11. Geometría recomendada para ensayos a compresión.....	57
Figura 3.12. Configuración para ensayos a flexión: a) configuración de 4 puntos y (b) configuración de 3 puntos.....	58
Figura 3.13. Texturómetro TA.XT Plus.....	59
Figura 3.14. Máquina de prototipado rápido Roland MDX-40A.....	60
Figura 3.15. Moldes de acrílico de probetas para ensayos a tensión, compresión y flexión.....	60
Figura 3.16. Herramientales para los diferentes ensayos: a) tensión, b) compresión y c) flexión.	61

Figura 3.17. Ensayos mecánicos del yeso: a) tensión y b) flexión.....	62
Figura 3.18. Ensayos a compresión.....	62
Figura 3.19. Curva fuerza-desplazamiento.....	63
Figura 3.20. Curva fuerza-desplazamiento.....	63
Figura 3.21. Ensayos a compresión de andamios de HA.....	65
Figura 4.1. Andamio esférico.....	68
Figura 4.2. Geometría del elemento SOLID186.....	69
Figura 4.3. Mallado tipo libre en ANSYS® con 72804 elementos.....	69
Figura 4.4. Mallado tipo libre en COMSOL® con 73847 elementos.....	69
Figura 4.5. Aplicación de las cargas.....	70
Figura 4.6. Aplicación de la deformación.....	70
Figura 4.7. Andamios regulares.....	72
Figura 4.8. Gráfica del estudio de convergencia para el andamio 1.....	73
Figura 4.9. Gráfica del estudio de convergencia para el andamio 2.....	74
Figura 4.10. Gráfica del estudio de convergencia para el andamio 3.....	74
Figura 4.11. Gráfica del estudio de convergencia para el andamio 4.....	74
Figura 4.12. Andamios con igual porcentaje de porosidad.....	75
Figura 4.13. Andamios con arreglo de poro diferente: a) arreglo regular, b) arreglo tipo ladrillo.....	76
Figura 4.14. Esfuerzo de von Mises para una estructura: a) hexagonal vertical, b) hexagonal transversal.....	77
Figura 4.15. Esfuerzo de von Mises de la celda unitaria en Comsol. a) cubo con un poro en el centro, cuyo modulo de elasticidad es 1.2 GPa, b) cubo con un poro en el centro con un módulo de elasticidad de 120 GPa.....	79
Figura 4.16. Aumento en la rigidez del andamio conforme aumenta el módulo de elasticidad del poro, Comsol.....	80

Figura 4.17. Esfuerzo de von Mises de la celda unitaria en Ansys: a) cubo con un poro en el centro, cuyo modulo de elasticidad es 1.2 GPa, b) cubo con un poro en el centro con un módulo de elasticidad de 120 GPa.....	80
Figura 4.18. Aumento en la rigidez del andamio conforme aumenta el módulo de elasticidad del poro, ANSYS®.....	81
Figura 5.1. Resistencia a flexión vs tiempo del yeso hemihidratado.....	83
Figura 5.2. Módulo de elasticidad a flexión vs tiempo del yeso hemihidratado.....	83
Figura 5.3. Resistencia a compresión vs tiempo del yeso hemihidratado.....	84
Figura 5.4. Módulo de elasticidad a compresión vs tiempo del yeso hemihidratado.....	84
Figura 5.5. Resistencia a compresión vs tiempo.....	85
Figura 5.6. Resistencia a compresión vs tiempo.....	86
Figura 5.7. Andamios HA para la simulación: a) validación del módulo de elasticidad y b) validación de la resistencia a la compresión.....	88
Figura 5.8. Valores experimentales a 400 °C y teóricos de módulo de Young para $C = 1$ y diferentes valores de $n$ .....	92
Figura 5.9. Valores experimentales a 1150 °C y teóricos de módulo de Young para $C = 1$ y diferentes valores de $n$ .....	92
Figura 5.10. Valores experimentales a 400 °C y teóricos de la resistencia a compresión para $C = 1$ y diferentes valores de $n$ .....	94
Figura 5.11. Valores experimentales a 1150 °C y teóricos de la resistencia a compresión para $C = 1$ y diferentes valores de $n$ .....	94
Figura 5.12. Módulo de elasticidad vs porosidad a 400 °C.....	95
Figura 5.13. Módulo de elasticidad vs porosidad a 1150 °C.....	95
Figura 5.14. Resistencia a la compresión vs porosidad a 400 °C y 1150 °C.....	96

# Lista de tablas

Tabla 1.1. Compuestos de Fosfato de calcio probados en organismos vivos.....	18
Tabla 1.2. Porosidad y tamaño de poro de andamios para regeneración ósea.....	20
Tabla 1.3. Propiedades mecánicas del hueso y fosfato de calcio.....	22
Tabla 1.4. Comportamiento mecánico de la hidroxiapatita.....	28
Tabla 1.5. Comportamiento mecánico de la hidroxiapatita.....	28
Tabla 2.1. Propiedades físicas del Yeso Supremo San Luis.....	31
Tabla 2.2. Identificación del producto y la compañía.....	32
Tabla 2.3. Composición de la hidroxiapatita.....	32
Tabla 2.4. Propiedades de la hidroxiapatita.....	32
Tabla 2.5. Identificación del producto y la compañía.....	33
Tabla 2.6. Propiedades físicas y químicas del PVA.....	33
Tabla 2.7. Propiedades físicas del keroseno.....	34
Tabla 3.1. Resultados de porosidad de los andamios analizados.....	51
Tabla 3.2. Especificaciones técnicas del texturómetro.....	59
Tabla 3.3. Relación $y-a = 0.5$ .....	64
Tabla 3.4. Relación $y-a = 0.5$ a $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ .....	64
Tabla 3.5. Relación $y-a = 0.7$ .....	64
Tabla 3.6. Relación $y-a = 0.7$ a $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ .....	65
Tabla 3.7. Resultados de fuerza-desplazamiento para los andamios de HA.....	66
Tabla. 3.8. Valores de densidad de los andamios de HA.....	66
Tabla 4.1. Características de los andamios.....	72

Tabla 4.2. Resultados de los andamios, comparación entre COMSOL® y ANSYS®.....	73
Tabla 4.3. Módulo de elasticidad de los andamios analizados.....	76
Tabla 4.4. Módulo de elasticidad de los andamios a y b.....	77
Tabla 4.5. Porosidad, fuerza de reacción y módulo de elasticidad.....	78
Tabla 5.1. Módulo de elasticidad de la hidroxiapatita.....	87
Tabla 5.2. Resistencia a la compresión de la hidroxiapatita.....	87
Tabla 5.3. Características de los andamios a y b.....	88
Tabla 5.4. Módulo de elasticidad de la hidroxiapatita a 400 °C.....	89
Tabla 5.5. Módulo de elasticidad de la hidroxiapatita a 1150 °C.....	89
Tabla 5.6. Resistencia a la compresión de la hidroxiapatita a 400 °C.....	90
Tabla 5.7. Resistencia a la compresión de la hidroxiapatita a 1150 °C.....	90
Tabla 5.8. Valores experimentales a 400 °C y teóricos de módulo de Young (MPa) para $C = 1$ y diferentes valores de $n$ .....	91
Tabla 5.9. Valores experimentales a 1150 °C y teóricos de módulo de Young para $C = 1$ y diferentes valores de $n$ .....	92
Tabla 5.10. Valores experimentales a 400 °C y teóricos de la resistencia a compresión para $C = 1$ y diferentes valores de $n$ .....	93
Tabla 5.11. Valores experimentales a 1150 °C y teóricos de la resistencia a compresión para $C = 1$ y diferentes valores de $n$ .....	94

# Introducción

El empleo de diferentes tipos de injertos óseos ha perdurado hasta nuestros días a pesar de las limitaciones, riesgos quirúrgicos y de salud asociados a éstos. Por esta razón, a través de los últimos años se ha trabajado intensamente en el desarrollo de materiales o dispositivos con características adecuadas que permitan disminuir y en algunos casos eliminar el uso del injerto. Hoy día se encuentran en el mercado y en fase de investigación una gran cantidad de sustancias y dispositivos médicos que con éxitos variables se utilizan para la sustitución de tejido vivo en medicina y odontología. En particular, los materiales bioactivos y sus aplicaciones han tenido un desarrollo creciente en los últimos años, logrando en algunos casos excelentes resultados. Cuando es necesario restaurar un defecto óseo, el hueso autólogo continúa empleándose como auto injerto en la cirugía reconstructiva, este hueso autólogo es usado para el tratamiento de las articulaciones, en la restauración de pérdida ósea, defectos traumáticos, etc.

La ingeniería tisular es un área científica interdisciplinaria en la que confluyen tres elementos fundamentales: las matrices tridimensionales (andamios), las moléculas de señalización y los diferentes tipos de células, en un ambiente físico-químico apropiado que permita la regeneración del tejido u órgano. El objetivo de esta ciencia es regenerar o mejorar la función particular de un órgano o tejido (Figura 1) [1].

La pérdida total o parcial de tejidos, así como la pérdida de la función de un órgano, es uno de los más graves y costosos problemas de salud de un ser humano. Actualmente la cirugía reconstructiva es el arma fundamental para la atención de estos pacientes, la utilización de órganos para trasplante usualmente se ve limitada por la escasez de donantes y la transmisión de enfermedades. Esta creciente necesidad de órganos llevó a los investigadores a utilizar células para la reconstrucción de órganos y tejidos. La ventaja de esta nueva tecnología es la de evitar la terapéutica inmunosupresora (inhibición de uno o más componentes del sistema inmunológico).

Hoy científicos de diversas áreas (molecular, celular, biológica) colaboran activamente con ingenieros mecánicos para desarrollar tejidos análogos que permitan a los médicos mejorar, mantener y restaurar la función de un órgano.

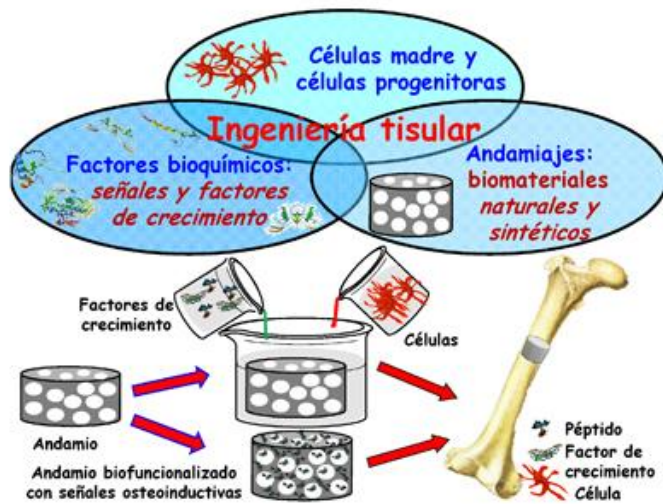


Figura 1. Pilares donde se sustenta la Ingeniería tisular.

Un componente clave en la Ingeniería tisular para la regeneración ósea es el andamio (Figura 2) [2], el cual es un elemento que sirve como plantilla para las interacciones celulares y la formación de hueso-matriz extracelular, así como para proporcionar soporte estructural al tejido recién formado.

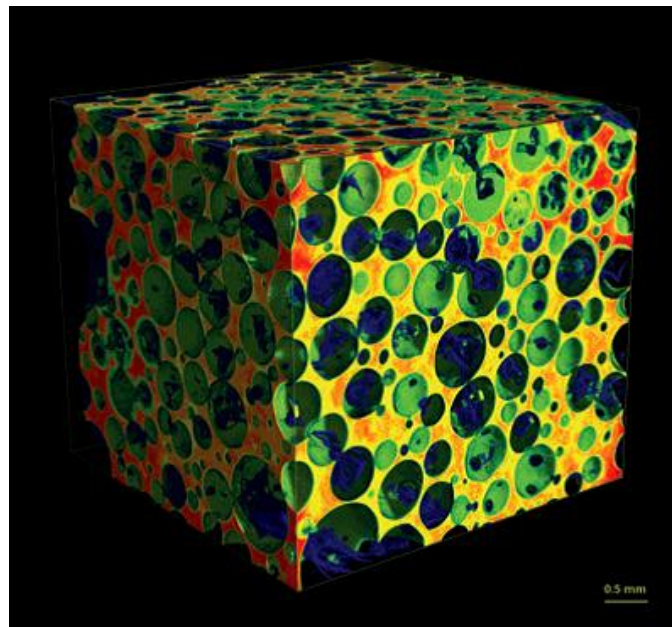


Figura 2. Imagen tridimensional de un andamio de hidroxapatita cargado con células madre de oveja e implantado en un ratón, mostrando hueso recién formado (verde) en la superficie interior del andamio (amarillo y rojo), la fase orgánica es de color azul.



Los andamios para la regeneración ósea deben cumplir ciertas características para realizar su función, entre las cuales se encuentran las propiedades mecánicas similares a las del sitio de reparación, biocompatibilidad y biodegradabilidad a un ritmo acorde con la remodelación. Los andamios sirven principalmente como elementos osteoconductivos debido a que el hueso nuevo es depositado por sustitución progresiva del hueso vivo adyacente. Los andamios para osteogénesis deben imitar la morfología, estructura y función ósea con el fin de optimizar la integración en el tejido circundante [3].

El hueso es una estructura compuesta de cristales de hidroxiapatita ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{HO})_2$ ) depositados en una matriz orgánica. La morfología del hueso está compuesta de hueso trabecular y hueso cortical. El hueso trabecular crea un entorno poroso con 50-90% de porosidad [4]. El hueso cortical tiene una estructura sólida con una serie de huecos con un área de sección transversal de  $25000\text{-}12000\ \mu\text{m}^2$  que resulta en 3-12% de porosidad [5]. Cuatro tipos de células están presentes en el tejido óseo: osteoblastos, osteoclastos, osteocitos y las células óseas de revestimiento. El hueso está en una constante remodelación con la producción de osteoblastos y la mineralización de una matriz ósea nueva, los osteocitos mantienen la matriz ósea en buen estado y los osteoclastos la resorción de la matriz ósea para su remodelación [6].

Las propiedades mecánicas del hueso humano dependen de la edad, por ejemplo para 3, 5 y 35 años de edad el hueso de una muestra de fémur tiene un módulo de elasticidad de 7.0, 12.8 y 16.7 GPa respectivamente [7]. Se reporta en la literatura que después de la maduración, la resistencia a la tensión y el módulo de elasticidad del hueso cortical del fémur disminuyen en aproximadamente un 2% por década [4]. La complejidad en la arquitectura y la variabilidad de las propiedades del tejido óseo (por ejemplo, porosidad, tamaño de poro, propiedades mecánicas, la mineralización o la densidad mineral, tipo de células), así como las diferencias en edad, estado nutricional, la actividad y el estado de salud de los individuos, establecen un reto importante en la ingeniería de tejidos óseos para el diseño y fabricación de andamios que satisfagan las necesidades de reparación de sitios específicos en los pacientes.

Las propiedades de los andamios dependen principalmente de la naturaleza de los biomateriales y del proceso de fabricación. Los biomateriales han sido objeto de extensos

estudios e incluyen materiales tales como metales, cerámicos, vidrio, polímeros sintetizados químicamente, polímeros naturales y combinaciones de estos materiales para formar compuestos. Una de las características más importantes de un andamio es la porosidad, la cual se define como el porcentaje de espacios vacíos en un sólido, y es una característica morfológica independiente del material. Los poros son necesarios para la formación de tejido óseo debido a que permiten la migración y proliferación de los osteoblastos y las células mesenquimales, así como la vascularización. Además, una superficie porosa mejora la conexión mecánica entre el biomaterial implantado y el hueso circundante natural, proporcionando una mayor estabilidad mecánica a esta interfaz crítica. El tamaño mínimo de los poros debe ser lo suficientemente grande para permitir la integración mediante el crecimiento de los vasos sanguíneos y capilares, que aseguren la irrigación de las células óseas. Además esta estructura porosa favorece el crecimiento óseo en el implante dando una fijación y reparación oseointegrada.

Dentro de todos los biomateriales para sustitución ósea, los que han tenido una mejor aceptación han sido los compuestos de sales cálcicas (fosfatos cálcicos, carbonatos cálcicos, sulfatos cálcicos). Esta aceptación se debe a su mayor afinidad con los materiales integrantes de la matriz ósea. Los cerámicos bioactivos, tales como la hidroxiapatita o la  $\beta$ -TCP fueron introducidos en los años 70's por su similitud en el contenido mineral del hueso, el cual es principalmente una apatita carbonatada [8].

## **Justificación**

Gracias a su excelente biocompatibilidad y a su semejanza química y cristalina con la fase mineral de hueso, los fosfatos de calcio se han usado en medicina desde hace 20 años. Numerosos estudios *in vivo* e *in vitro* han reportado que los fosfatos de calcio, no importa cuál sea su presentación: compactos, recubrimientos, porosos o en polvo, ni en qué fase: cristalinos o amorfos, siempre soportan la unión, diferenciación y proliferación de células mesenquimales [9].

Los materiales densos de hidroxiapatita tienen gran aplicación en casos de sustitución y/o reparación de defectos óseos en cirugía dental y ortopédica. Sin embargo, la hidroxiapatita es quebradiza y relativamente débil comparada con los implantes tradicionales tales como metales,

aleaciones y cerámicos de alta resistencia. Las propiedades mecánicas de la hidroxiapatita no son suficientes para que ésta sea utilizada como implante en situaciones de carga.

Lo anterior justifica los esfuerzos por realizar estudios sobre los biomateriales que actúan como andamios, así como el estudio experimental de sus propiedades mecánicas que permita validar un modelo de elemento finito, el cual pueda predecir el desempeño mecánico de una amplia gama de andamios con diferentes porosidades, tamaño, arreglo y formas de poro, esto con el objetivo de que el cirujano pueda seleccionar el andamio con las propiedades mecánicas de acuerdo a las necesidades de cada paciente.

## **Objetivo general**

El objetivo general del presente trabajo es estudiar y analizar las propiedades mecánicas de andamios de hidroxiapatita utilizados en ingeniería tisular. Parte de este estudio y análisis comprende el desarrollo de un modelo de simulación por el método de elemento finito (MEF) que permita predecir el desempeño mecánico (estructural) de los andamios de hidroxiapatita.

## **Objetivos particulares**

Para lograr el objetivo de esta tesis se definieron los siguientes objetivos particulares:

1. Revisión bibliográfica de los biomateriales existentes utilizados como andamios para la regeneración ósea, en particular la hidroxiapatita.
2. Desarrollar una metodología experimental y de simulación para el análisis de las propiedades mecánicas de los andamios de hidroxiapatita.
3. Desarrollar y fabricar andamios de hidroxiapatita con diferentes características.
4. Realizar ensayos experimentales para obtener las propiedades mecánicas de los andamios.
5. Evaluar y analizar las propiedades mecánicas de los andamios de hidroxiapatita.
6. Desarrollar un modelo de simulación MEF de andamios de hidroxiapatita.
7. Ajustar y evaluar modelo de simulación MEF con base a los resultados experimentales.

## **Organización de la tesis**

La tesis se organiza de la siguiente manera. En el capítulo 1 se explican temas específicos necesarios para comprender en su totalidad los conceptos manejados en este trabajo. El capítulo 2 presenta la metodología que se empleó para desarrollar esta tesis. En el capítulo 3 se obtienen las propiedades mecánicas de la hidroxiapatita, al igual que los porcentajes de porosidad con los que se trabajó. El capítulo 4 muestra un análisis por elemento finito de varios tipos de andamios con diferente porosidad, arreglo, tamaño y forma de poro. En el capítulo 5 se realiza un análisis y discusión de los resultados obtenidos tanto en las pruebas experimentales como en la simulación. Finalmente se presentan las conclusiones del trabajo de tesis.

# Capítulo 1

## Antecedentes teóricos

### 1.1 Ingeniería tisular

La ingeniería tisular constituye una disciplina relativamente nueva y un campo de investigación y desarrollo interdisciplinario que aplica los conocimientos de la ingeniería, la medicina, la química y la biología para resolver problemas clínicos y quirúrgicos relacionados a la pérdida de tejidos. La ingeniería tisular se basa en la utilización de biomateriales con las características de ser bioactivos, bioabsorbibles y capaces de estimular la respuesta celular y molecular de forma controlada para que actúen como soportes temporales en la reparación de tejidos. Dentro de esta área existen dos tendencias principales [10]. La primera consiste en el desarrollo de andamios tridimensionales acelulares (andamios), que servirán para alojar las diferentes células una vez implantados *in vivo*. La segunda tendencia mostrada en la Figura 1.1 [10] consiste en el desarrollo de andamios tridimensionales, que inicialmente son colonizados por las células progenitoras bajo condiciones *in vitro*, y luego son implantados en el paciente para reemplazar el tejido dañado.

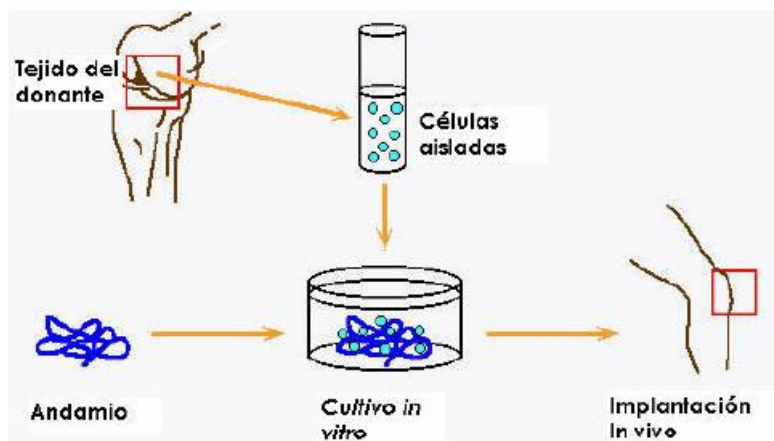


Figura 1.1 Esquema ilustrativo de una de las tendencias en ingeniería tisular.

## 1.2 Biomateriales

Los biomateriales constituyen uno de los avances más importantes en la medicina actual, permitiendo mejorar significativamente la calidad de vida de los pacientes y reduciendo el tiempo de curación y convalecencia de enfermedades y traumatismos. La evolución de los biomateriales en los últimos 50 años ha sido sorprendente. Se ha pasado de utilizar materiales inertes para sustitución de tejidos vivos, al diseño de materiales bioactivos y biodegradables como los vidrios bioactivos de silicio y la hidroxiapatita para reparación de los mismos, que han desembocado en la tercera generación de biomateriales donde el objetivo es la regeneración del tejido. En la actualidad, la ciencia y la ingeniería de los biomateriales son actividades multidisciplinarias que, tanto en el campo de la investigación y el desarrollo como en la industria y la aplicación clínica, ocupan un número cada vez más elevado de personas altamente calificadas.

En los años 50 se empezaron a utilizar materiales que simplemente fuesen *tolerados* por el organismo. Se buscaba *sustituir* una parte dañada sin contemplar a la biología. Bastaba con que no reaccionara con el organismo y pudiera ser tolerado por el mismo [11]. Durante los años 60 y 70's tuvo lugar la primera generación de biomateriales. En este periodo de tiempo, la meta era obtener materiales cuyas propiedades físicas se adaptaran lo mejor posible a las del tejido a reemplazar, y que reaccionaran mínimamente con el tejido circundante, es decir, materiales inertes. A partir de los 80's, surge una segunda generación de biomateriales. Esta vez, el objetivo era crear materiales que indujeran una reacción controlada por parte del tejido vivo, es decir, materiales bioactivos de silicio y la hidroxiapatita. Actualmente el desarrollo se encuentra en la tercera generación de biomateriales. Los materiales diseñados en esta generación buscan interactuar con el tejido de forma específica, mediante estímulos a nivel celular y molecular, y combinan las propiedades de bioabsorbabilidad y bioactividad dentro del mismo material. Cada vez los criterios se van acercando más a lo que sería el biomaterial ideal [10].

Debido a que los biomateriales restauran funciones de tejidos vivos y órganos en el cuerpo, es esencial entender las relaciones existentes entre las propiedades, funciones y estructuras de los materiales biológicos. Por lo anterior, los biomateriales son estudiados bajo

tres aspectos fundamentales: materiales biológicos, materiales de implante y la interacción existente entre ellos dentro del cuerpo. Dispositivos como miembros artificiales, amplificadores de sonido para el oído y prótesis faciales externas, no son considerados como implantes [12].

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 habilidad del cirujano que realiza el implante; la física sólo se aplica al primero. Los requisitos que debe cumplir un biomaterial son:

1. Ser biocompatible, es decir, debe ser aceptado por el organismo, no provocar que éste desarrolle sistemas de rechazo ante la presencia del biomaterial.
2. No ser tóxico ni carcinógeno.
3. Ser químicamente estable (no presentar degradación en el tiempo) e inerte, salvo en que el objetivo sea alcanzar la biodegradabilidad.
4. Tener una resistencia mecánica adecuada.
5. Tener una resistencia a la fatiga adecuada.
6. Tener una densidad y peso adecuado.
7. Tener un diseño de ingeniería perfecto, es decir, el tamaño y la forma del implante deben ser adecuados.
8. Ser relativamente económico, reproducible y fácil de fabricar y procesar para su producción en gran escala.

Es importante mencionar que dependiendo del implante en particular no todas las características anteriores se deberán cumplir. Sólo algunos metales, aleaciones, polímeros y cerámicos se pueden considerar biomateriales, ya que tienen la capacidad de estar en contacto directo con el sistema biológico de forma temporal o permanente, con la finalidad de completar o regenerar el tejido y ayudar a mejorar el funcionamiento de éste, sin afectar el resto del organismo y sin afectarlo a él.

### 1.3 Andamios en ingeniería tisular

Por muchos años se creyó que los andamios eran sólo una superficie de soporte para los tejidos. Actualmente se sabe que es un sistema dinámico integrado por diversas moléculas y su organización varía con los tejidos. Las células interactúan con los andamios de manera activa en el proceso de regeneración del tejido, lo cual contribuye a la diferenciación, proliferación, migración de la célula, al igual que induce la liberación de factores de crecimiento, mientras que sintetizan su propio andamio, proporcionando un ambiente ideal para el tejido, además de servir como reservorio de agua, nutrientes, citocinas, etc. [13].

Los andamios para la ingeniería tisular deben cumplir con los siguientes criterios:

- *Biocompatibilidad:* Esto es, que permitan la integración adecuada al tejido hospedero sin presentar efectos tóxicos.
- *Porosidad:* Deben tener poros abiertos e interconectados, necesarios para la remoción de desechos metabólicos como resultado de la actividad celular, al igual que la migración y proliferación celular [14].
- *Tamaño de poro:* El tamaño de poro varía entre 100 y 900  $\mu\text{m}$  [15].
- *Propiedades de la superficie:* Las propiedades químicas están relacionadas con la habilidad de las células para adherirse al material. Las propiedades topográficas son fundamentales para la osteoconducción, que es el proceso mediante el cual las células osteogénicas migran a la superficie de la matriz tridimensional a través de un coágulo de fibrina, que se establece después de implantado el material. Estas dos propiedades pueden controlar y afectar la adhesión y proliferación celular [16].
- *Osteoinductividad.* Es el proceso mediante el cual las células madre y osteoprogenitoras son reclutadas en el sitio de regeneración ósea y estimuladas para diferenciarse hacia la línea osteogénica [17].
- *Propiedades mecánicas.* Las propiedades mecánicas del andamio dependen del lugar de implantación y de las fuerzas mecánicas a las que estará sometido el andamio.
- *Biodegradabilidad.* Para la fabricación de los andamios se deben utilizar materiales que tengan tasas de resorción que igualen a las de formación ósea, de tal manera que, para



cuando la lesión esté totalmente regenerada, el andamio se haya degradado totalmente [18].

- *Material radiolúcido.* Es preferible a la hora de diferenciar radiográficamente el hueso del material implantado [19].

De acuerdo con lo anterior, el reto de la ingeniería de tejido óseo es diseñar andamios capaces de imitar las propiedades naturales del hueso, proporcionando una ayuda temporal para la regeneración del tejido, y balancear la degradación y la pérdida de las propiedades mecánicas con el crecimiento y la formación de hueso. El uso de andamios se encuentra en sus primeras etapas, se espera que la expansión de este campo permita desarrollar nuevas terapias y tecnologías para la reparación y regeneración del tejido óseo.

### **1.3.1 Tipos de andamios**

En el cuerpo, las células y los tejidos se organizan en tres dimensiones. Con el fin de imitar la estructura del tejido nativo y la organización, primero es necesario desarrollar técnicas para producir los andamios de una manera controlada con una longitud característica en una escala comparable a la observada en la naturaleza como se muestra en la Figura 1.2 [20]. Para diseñar los tejidos y órganos funcionales, así como para facilitar la distribución de células y orientar su crecimiento en un espacio tridimensional, los andamios se fabrican por diferentes técnicas las cuales se describen a continuación.

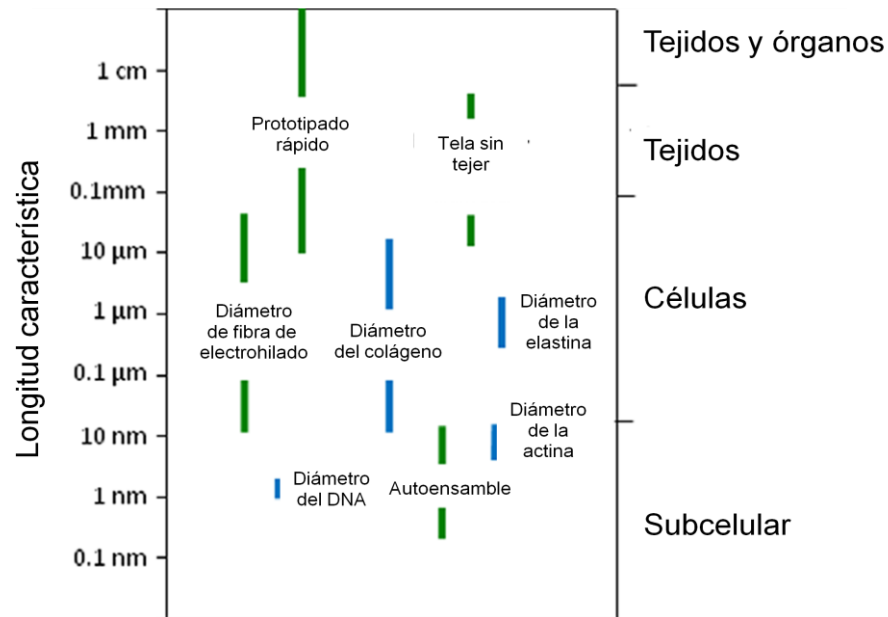


Figura 1.2. Capacidad para producir andamios que imiten los tejidos naturales a escala.

### a) Fabricación de andamios sintéticos no fibrosos

Las técnicas para fabricar andamios como la separación de fases (TIPS), lixiviación de partículas (particle leaching) y gas espumoso (gas foaming) a alta presión, pueden producir las morfologías porosas y proporcionar un entorno 3D para mantener una población de células viables como se muestra en la Figura 1.3 [20]. Cada uno de estos procesos permite un grado de control sobre el tamaño de los poros y la estructura de los poros, los cuales son fundamentales en el cultivo para facilitar el crecimiento celular. Por ejemplo, si los poros son demasiado pequeños o no están interconectados la penetración celular puede ser limitada o el apoyo nutricional de las células del interior no será suficiente.

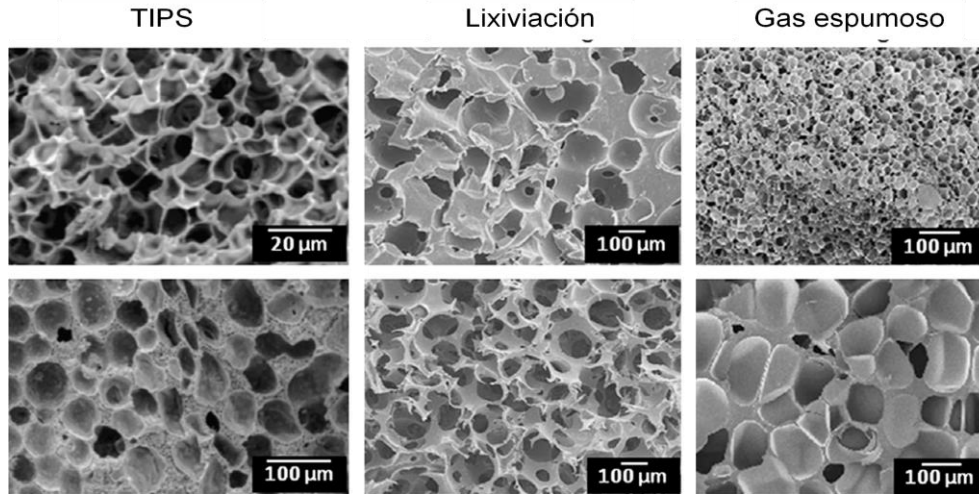


Figura 1.3. Métodos para la fabricación de andamios no fibrosos.

### b) Fabricación de andamios sintéticos fibrosos

Los andamios sintéticos que contienen micro y nano fibras presentan muchas ventajas para las aplicaciones de la ingeniería tisular. Los métodos comunes empleados para crear andamios 3D que presentan una estructura fibrosa son: autoensamble, hidrogel, electrohilado y tela sin tejer. Estas técnicas tienen ventajas que incluyen, estructuras continuas y largas con un diámetro del orden de los 50-500 nm, aproximadas al medio ambiente celular local. (Figura 1.4) [20].

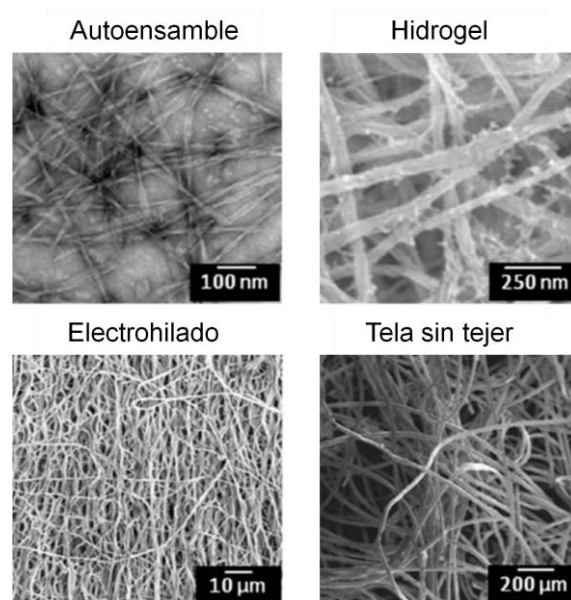


Figura 1.4. Métodos para la fabricación de andamios fibrosos.

Una población de estructuras fibrosas es apropiada para el manejo de cargas de tracción, manteniendo la rigidez a flexión relativamente baja. El control de la distribución de las fibras durante la fabricación permite la producción de andamios que exhiben una amplia gama de comportamientos mecánicos. Además, los andamios que comprenden principalmente las estructuras fibrosas proporcionan una gran superficie con respecto al volumen y alta porosidad. Estas características fomentan el contacto celular y el transporte de nutrientes o la eliminación de los residuos, respectivamente.

### c) Fabricación de andamios por prototipado rápido

Aunque no es estrictamente de naturaleza fibrosa, el prototipado rápido (RP) permite la producción de andamios con un control preciso sobre la arquitectura de la matriz con una libertad de diseño inalcanzable con las técnicas convencionales de procesamiento. El prototipado rápido es un proceso aditivo, parte de un diseño asistido por computadora y se construye capa por capa (Figura 1.5) para crear los andamios en 3D con diseño de porosidad, interconexión de canales, distribución de los poros, y resistencia mecánica [20]. Actualmente se están realizando esfuerzos para ampliar el repertorio de materiales RP para ingeniería de tejidos, esto para igualar las tasas deseables de degradación, resistencia mecánica y biocompatibilidad [20].

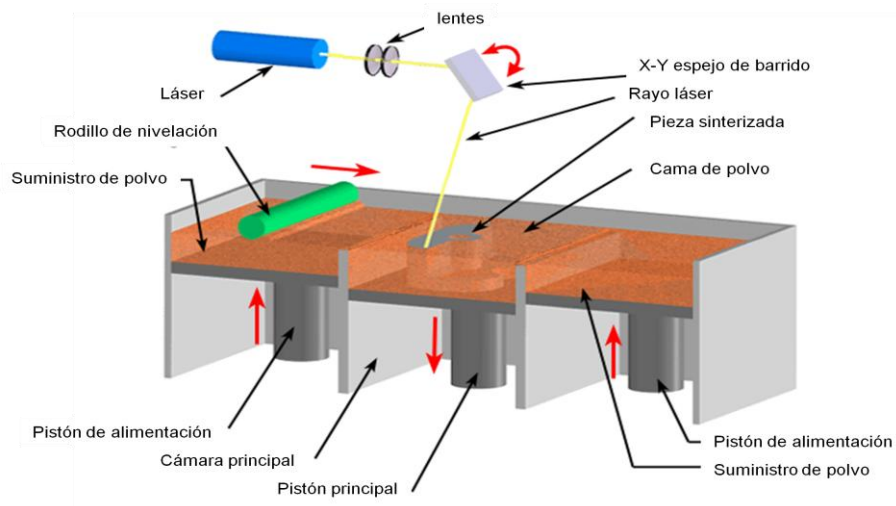


Figura 1.5. Proceso aditivo capa por capa.

## 1.4 Proceso de regeneración ósea

Existen tres factores importantes para que se pueda llevar a cabo la regeneración del tejido óseo:

1. Adhesión de la célula a la superficie del andamio.
2. Migración y proliferación de las células.
3. Tipos de células para la regeneración.

El cuerpo alberga muchos tipos de células progenitoras que son capaces de dividirse y reproducirse. Estas células terminan diferenciándose y tienen unas características específicas que contribuyen a su función especializada. Entre estas células progenitoras se encuentran las células mesenquimales (MSCs), capaces de fabricar tejidos óseos, cartílagos, músculos, médula ósea y otros tejidos conectivos como se muestra en la Figura 1.6 [21].

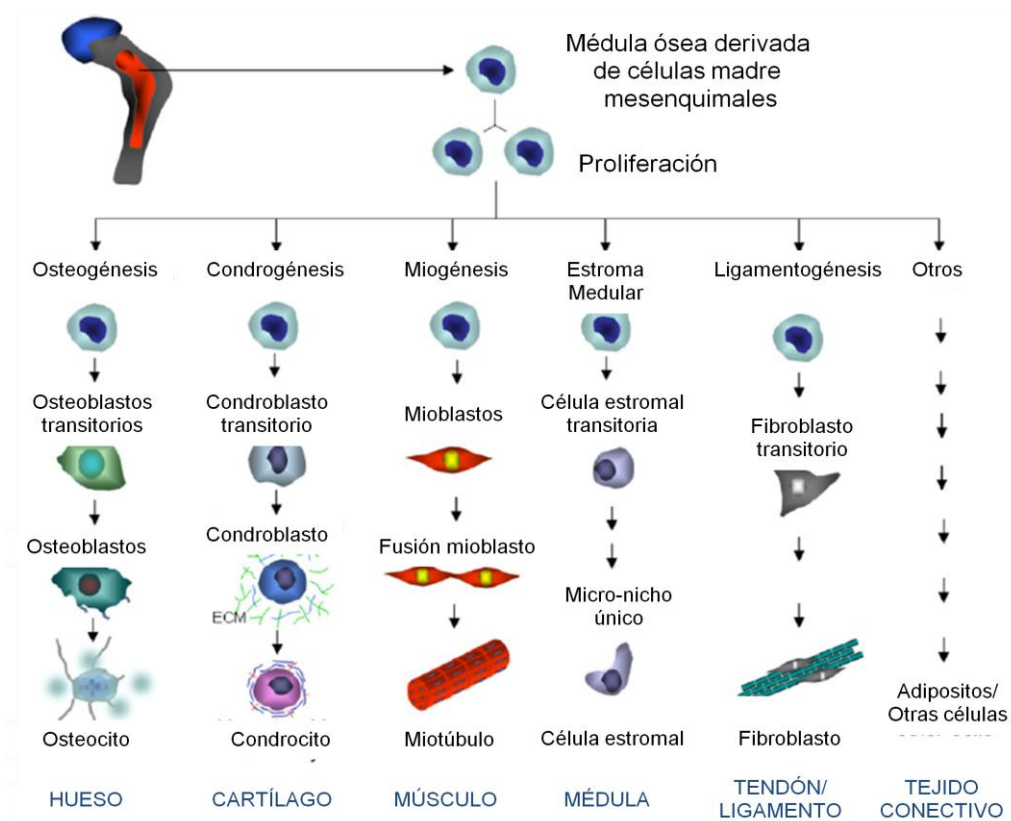


Figura 1.6. Esquema de diferenciación de células madre.

Aunque estas células progenitoras pueden detectarse, es muy difícil saber su cantidad y su localización en el cuerpo. Sin embargo, se ha demostrado que el número de MSCs decrece con la edad y su presencia puede controlar la reparación del tejido óseo.

#### **1.4.1 Terapias convencionales para la reparación de tejido óseo**

Tradicionalmente los defectos óseos se han tratado implantando tejidos autólogos, alogénicos, xenogénicos o implantando materiales sustitutos en otros casos [17].

- *Autoinjertos*. La estrategia más usada durante años para la solución de problemas óseos ha sido la implantación de injertos autólogos, que involucran la toma de un fragmento de hueso del paciente y su posterior trasplante a otra parte de él. Las principales características que lo convierten en el tratamiento ideal son sus propiedades osteoconductoras y osteogénicas. Aunque los autoinjertos presentan buenos porcentajes de éxito y evitan problemas inmunológicos, en muchos casos no es posible su uso debido a la cantidad limitada de tejido que puede ser tomada y a la morbilidad en el sitio de extracción [17].
- *Aloinjertos*. Los aloinjertos implican la toma y procesamiento del hueso de un cadáver y luego su trasplante al paciente. Este tipo de injertos es acelular y presenta resultados menos positivos que los autoinjertos ya que su tasa de incorporación es menor. Debido a la ausencia de células osteoprogenitoras, también puede causar una reacción inmune y transmitir patógenos del donante al paciente [17].
- *Xenoinjertos*. Los xenoinjertos representan una pequeña porción de las terapias para reemplazo óseo y consisten en la utilización de fragmentos de hueso obtenidos de animales de diferente especie. En la actualidad se trabaja en la obtención de animales genéticamente modificados, sin embargo, esta opción aún se encuentra en su etapa experimental [17].

- *Materiales.* Existen implantes de materiales que no tienen su origen en seres vivos, como metales, plásticos y cerámicos. Estos presentan varias desventajas, ya que están sujetos a la fatiga, fractura, toxicidad, desgaste y no se remodelan con el tiempo [17].

#### **1.4.2 Biomateriales utilizados para la regeneración de tejido óseo**

Se denominan sustitutos óseos a los tejidos o materiales que pueden emplearse para rellenar defectos del hueso, corregir lesiones ligamentosas, cartilaginosa, entre otras, con el objetivo de obtener la regeneración y reparación del tejido óseo. Los inconvenientes que se presentan para los diferentes tipos de injertos óseos determinan la necesidad de buscar otros materiales naturales o sintéticos que pudieran sustituir al injerto. En 1978 se subdividieron los materiales implantados, como biotolerables, bioinertes y bioactivos, de acuerdo a la interacción que presenta el tejido con el material implantado [22]. Más tarde en 1983 se clasificaron los materiales para la sustitución de tejido óseo en cinco grupos [23].

- Materiales suficientemente biocompatibles (acero inoxidable, cemento de poli metacrilato de metilo).
- Materiales biocompatibles (aleaciones de Co, Cr, Mo, polietileno).
- Materiales bioinertes (cerámicas de  $Al_2O_3$  de alta pureza).
- Materiales biodegradables (fosfatos tricálcicos porosos).
- Materiales que influyen positivamente en la formación del hueso (cerámicas de fosfato de calcio y algunos vidrios que contienen fosfato de calcio).

De los materiales arriba mencionados, los cerámicos han despertado un gran interés dentro de la comunidad científica debido a sus características como materiales biocompatibles y biodegradables. Sin embargo, no se ha potencializado su uso debido a ciertas dificultades que se presentan en las técnicas de fabricación.

Los compuestos más utilizados para la sustitución del hueso en estudios con organismos vivos, así como su relación calcio/fósforo se presentan en la Tabla 1.1 [24].

Material	Fórmula química	Relación Ca/P
Fosfato monocalcico hidratado	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)\text{H}_2\text{O}$	0.50
Fosfato dicalcico dihidratado (Brushita)	$\text{CaHPO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1.00
$\alpha$ - Fosfato tricalcico	$\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1.50
$\beta$ - Fosfato tricalcico (Witlokita)	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1.50
Hidroxiapatita	$\text{Ca}_{10}\text{H}_2(\text{PO}_4)_5\text{H}_2\text{O}$	1.67
Fosfato octacalcico pentahidratado	$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_5\text{H}_2\text{O}$	1.33
Fosfato dicalcico anhidro (Monetita)	$\text{CaHPO}_4$	1.00
Fosfato tetracalcico (Hilgenstokita)	$\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$	2.00

Tabla 1.1. Compuestos de fosfato de calcio probados en organismos vivos.

Las cerámicas de fosfato de calcio fueron clasificadas como bioactivos porque se observó un mayor contacto entre la cerámica y el hueso. Hasta ahora sólo los implantes de fosfato de calcio, fosfato tricalcico, y la hidroxiapatita son los materiales utilizados con mayor frecuencia clínicamente, siendo la cerámica de fosfato tricalcico la que se integra fácilmente con el hueso y termina por ser absorbida sustituyendo al hueso.

Algunas ventajas adicionales de las cerámicas bioactivas de fosfato de calcio incluyen una baja conductividad térmica y eléctrica, propiedades elásticas similares a las de hueso y el control de la velocidad de degradación *in vivo*. Además, mediante el control de las propiedades físico-químicas del material existe la posibilidad de que la cerámica funcione como enlace o puente entre el tejido y el implante cerámico, lo cual, puede ser variable con el tiempo.

### 1.4.3 Propiedades mecánicas para la regeneración ósea

Los andamios o estructuras para la regeneración ósea deben cumplir con ciertos criterios, incluidas las propiedades mecánicas similares a las del sitio de reparación ósea, biocompatibilidad y biodegradabilidad a un ritmo acorde con la regeneración. Los andamios sirven primeramente como restos osteoconductivos, ya que el hueso nuevo es depositado por sustitución progresiva del hueso vivo adyacente.



En la Figura 1.7 se observa el proceso de regeneración ósea. El estado de disfunción mecánica del hueso cuando hay una rotura (Figura 1.7 a) se repara con el emplazamiento de un andamio de similares propiedades mecánicas al hueso sano (Figura 1.7 b). Durante el proceso de degradación del andamio se producirá la regeneración ósea por lo que las propiedades mecánicas se verán compensadas (Figura 1.7 c) hasta la reparación total del defecto (Figura 1.7 d) [25].

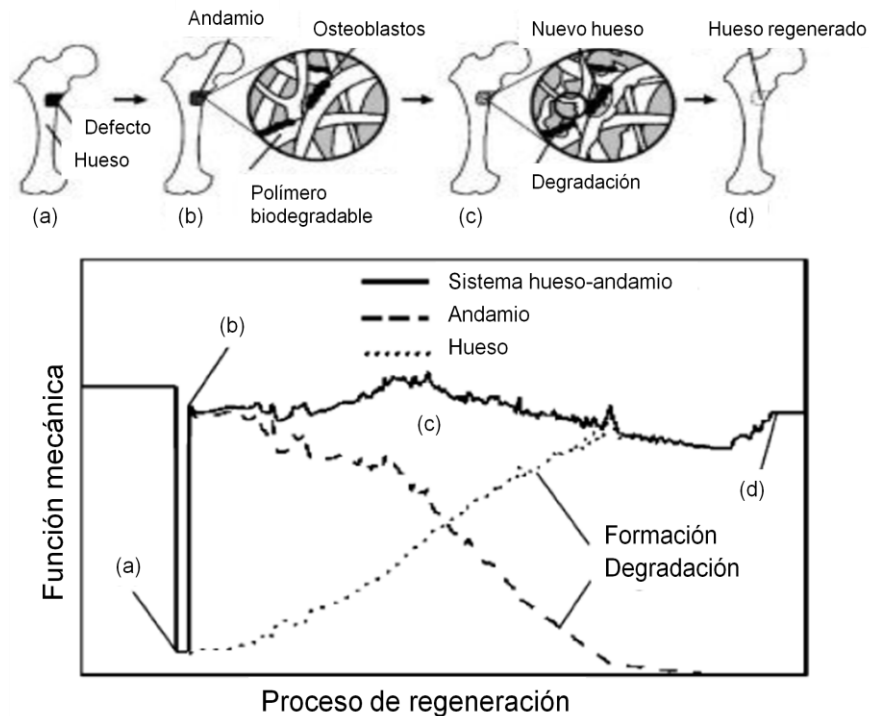


Figura 1.7. Esquema de la función mecánica del andamio biodegradable hasta el final del proceso de regeneración ósea.

La complejidad de la arquitectura y la variabilidad de las propiedades del tejido óseo (por ejemplo, la porosidad, tamaño de los poros, las propiedades mecánicas, la densidad, tipo de células, etc.), así como las diferencias en edad, estado nutricional, la actividad (carga mecánica) y el estado de salud de los individuos, establecen un reto importante en la fabricación de andamios y en la ingeniería de tejidos óseos que satisfagan las necesidades de reparación de sitios específicos de pacientes determinados.

#### 1.4.4 Importancia de la porosidad en andamios para la regeneración ósea

Los poros son necesarios para la formación del tejido óseo ya que permiten la migración y proliferación de los osteoblastos y las células mesenquimales, así como la vascularización. Basado en estudios recientes, el requisito mínimo de tamaño de poro es considerado de ~100  $\mu\text{m}$  debido al tamaño de célula, requerimientos de migración y transporte, sin embargo muchos investigadores han explorado tamaños de poros diferentes con el fin de definir los resultados óptimos, como se observa en la Tabla 1.2. Aunque el aumento de la porosidad y tamaño de poro facilitan el crecimiento del hueso, debido a que la célula puede migrar y proliferar al centro del andamio, el resultado es una reducción en las propiedades mecánicas, lo cual pone en peligro la integridad estructural del andamio [26].

Cerámica	Técnica de fabricación	Tamaño de poro ( $\mu\text{m}$ )	Porosidad (%)
Hidroxiapatita	Sinterizado	90-120 y 350	
		100-200	
		366 y 444	38 y 44
		400 y 800	60 y 70
		500	77
		400-600	80
		100-200	
		106-212, 212-300, 300-400, 400-500, y 500-600	
		150	70
		230	66
		200 y 400	
Fosfato Tricálcico	Lixiviación	0.2 y 8.7	31 y 62

Tabla 1.2. Porosidad y tamaño de poro de andamios para regeneración ósea.

#### 1.5 Hidroxiapatita

La cerámica de fosfato de calcio más utilizada como material biomédico es la hidroxiapatita. Este material es el componente mineral más importante de los tejidos óseos y posee una estructura similar a la fase mineral de dientes y huesos [27]. La fórmula química de la hidroxiapatita es  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ . Existen diferencias en la composición química de la

hidroxiapatita natural y la producida en el laboratorio. La hidroxiapatita sintética estequiométrica contiene 39.9% Ca, 8.5% P y 3.38% OH y tiene una relación calcio/fósforo (Ca/P) estequiométrica de 1.67. Actualmente el término hidroxiapatita cubre una amplia gama de estequiometrias. El valor teórico de la relación molar Ca/P es de 1.667, sin embargo, se reportan desde 1.62 hasta 1.69. La composición es un parámetro de suma importancia ya que la biodegradación y el comportamiento mecánico de material, por ejemplo, dependen de ella [28].

### **1.5.1 Biocompatibilidad de la hidroxiapatita**

La biocompatibilidad de los fosfatos de calcio y de la hidroxiapatita sintética ha sido sugerida no solamente por su composición sino también por los resultados obtenidos en su implantación *in vivo*, los cuales han demostrado la ausencia de toxicidad local o sistémica, no provocando inflamación o respuesta a cuerpo extraño.

Varios investigadores han demostrado la aposición directa de hueso nuevo a la hidroxiapatita. Este contacto es directo, sin que intervenga tejido fibroso [29]. La formación de enlaces internos entre la neoformación ósea y la hidroxiapatita constituye una gran ventaja del uso de ésta como sustituto del injerto óseo. Generalmente se ha observado que durante las primeras horas posteriores a la implantación, se produce una ligera fase inflamatoria. En este tiempo, varias células, incluyendo macrófagos, invaden el sitio quirúrgico, comienzan a fagocitar los residuos celulares inactivos y aparece el ataque a la superficie de las partículas de HA. Como resultado se obtiene la formación de una capa química de apatita cuya apariencia es similar a la apatita biológica. A las tres semanas la hidroxiapatita es revestida con fibroblastos y osteoblastos donde intervienen capas de mineralización osteoides. La formación de hueso continúa hasta que el defecto es restaurado y sucesivamente es remodelado, disminuyendo el área de osteoides entre el hueso nuevo y las partículas de hidroxiapatita [30].

Otra propiedad de la hidroxiapatita es que ésta aparentemente no presenta reabsorción significativa. En ciertas aplicaciones clínicas, especialmente en odontología, esto constituye una ventaja mas no así en las situaciones donde se desea un implante que pueda ser eventualmente reabsorbido dejando espacio para ser ocupado por el hueso nuevo. Se ha encontrado que la

velocidad de biodegradación es una función de la microporosidad de una cerámica. Las conocidas como hidroxiapatitas densas que tienen muy baja o ninguna porosidad se degradan muy poco. Investigadores han estudiado la degradación y bioreabsorción de varias cerámicas *in vitro* e *in vivo*. Sus hallazgos indican que todas las cerámicas de fosfato de calcio, incluyendo la hidroxiapatita son biodegradables en diferentes proporciones [31].

La hidroxiapatita no exhibe propiedades osteoinductoras, sin embargo, demuestra osteoconducción cuando es implantada en defectos óseos. La formación del hueso comienza desde el borde del defecto y es conducido a través del implante formando un puente de hueso e hidroxiapatita. Eventualmente, este hueso inmaduro es remodelado. Cuando la HA es implantada en tejidos subcutáneos, no hay formación de hueso como es de esperarse. Las partículas son rodeadas de tejido fibroso con ligera inflamación.

La naturaleza altamente biocompatible y osteoconductor de la hidroxiapatita la convierten en un material muy atractivo para ser empleado como sustituto del injerto óseo. Sin embargo, su uso está limitado a regiones del esqueleto donde no se soporten cargas considerables, dada su naturaleza quebradiza y poco tenaz. Las propiedades mecánicas del hueso y de Fosfato de calcio se muestran en la Tabla 1.3 [32]. Sus propiedades mecánicas no permiten construir con ella piezas grandes, sin embargo, es muy utilizada para la reconstrucción ósea, reconstrucción maxilofacial, el llenado de vacíos dejados por extracciones dentales para evitar la reabsorción ósea posterior, vacíos provocados por diferentes patologías o traumas en tejidos óseos del cuerpo humano.

Material	Resistencia a la compresión (MPa)	Resistencia a la tracción (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)
<b>HUESO</b>			
Duro o cortical	137.8	68.9	13.8
Trabecular o esponjoso	41.4	3.5	-----
<b>FOSFATO DE CALCIO</b>			
Denso	208.7 – 895.7	68.9 – 192.9	34.5 – 103.4
Poroso	6.9 – 68.9	2.48	-----

Tabla 1.3. Propiedades mecánicas del hueso y fosfato de calcio.

La capacidad de la hidroxiapatita para promover el crecimiento óseo depende no solamente de su composición química sino también de la presencia de poros. La invasión ósea es favorecida por la presencia de poros mayores de 100  $\mu\text{m}$ . De igual forma mediante el aumento de la porosidad, el área de contacto entre el tejido y el implante se incrementa con lo cual se reduce la concentración de esfuerzos de la interfase [33]. La microporosidad también juega un papel importante en la degradación del material, se considera que un material totalmente denso es más estable y en cambio los porosos son más degradables. Incluso en ocasiones los efectos de la microestructura opacan a los efectos químicos [34].

### **1.5.2 Obtención de la hidroxiapatita**

Existen varias técnicas para la obtención de hidroxiapatita. Estas técnicas se clasifican de acuerdo al tipo de hidroxiapatita a obtener.

#### ***Hidroxiapatita sintética***

La hidroxiapatita sintética se ha producido desde el siglo pasado por diferentes métodos. El estudio de sus propiedades y características es un problema complejo debido a que factores como la temperatura, la presión, el pH, etc., influyen en las transformaciones de este compuesto. Además, es conveniente considerar que durante el proceso de transformación de la hidroxiapatita provocada por el aumento de temperatura, se pasa gradualmente del sistema óxido de calcio, pentóxido de fósforo y agua ( $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-H}_2\text{O}$ ) al sistema óxido de calcio y pentóxido de fósforo ( $\text{CaO-P}_2\text{O}_5$ ), y para cada uno de estos sistemas hay un número considerable de posibles compuestos que se pueden formar.

En 1971 se observó la formación de porosidad al mezclar hidroxiapatita sintética con celulosa coloidal y concluyeron que si se lograba controlar el porcentaje de porosidad sería posible promover el crecimiento de tejido óseo dentro de los poros y en consecuencia se obtendría una mejor adhesión del tejido con el dispositivo implantado. Debido a que la hidroxiapatita puede ser reabsorbida por los osteoclastos se obtiene una fijación excelente de la prótesis y una interface indetectable entre el hueso y el implante. Unos años más tarde se

implantó hidroxiapatita porosa en la cresta ilíaca de conejos y se observó que el hueso creció dentro de los poros de la cerámica dos semanas después de haberse realizado el implante [35].

La hidroxiapatita porosa en forma de bloques ha sido aplicada clínicamente para el relleno de los defectos óseos causados al remover tumores [36]. Investigadores reportaron los resultados obtenidos en 67 pacientes implantados con hidroxiapatita en un periodo de 6 años. De sus experimentos en animales, estos autores concluyeron que en los defectos mayores de 7 cm de diámetro en la región de la metafisis o de 2 cm o más en la diáfisis se requiere la adición de hueso autólogo, pero los defectos más pequeños pueden ser rellenos únicamente con hidroxiapatita [37].

### ***Hidroxiapatita natural***

#### ➤ *Hueso humano*

En 1926 se determinó que el principal componente inorgánico mineral presente en el esmalte dental, dentina y en los huesos es la hidroxiapatita, también encontraron que las principales diferencias entre las hidroxiapatitas biológicas y sintéticas son la relación de concentración Ca/P, las dimensiones de la celda unitaria y sus frecuencias de absorción en el espectro infrarrojo [38].

En el cuerpo humano se encuentran en promedio 780 g de fósforo, de los cuales casi el 85% está presente en los huesos como hidroxiapatita. La composición aproximada de los huesos humanos de adulto, después de eliminar el agua es la siguiente:

- |   |     |
|---|-----|
| ➤ Hidroxiapatita                          | 60% |
| ➤ Colágeno                                | 30% |
| ➤ Lípidos, proteínas, polisacáridos, etc. | 10% |

En el ámbito macroscópico, el hueso tiene una apariencia razonablemente densa (hueso duro o cortical) el cual constituye la mayor parte estructural de los huesos largos tales como el fémur, la tibia, etc., y también se encuentra en la forma conocida como *hueso trabecular* o

*esponjoso*, el cual es más poroso, encontrado en las costillas, pelvis y otros [39]. Sin embargo, la razón principal por la cual no se utiliza el hueso mismo como implante es que no siempre está disponible la cantidad necesaria de hueso natural para realizar el implante [40].

➤ *Hueso animales vertebrados*

A pesar de algunos esfuerzos en este sentido, el hueso de animales vertebrados no es considerado aún como sustituto del injerto óseo, ya que provoca fuerte respuesta inmunológica. Los estudios han demostrado fehacientemente la pérdida de la respuesta osteogénica cuando este tipo de injerto es implantado en tejido duro o blando [41]. Sin embargo, se han obtenido algunos productos como: BioOss™, Osteograf-N™ y BonAp, derivados del hueso bovino donde la composición, la cristalinidad y la macroporosidad de la hidroxiapatita cambia en mayor o menor grado, dependiendo de la temperatura de sinterización [42].

***Hueso de animales marinos***

Por otro lado, uno de los biomateriales porosos de hidroxiapatita que han recibido mucha atención es la obtención de corales marinos. Los exoesqueletos coralinos de las familias Porites y Gonioporas son sometidos a un proceso de intercambio hidrotérmico para transformar el carbonato de calcio  $\text{CaCO}_3$ , en presencia del fosfato de amonio,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ , en hidroxiapatita [43]. El material así obtenido presenta una estructura porosa y tridimensional interconectada muy similar a la de hueso esponjoso, facilitando la penetración del tejido hacia el interior del implante. La resistencia mecánica aumenta considerablemente con la invasión del hueso nuevo, lo cual posibilita el empleo de las hidroxiapatitas porosas para restaurar o sustituir fragmentos óseos como por ejemplo en neurocirugía y otras especialidades.

En un estudio sobre 206 pacientes implantados con hidroxiapatita porosa, en cirugía endobucal para el relleno de cavidades óseas, defectos periodontales y tratamientos alveolares, se reportó un 97% de éxito en las reparaciones, no observándose respuestas locales o generales adversas. Los casos de fracaso de los implantes están asociados a las técnicas quirúrgicas y exfoliación de partículas [44].

### 1.5.3 Propiedades mecánicas de la hidroxiapatita

Las propiedades mecánicas de los cerámicos de fosfato de calcio dependen de su composición y de su microestructura. Royer en 1993 analizó la influencia de la estequiometría de la hidroxiapatita en la resistencia a la flexión y reportó que cuando existe una gran cantidad de fosfato tricálcico o cuando éste es el componente mayoritario de la muestra, la resistencia a la flexión es baja (~29 MPa), y cuando el componente mayoritario es hidroxiapatita pura la resistencia a la flexión es máxima (~150 MPa) [44]. El tamaño de grano de las muestras también depende de la composición del material inicial y de su preparación.

Las propiedades mecánicas de la hidroxiapatita son similares a las de los componentes más resistentes del hueso. Su módulo de elasticidad varía entre 40 y 100 GPa, frente a 74 GPa del esmalte dental, 21 GPa de la dentina y 12 a 18 GPa del hueso compacto. Sin embargo, su resistencia mecánica en forma de compactos densos de hidroxiapatita es del orden de 100 MPa, dicha resistencia disminuye drásticamente en el caso de compactos porosos [44]. Por otro lado, de acuerdo a Peelen et al., estos cerámicos se pueden clasificar como densos (máximo 5% de poros), micro poros (poros menores de 100  $\mu\text{m}$ ) y los macro poros (poros mayores de 100  $\mu\text{m}$ ) [45].

Sopyan et al., estudiaron la hidroxiapatita porosa para la aplicación de hueso artificial. Se reportó que la preparación de hidroxiapatita porosa a través del método de esponja de polímero usando la técnica de sol-gel muestra una resistencia a compresión que va de 1.3 a 10.5 MPa [46]. Ramay et al., reportó un rango que va de 0.55 a 5 MPa de esfuerzo a compresión [47]. También se demostró que la homogeneidad de la suspensión y la velocidad de calentamiento afecta la porosidad y la densidad de las estructuras porosas. Una mejor homogeneidad y velocidad de calentamiento más rápida mejoró el esfuerzo a compresión de los cuerpos porosos debido a una mayor densidad y cristalinidad.

Potoczek estudió el método de gel casting con espuma de hidroxiapatita usando agarosa como agente gelificante y el comportamiento reológico de la suspensión. Dependiendo del rango



de porosidad y en relación con la medida de la célula y tamaño de poro, la resistencia a compresión se encontró en un rango de 0.8 a 5.9 MPa [48].

Soon-Ho Kwon et al., fabricó exitosamente biocerámicos porosos usando la técnica de esponja de poliuretano. El esfuerzo a compresión fue tan fuertemente dependiente del porcentaje de porosidad y tan débilmente dependiente del tipo de cerámico (hidroxiapatita o fosfato tricálcico). Con un 65% de porosidad, el esfuerzo a compresión fue de ~3 MPa [49].

Deville et al., estudió el método de freeze casting para producir andamios de hidroxiapatita porosa y observó que variando la velocidad de congelación de la suspensión así como la concentración de ésta, se puede lograr una porosidad del 40 al 60%. Los andamios obtenidos mostraron un esfuerzo a compresión de hasta 145 MPa [50].

Shi Hong Li estudió un nuevo método para fabricación de hidroxiapatita porosa por fase de mezcla dual. La técnica se basa en la mezcla de suspensión inmiscible de hidroxiapatita y resina de polimetilmetacrilato (PMMA). Partículas de naftaleno son necesarias cuando se quiere una porosidad mayor a 50%. Las muestras de hidroxiapatita presentaron un esfuerzo a compresión promedio de 8.9 y 4.8 MPa para una porosidad de 50% y 60% respectivamente [51].

La Tabla 1.4 muestra las propiedades mecánicas de hidroxiapatita mezclada con polímeros solubles en agua: Poli alcohol vinílico (PVA), Polo vinil pirrolidona (PVP), Carboximetil celulosa (CMC) y el Poli óxido de etileno (PEOX). La mezcla hidroxiapatita-polímero tiene una concentración del 25% y un tratamiento térmico de 800 °C por 2 horas [52].

Hidroxiapatita	Esfuerzo máximo a compresión (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)
COMPACTA		
PVA	1.439	32.7
PVP	9.933	157.6
CMC	3.279	51.2
PEOX	4.485	71.2
POROSA		
PVA	0.698	8.3

PVP	6.852	73.6
CMC	0.452	2.6
PEOX	0.321	8.9

Tabla 1.4. Comportamiento mecánico de la hidroxiapatita.

Las propiedades mecánicas que se presentan en la Tabla 1.5 se obtienen mezclando papel de filtro picado disuelto en agua destilada que se agrega a la hidroxiapatita (sintética) en cantidades de 4% y 8%, una vez hecha la pasta se agrega 30% de *Zea mays* (agente natural). Finalmente, los bloques tienen un tratamiento térmico de 1050 °C [9]. De los resultados obtenidos en la Tabla 1.5 para los andamios sin porosidad, se observa que la resistencia a compresión de 10.080 MPa, es similar a la resistencia a compresión de 18.6 MPa que se obtuvo en el presente trabajo por los análisis de simulación y teóricos para las muestras sometidas a 1150 °C. En cambio el módulo de elasticidad de 489 MPa es dos veces mayor que el obtenido en este trabajo, el cual es de 232.5 MPa, aún así, podemos decir que los resultados obtenidos no son incoherentes con la literatura, ya que cada trabajo tiene su propia metodología para crear andamios.

Hidroxiapatita	Porcentaje de porosidad	Resistencia a compresión (MPa)	Módulo de elasticidad (MPa)
4%	35.85	1.063	67.15
8%	45.61	1.077	54.65
Sin porosidad	-----	10.080	489.00

Tabla 1.5. Comportamiento mecánico de la hidroxiapatita.

Los valores reportados de las propiedades mecánicas de la hidroxiapatita difieren de un experimento a otro debido a la diferencia en composición, geometría de la muestra y método de prueba. Actualmente se está trabajando en mejorar las propiedades mecánicas de la hidroxiapatita para que pueda en un futuro servir como soporte y no sólo como relleno. Por otro lado, también se realizan estudios de recubrimiento de hidroxiapatita con el objetivo de lograr implantes de mayor calidad y con una mayor vida útil, una de las ventajas es que el uso de recubrimientos bioactivos sobre implantes ortopédicos tiene que ver con la posibilidad de formar una interfase a través de un mecanismo de unión que va más allá del simple entrelazamiento mecánico característico de los otros métodos de fijación.

# Capítulo 2

## Metodología

### 2.1 Metodología general

Con el propósito de estudiar y analizar las propiedades mecánicas de andamios de hidroxiapatita, se propuso la siguiente metodología, cuyos pasos se representa en la Figura 2.1 y se listan a continuación:

- a) *Fabricación de andamios*: El primer paso es la fabricación de los andamios, estructuras porosas, a base de hidroxiapatita comercial, poli vinil alcohol y solución salina.
- b) *Difracción de rayos X*: Es una técnica experimental para el estudio y análisis de materiales, basada en el fenómeno de difracción de los rayos X por sólidos en estado cristalino.
- c) *Microestructura interna*: La estructura interna del andamio se analiza utilizando un microscopio electrónico de barrido y un microscopio estereoscópico.
- d) *Medición de porosidad*: Como siguiente paso se realiza la medición de porosidad de los andamios. Para realizar la medición se consideran tres técnicas diferentes.
- e) *Propiedades mecánicas*: Las propiedades mecánicas del andamio se miden posteriormente mediante ensayos mecánicos en un texturómetro.
- f) *Modelado geométrico CAD*: Los andamios se modelan tridimensionalmente tomando en cuenta su porosidad, así como la forma, tamaño y arreglo de poros.
- g) *Análisis y simulación MEF*: Los andamios CAD son analizados por el MEF considerando los resultados de las pruebas mecánicas.
- h) *Análisis de resultados*: Finalmente se analizan los resultados y se proponen modelos matemáticos que permitan predecir el comportamiento mecánico (propiedades mecánicas) de andamios de hidroxiapatita a partir de su porosidad.

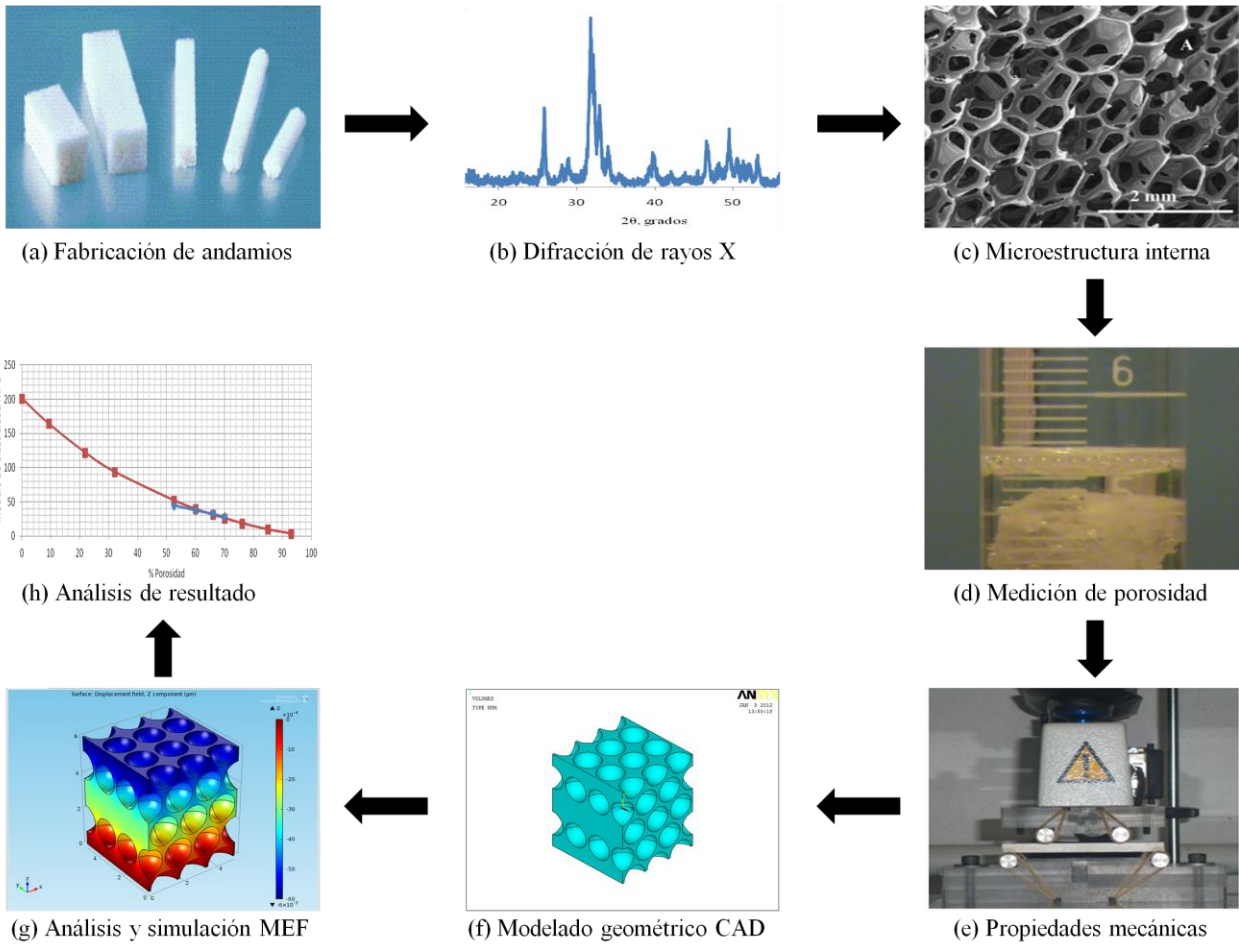


Figura 2.1. Metodología general.

## 2.2 Fabricación de andamios

### 2.2.1 Materiales

Con el propósito de familiarizarse con el equipo, detectar errores, perfeccionar la metodología de los ensayos mecánicos y reducir el desperdicio de biomaterial, se utilizó en primer lugar yeso comercial para las pruebas piloto. Una vez perfeccionada las técnicas de ensayo se procedió a trabajar con el biomaterial hidroxiapatita.

### 2.2.1.1 Yeso hemihidratado

La palabra yeso se utiliza para designar varios productos diferentes. Por una parte la piedra natural, compuesta químicamente por sulfato cálcico cristalizado conjuntamente con agua, en la proporción de dos moléculas de agua por cada molécula de sulfato de calcio, o sea sulfato de calcio dihidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), que también se denomina aljez o piedra de yeso. Por otra parte, el producto en polvo obtenido por calcinación y molienda de la piedra antes descrita, que está compuesto por varias fases anhidras o hemihidratadas ( $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ ) que al amasarse con agua, tiene la propiedad de poder endurecer mediante un proceso físico-químico, denominado fraguado.

El yeso que se utilizó para el desarrollo de las pruebas piloto fue el *Yeso Supremo San Luis* (Figura 2.2) [53], el cual es un yeso para construcción y que se utiliza para recubrimientos, acabados de muros y techos interiores. Las propiedades físicas de este yeso se muestran en la Tabla 2.1.

Sulfato de calcio hemihidratado	
Color	Blanco
Granulometría en malla 100	93.56%
Tiempo abierto	45 min
Rendimiento a un cm de espesor	8.5 kg/m <sup>2</sup>
Resistencia a la compresión (en seco)	41 kgf/cm <sup>2</sup>

Tabla 2.1. Propiedades físicas del Yeso Supremo San Luis.



Figura 2.2. Yeso utilizado para el desarrollo de las pruebas piloto.

### 2.2.1.2 Hidroxiapatita (HA)

Para el desarrollo del proyecto se consideró hidroxiapatita en polvo blanco del proveedor Sigma-Aldrich [54], Figura 2.3. La Tabla 2.2 muestra la identificación del producto y proveedor, la Tabla 2.3 muestra la composición del producto y la Tabla 2.4 muestra diversas propiedades.



Figura 2.3. Presentación de la hidroxiapatita.

Nombre del producto	Hidroxiapatita
Referencia	04238
Marca	Sigma-Aldrich
Uso del producto	Para fines de investigación en laboratorio

Tabla 2.2. Identificación del producto y la compañía.

Fórmula	$\text{HCa}_5\text{O}_{13}\text{P}_3$
Peso molecular	502.31 g/mol

Tabla 2.3. Composición de la hidroxiapatita.

Grado	Puro
Calidad	Cumple con las especificaciones de Ph. Eur., BP, FCC, E341.
Total de impurezas	Solventes residuales $\leq 0.001\%$ metales pesados $\leq 0.2\%$ Insolubles en HCl
Pérdida	$\leq 8\%$ pérdida por ignición, 800 °C

Tabla 2.4. Propiedades de la hidroxiapatita.

### 2.2.1.3 Poli vinil Alcohol (PVA)

En este trabajo el PVA se utilizó en la fabricación de andamios de HA. En la primera etapa del fraguado el PVA actúa como un aglutinante. Posteriormente el PVA actúa como formador de poros cuando se evapora a una temperatura de 400 °C. El PVA tiene excelentes propiedades como emulsionantes, como adhesivo y para formar películas. También es resistente al aceite, grasas y disolventes, es inodoro y no tóxico, y tiene alta resistencia y flexibilidad. Sin embargo, estas propiedades dependen de la humedad, es decir, con mayor humedad más agua es absorbida por el polímero. En el PVA el agua actúa como un plastificante, reduce su resistencia a la tracción, pero aumenta su elongación y resistencia al desgarre. El PVA es totalmente degradable y se disuelve rápidamente. El PVA es soluble en agua, se disuelve lentamente en agua fría, pero lo hace más rápido a temperaturas elevadas. La Figura 2.4 muestra el PVA utilizado en la fabricación de andamios de HA, también del proveedor Sigma-Aldrich [54]. La Tabla 2.5 muestra la identificación del producto y la Tabla 2.6 muestra las propiedades físicas y químicas de éste.



Figura 2.4. Presentación del PVA.

Nombre del producto	Poly(vinyl alcohol)
Referencia	341584
Marca	Sigma-Aldrich

Tabla 2.5. Identificación del producto y la compañía.

Formula	$[-CH_2CHOH-]_n$
Forma	Cristalina
Punto de fusión	200 °C
Punto de inflamación	> 113 °C
Densidad	1.269 g/cm <sup>3</sup>

Tabla 2.6. Propiedades físicas y químicas del PVA

#### 2.2.1.4 Keroseno

El keroseno es un líquido transparente (o con ligera coloración amarillenta) obtenido por destilación del petróleo. El keroseno tiene una densidad intermedia entre la gasolina y el diesel, se utiliza como combustible en los motores a reacción y turbinas de gas, se utiliza también para calefacción doméstica y antiguamente para iluminación. Debido a que el keroseno es un líquido que tiene una baja tensión superficial, lo cual hace que pueda penetrar con mayor facilidad en los poros, en este trabajo se utilizó para medir el porcentaje de porosidad en los andamios porosos de HA. Por otro lado el keroseno es un líquido apolar lo cual implica que no hay riesgo de disolver los andamios de HA al estar en contacto prolongado con éstos. La Tabla 2.7 muestra algunas propiedades físicas del keroseno.

Olor	Presenta un olor característico
Solubilidad	Insoluble en agua
Densidad	0.81 g/cm <sup>3</sup>
Tensión superficial	0.023-0.032 N/m a 20 °C
Densidad de vapor	4.5 g/cm <sup>3</sup>
Presión de vapor	0.5 mm de Hg a 20 °C
Punto de congelación	-18 °C

Tabla 2.7. Propiedades físicas del keroseno.

### 2.2.2 Técnicas utilizadas para la elaboración de pasta

#### 2.2.2.1 Pasta de yeso hemihidratado

Para la elaboración de la pasta de yeso hemihidratado se tomaron en cuenta las siguientes recomendaciones:

- *Relación agua-polvo*: 1 mol/g de yeso hemihidratado reacciona con 1½ mol de agua para obtener 1 mol/g de yeso dihidratado más calor. Expresado esto en peso molecular se obtiene que 145.15 g de yeso hemihidratado necesitan 27.02 g de agua para formar 172.17 g dihidratado. Así se puede calcular que para 100 g de yeso se necesitan 18.61 g de agua. Esa cantidad de agua es la que reacciona (relación ideal), sin embargo, si se agrega más agua queda incorporada pero no reacciona. Con esta cantidad de agua (relación ideal) no se podría espatular porque quedaría muy espesa, por eso se agrega más



agua. Una mezcla con más agua es más fluida pero más débil por lo tanto hay que controlar cuidadosamente la cantidad de agua para mantener sus cualidades. Por conveniencia el agua se mide volumétricamente, no se pesa. Una relación agua polvo de 0.5 indica que por cada 100 g de polvo se usan 50 ml de agua.

➤ *Técnicas de mezclado:* Se deben tomar las siguientes precauciones para lograr una mezcla uniforme:

- No variar la relación agua-yeso una vez comenzada la mezcla, porque se produce un desorden en los cristales. Si se agrega agua posteriormente se afectan los núcleos de cristalización, ya que se producen diferentes etapas de endurecimiento y como no toda la masa cristaliza al mismo tiempo, se generan tensiones.
- No incorporar burbujas de aire para obtener una masa más compacta. Para ello se debe:
  - ▶ Espolvorear el polvo lentamente.
  - ▶ Epatular la mezcla manualmente o en forma mecánica por 1 minuto, sin batir, no tan rápido, no presionado contra las paredes y sin sacar la espátula de la tasa.
  - ▶ Vibrar la mezcla después de espatulada para eliminar, por afloramiento, el aire incorporado en el espatulado. Con el filo de la espátula se cortan las burbujas, otra forma es desplazar la espátula horizontalmente, en ambos casos la espátula no se debe levantar.

➤ *Factores que dependen del operador:*

- Relación agua-yeso: a mayor cantidad de agua, menor número de núcleos de cristalización, por tanto, mayor tiempo de fraguado. El exceso de agua separa los núcleos de cristalización, lo que genera menor repulsión.
- Epatulado: a mayor espatulado mayor número de núcleos de cristalización y menor tiempo de fraguado, porque los primeros núcleos que se forman se van rompiendo y dividiendo en 2. Si se quiere acortar el tiempo de fraguado, se varía el espatulado y no la relación agua-yeso.

- *Cuidados del yeso hemihidratado:* El yeso hemihidratado es sensible a la humedad, capta agua del aire formando núcleos de cristalización, lo que disminuye el tiempo de fraguado. El yeso sufre una hidratación mantenida, por lo que se debe mantener el polvo en envases de plástico y cerrarlos herméticamente.

Una vez teniendo en cuenta estas recomendaciones se realizó el fraguado del yeso hemihidratado con una relación agua-yeso de 0.5 y 0.7. Se obtuvieron las propiedades mecánicas de muestras que fueron fraguadas a temperatura ambiente, así como la obtención de las propiedades mecánicas de muestras que una vez fraguados a temperatura ambiente se sometieron a 150 °C durante cierto tiempo, las propiedades mecánicas de las muestras que se sometieron a un tratamiento térmico se mantuvieron constantes y fueron independientes al tiempo que permanecieron en el horno.

#### 2.2.2.2 Pasta de hidroxiapatita

Para el caso de la hidroxiapatita, la primera pasta que se elaboró fue una mezcla de agua (común) con polvo de hidroxiapatita, posteriormente se colocó en los moldes para obtener las probetas para el análisis a flexión (ver sección 3.2.4). En un principio se pensó que el fraguado de este biomaterial era muy similar al yeso que es de forma homogénea, no obstante, el resultado fue sorprendente y raro a lo que se esperaba, el fraguado fue muy lento y el biomaterial se agrietó totalmente (Figura 2.5). Se pensó que el agrietamiento se debía a que la mezcla se había hecho con agua (común), por lo que se revisó la literatura y se encontraron varias formas de elaborar dicha pasta.



Figura 2.5. Probetas a flexión de hidroxiapatita.

Debido a la carencia de equipo y materiales en el laboratorio, se optó por hacer la pasta de la siguiente manera [55]: En 100 ml de solución salina a 60 °C se disuelven 5 g de Poli vinil alcohol (PVA) el cual sirve como un aglutinante, posteriormente se agregan 40 g de hidroxiapatita y se mezcla hasta obtener una pasta homogénea (Figura 2.6).

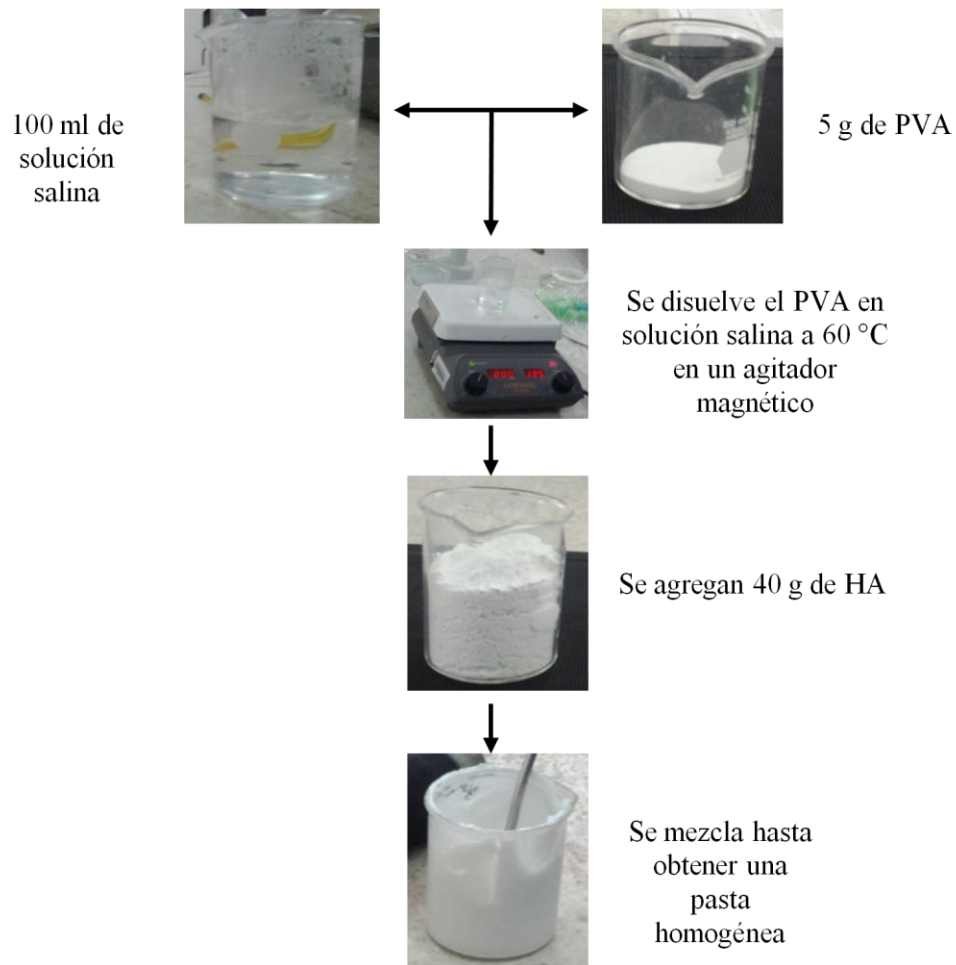


Figura 2.6. Método de elaboración de pasta de HA.

### 2.2.3 Técnicas para producir andamios porosos de HA

Una vez elaborada la pasta se utilizaron las siguientes técnicas para producir andamios porosos de hidroxiapatita.

### 2.2.3.1 Método por esponja de polímero

Este método consiste en sumergir una esponja de poliuretano en la pasta, con el fin de absorber tanta pasta como sea posible [55]. En seguida se lleva a un secado de 80 °C por 24 horas. Posteriormente se lleva a una temperatura de 600 °C por una hora para evaporar el poliuretano. Finalmente se lleva a una temperatura de 1200 °C para sinterizar la hidroxiapatita. El proceso de fabricación se muestra en la Figura 2.7.

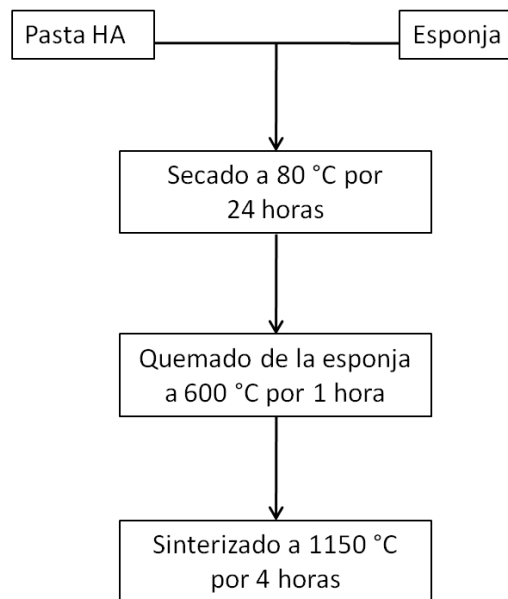


Figura 2.7. Proceso de fabricación de hidroxiapatita porosa, método por esponja.

Este método no fue tan eficaz como se esperaba, la hidroxiapatita que resultaba después del sinterizado era muy frágil, con sólo tocarla se desmoronaba (Figura 2.8).



Figura 2.8. Hidroxiapatita después del sinterizado.

### 2.2.3.2 Método por polímeros solubles en agua

Este método es muy similar al pasado sólo que no lleva esponja de poliuretano, la pasta se vacía directamente en los moldes y se lleva a una temperatura máxima de 400 °C [52]. Sin embargo, el problema de las grietas continuó y era imposible obtener una forma regular de las probetas para hacer el ensayo correspondiente. Se intentaron hacer muestras más pequeñas esperando que este problema desapareciera, pero la HA siguió agrietándose como se puede ver en la Figura 2.9.



Figura 2.9. HA agrietada en moldes pequeños.

Después de estos contratiempos que se presentaron, se observó que el fraguado de la hidroxiapatita no es homogéneo, primero comienza a fraguar la parte que está a la intemperie, creando una capa dura exterior, mientras que en el interior sigue siendo pasta. Debido a este fenómeno, se procedió a realizar moldes completamente sellados (Figura 2.10), esto con el fin de tener un fraguado más regular. Sin embargo, mediante esta técnica nunca fraguó la pasta, se dejaron hasta una semana a la intemperie y en el horno a 80 °C, al final de este tiempo se esperaba que ya estuvieran fraguadas, pero el resultado fue que aún era pasta.

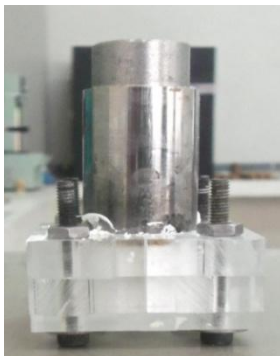


Figura 2.10. Moldes completamente sellados y rellenos con pasta de HA.

En seguida se diseñaron otros moldes de cobre que soportaran mayor temperatura. Estos moldes se rellenaron con la pasta de HA y se metieron a un horno a diferentes temperaturas, pero el resultado siempre fue el mismo “se fracturaba el material”.

Después de una gran cantidad de pruebas se logró fraguar el biomaterial en moldes de esponja de poliuretano completamente tapados (Figura 2.11). Como la esponja es porosa ayuda a que se ventile de forma homogénea, sin embargo, el fraguado es muy lento y va en función del tamaño de la probeta; por ejemplo, un cubo de 2x2x2 cm tarda alrededor de 24 horas en fraguar a temperatura ambiente.



Figura 2.11. Moldes de esponja de poliuretano.

Una vez que se obtiene el material fraguado, se somete a 400 °C con el propósito de evaporar el PVA y crear una estructura porosa.

Cabe hacer mención que la mayoría de los trabajos reportados en la literatura no reportan la manera en que realizan los andamios de HA. A pesar de que muchos trabajos reportan propiedades mecánicas, análisis de microestructura etc., no presentan imágenes del andamio completo, solo presentan imágenes de la microestructura interna de la HA, lo cual hace suponer que tienen el mismo problema para moldear un andamio de forma regular. La Figura 2.12 muestra andamios de HA obtenidos por el método de esponja de polímero, estos andamios son los únicos que se encontraron en la literatura que se muestran de forma completa. Se puede observar que los andamios tienen una forma irregular, en este trabajo reportaron andamios de aproximadamente 1x1x1 cm [52], muy parecidos a los obtenidos en esta trabajo de tesis.



Figura 2.12. Andamios de HA.

### 2.3 Difracción de rayos X

La difracción de rayos X es uno de los fenómenos físicos que se produce al interactuar un haz de rayos X, de una determinada longitud de onda, en una muestra cristalina (como la HA). Todos los materiales cristalinos poseen su difractograma característico, es por ello que se utilizó esta técnica para poder identificar si la HA se había alterado después de los tratamientos térmicos.

Para el estudio estructural de la hidroxiapatita mediante la técnica de rayos-X, fue utilizado el difractor de rayos X difractó metro SIEMENS-D500. El generador de rayos-X con el que cuenta el difractor es el KRISTALLOFLEX 850, cuyo voltaje y corriente utilizados en el estudio fueron de 40 Kv y 20 mA.

La Figura 2.13 muestra el patrón de difracción de la hidroxiapatita comercial (en polvo) que se utilizó para la fabricación de los andamios.

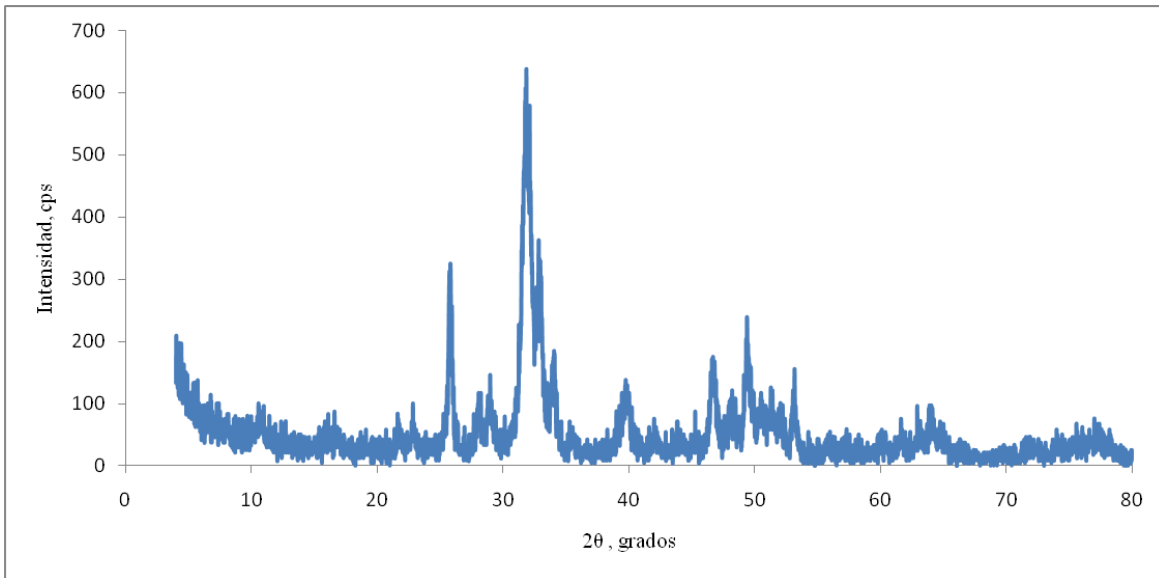


Figura 2.13. Diffractograma de la hidroxiapatita comercial Sigma-Aldrich.

Una vez fraguado el biomaterial, se somete a una temperatura de 400 °C, obteniendo un patrón de difracción como se muestra en la Figura 2.14, se observa que a esta temperatura el biomaterial no ha sufrido ningún cambio en su estructura interna.

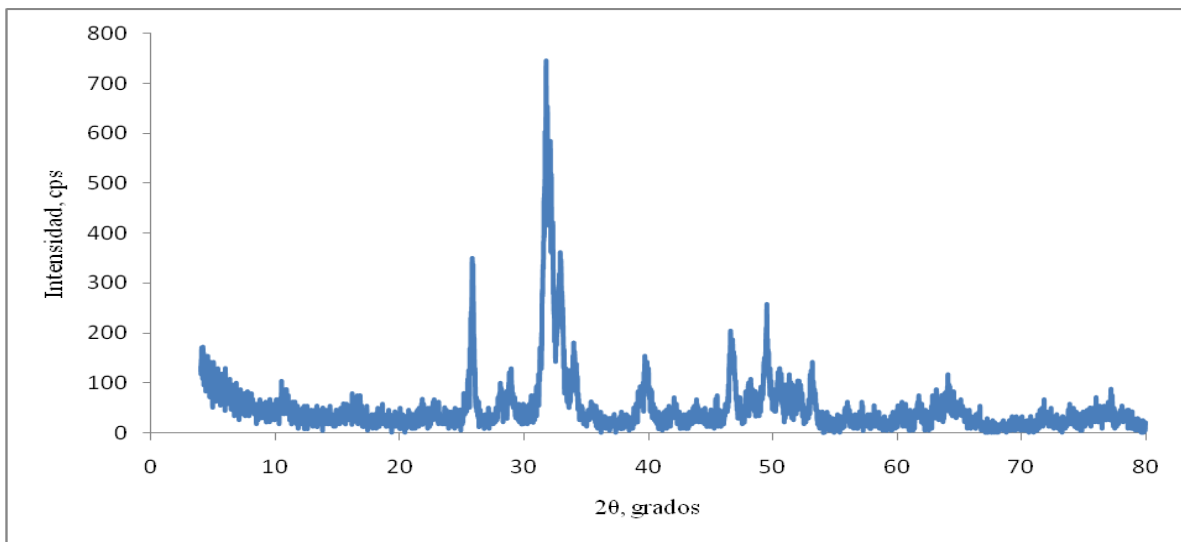


Figura 2.14. Diffractograma de la hidroxiapatita a 400 °C.

El patrón de difracción para las muestras que se llevaron a 1150 °C se presenta en la Figura 2.15, en dicho patrón se observa que la muestra calcinada contiene sólo hidroxiapatita, no fueron encontrados otros materiales.



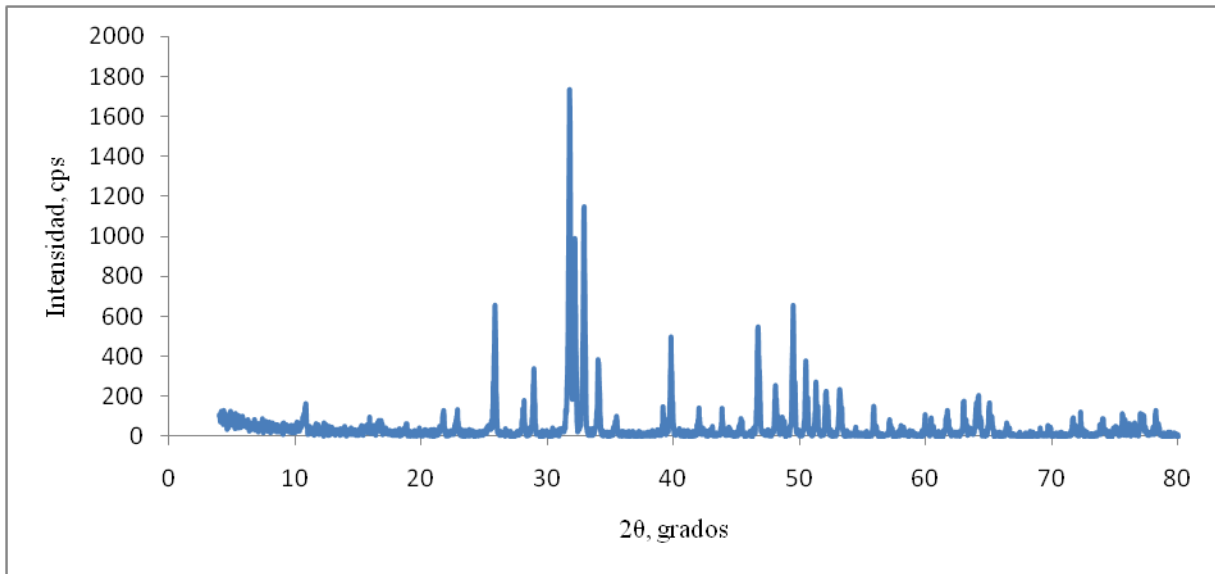
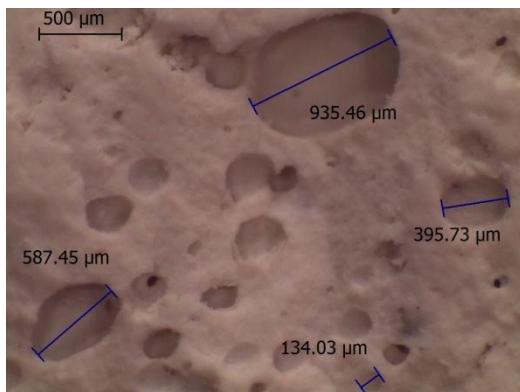


Figura 2.15. Diffractograma de la hidroxiapatita a 1150 °C.

Con este análisis de difracción se demuestra que los andamios siguen siendo de HA pura, a pesar de la inclusión de PVA y los tratamientos térmicos que se llevaron a cabo.

## 2.4 Microestructura de los andamios

Para ver la estructura interna de los andamios se utilizaron dos microscopios. El primero fue el microscopio estereoscópico, con el que se pudo ver la multiporosidad de los andamios, esto significa que las muestras tienen macro y microporosidad (Figura 2.16), con poros que van desde menos de 50  $\mu\text{m}$  hasta casi 1 mm, con un arreglo aleatorio y con diferentes porcentajes de porosidad.



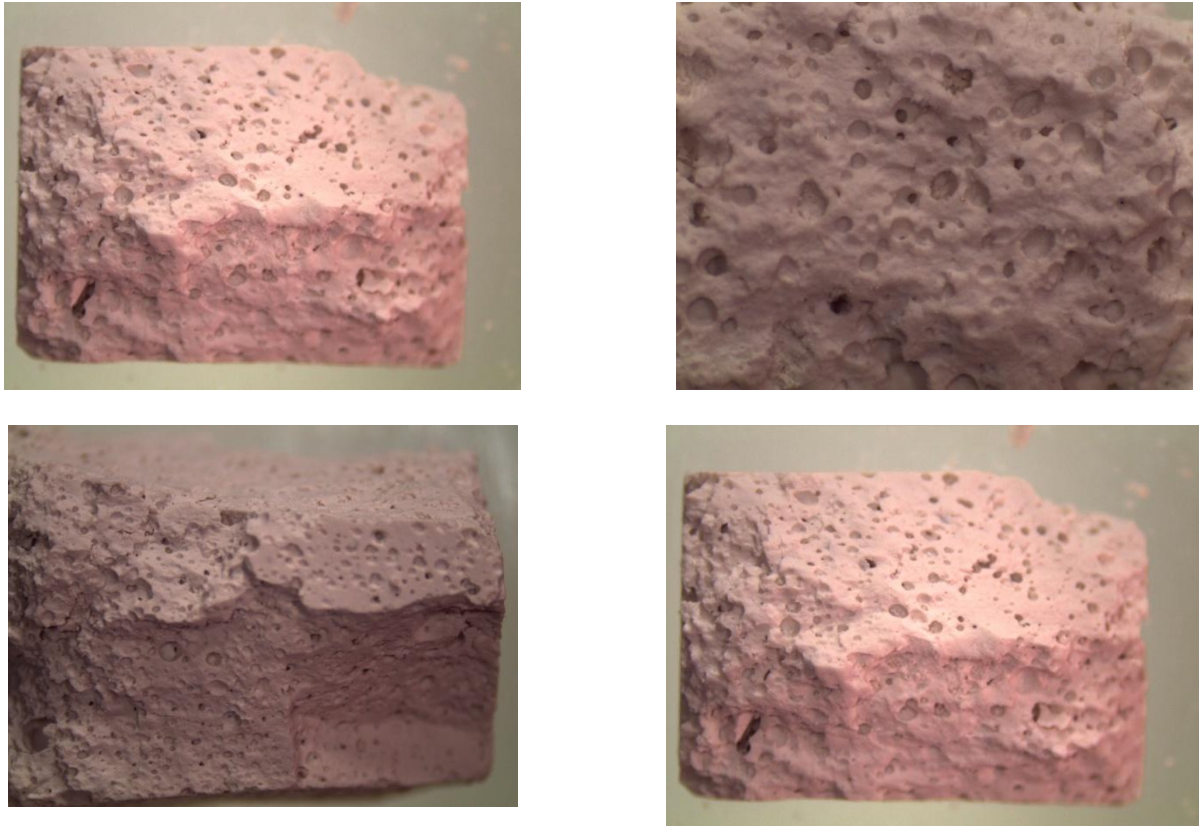
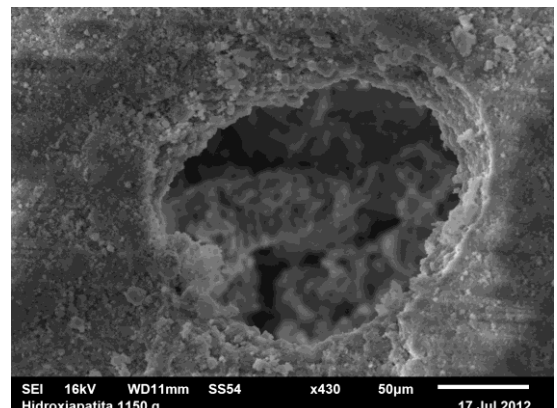
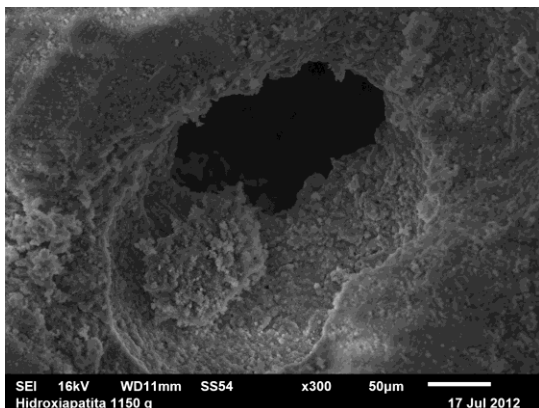


Figura 2.16. Imágenes de andamios de hidroxiapatita tomadas con el microscopio estereoscópico.

En las siguientes imágenes obtenidas por el MEB se observa la microporosidad formada en los andamios de hidroxiapatita, en las cuales se puede observar que el tamaño de los poros es de aproximadamente  $50\ \mu\text{m}$ , también se puede ver la interconectividad entre la estructura porosa, así como la forma irregular de los poros (Figura 2.17).



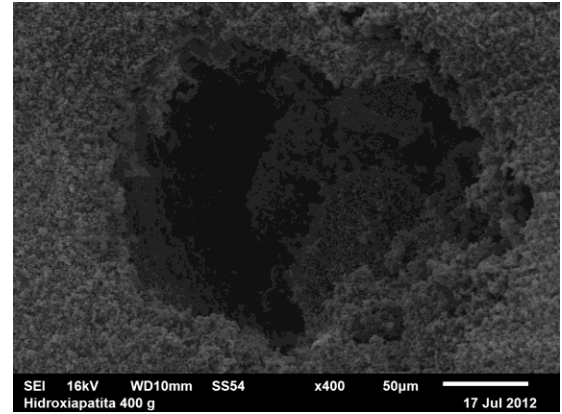
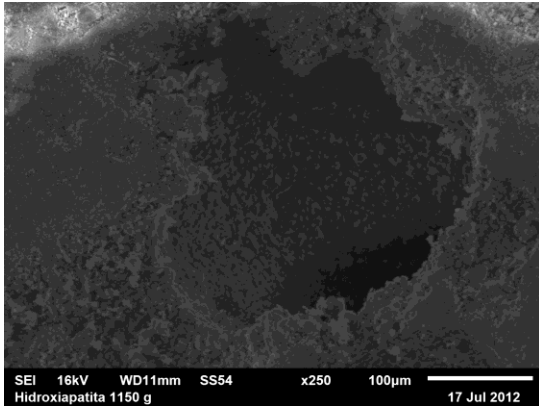


Figura 2.17. Imágenes de andamios de hidroxiapatita obtenidas por el SEM.

# Capítulo 3

## Pruebas experimentales

### 3.1 Medición de porosidad

#### 3.1.1 Porosidad

La porosidad es una medida de la capacidad de almacenamiento de fluido o gas que posee un material y se define como la fracción del volumen de los espacios capaces de almacenar fluidos o gases con respecto al volumen total del material, se expresa de la siguiente manera:

$$\phi = \frac{\text{Volumen de espacios vacíos}}{\text{Volumen total}} \quad (3.1)$$

Como el volumen de espacio vacío no puede ser mayor que el volumen total de la muestra, la porosidad es una fracción y el valor teórico máximo que puede alcanzar es 1. Muchas veces la porosidad es expresada como porcentaje.

Existen dos tipos de porosidad, los cuales se definen de la siguiente manera:

- *Porosidad relativa*: Se define la porosidad relativa como la existencia entre el volumen de los poros abiertos o accesibles con relación al volumen aparente de la muestra considerada, se expresa de la siguiente manera.

$$P_a = \frac{V_{pa}}{V_a} \quad (3.2)$$

donde:

$V_{pa}$  es el volumen de poros abiertos.

$V_a$  es el volumen aparente de la muestra.

La porosidad relativa también se puede calcular en base a su densidad, la cual es expresada de la siguiente manera.

$$P_a = 1 - \frac{\rho_{aparente}}{\rho_{real}} \quad (3.3)$$

donde:

$\rho_{aparente}$  es el peso del andamio entre el volumen aparente.

$\rho_{real}$  es el peso del andamio entre el volumen real.

- *Porosidad total o absoluta:* Se define como la relación que existe entre el volumen de los poros totales (porosidad abierta y cerrada) con relación al volumen aparente de la muestra considerada, se expresa de la siguiente manera.

$$P_t = \frac{V_{pt}}{V_a} \quad (3.4)$$

donde:

$V_{pt}$  es el volumen de los poros totales.

$V_a$  es el volumen aparente de la muestra.

### 3.1.2 Técnicas para medir la porosidad

La porosidad de las muestras se pudo determinar mediante tres técnicas de medición de laboratorio utilizando el principio de Arquímedes.

- *Técnica #1:* Esta técnica consiste en darle una forma regular a las muestras para después con un vernier medirla y calcular el volumen aparente. Posteriormente mediante una balanza se obtiene el peso de la muestra en seco, después se sumerge la muestra porosa

en keroseno por 24 hrs para garantizar que el keroseno penetre en la mayoría de los poros (Figura 3.1). Después de las 24 hrs se mide el peso de la muestra saturada.

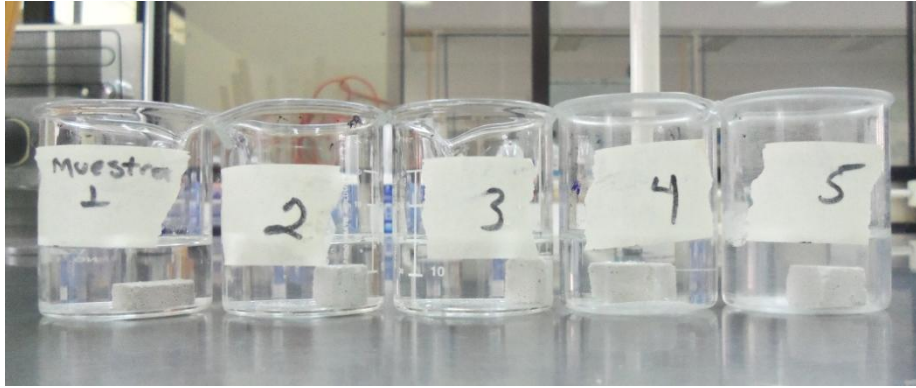


Figura 3.1. Muestras sumergidas en keroseno.

Una vez que se obtienen estos valores (volumen aparente, peso en seco de la muestra, peso saturado de la muestra), lo que resta es calcular el porcentaje de porosidad, el cual se calcula de la siguiente manera:

$$Volumen (saturado - seco) = \frac{Peso (saturado - seco)}{\rho_{keroseno}} \quad (3.5)$$

donde  $\rho_{keroseno}$  es la densidad del keroseno.

$$P_a = \frac{V_{pa}}{V_a} = \frac{Volumen (saturado - seco)}{Volumne aparente} \quad (3.6)$$

- *Técnica #2:* Con esta técnica no es necesario darle una forma regular a la muestra porque el volumen aparente se obtiene sumergiendo la muestra en keroseno y midiendo el volumen desplazado, para esto se utilizó una probeta graduada de 10 ml (Figura 3.2). Lo primero que se necesita es llenar la probeta con keroseno hasta un volumen conocido (Figura 3.3 a), después se sumerge la muestra y se obtiene el volumen aparente con diferencia de volumen (Figura 3.3 b), al final se deja la muestra 24 horas para que se sature y se mide el volumen de los poros (Figura 3.3 c). Con esta técnica se obtiene de

manera directa el volumen aparente y el volumen de los poros y mediante la ecuación (3.2) se determina el porcentaje de porosidad aparente.



Figura 3.2. Probeta graduada de 10 ml.

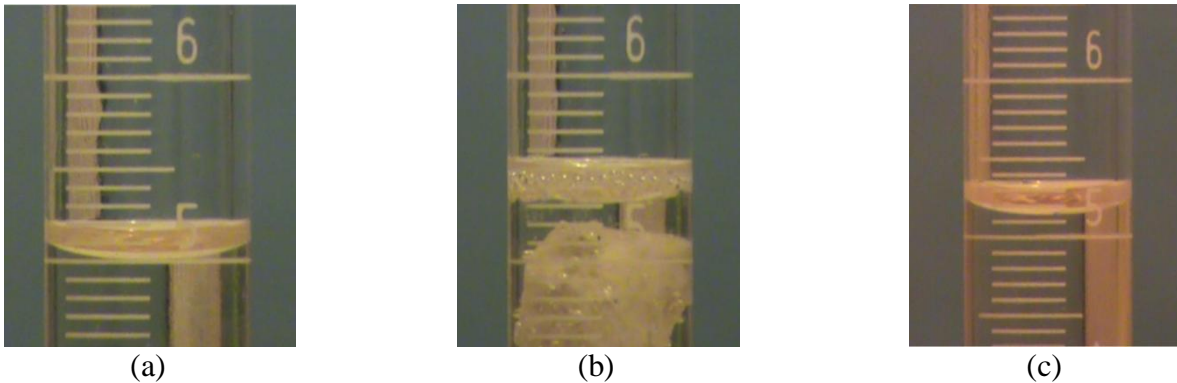


Figura 3.3. Medición de la porosidad: a) referencia del líquido, b) muestra recién sumergida y c) 24 hrs después.

- *Técnica #3:* Esta técnica consiste en obtener el peso de la muestra en seco (no importa la forma de la muestra), posteriormente se mide el peso de la muestra saturada sumergida en agua (Figura 3.4), y al final se mide la muestra saturada fuera del agua. Una vez que se obtienen estos datos se puede calcular el porcentaje de porosidad de la siguiente manera.

$$P_a = \frac{(M_s - M_o)}{(M_s - M_h)} \quad (3.7)$$



donde:

$M_o$  es el peso seco de la muestra.

$M_s$  es el peso saturado de la muestra.

$M_h$  es el peso hidrostático de la muestra.

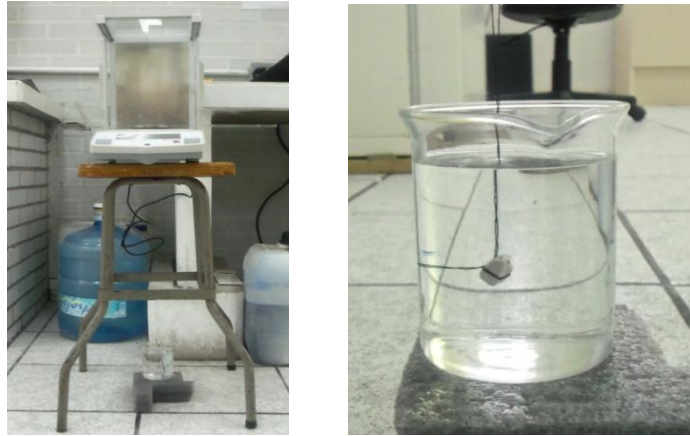


Figura 3.4. Medición de la porosidad, peso hidrostático.

### 3.1.3 Resultados

El método por polímero soluble en agua fue el que se utilizó para producir hidroxiapatita porosa. Se analizaron dos grupos de cuatro andamios diferentes cada uno, el primer grupo fue sometido a un tratamiento térmico de 400 °C, el segundo grupo se sometió a 400 °C y posteriormente se sinterizó a 1150 °C. Ambos grupos tienen las siguientes características, tres andamios con diferente concentración de PVA, esto para aumentar la porosidad en las muestras de HA, 2, 3 y 5 g de PVA y un andamio sin PVA (Figura 3.5). La concentración de HA siempre fue de 40 g y 100 ml de solución salina para todos los andamios. Estos cuatro tipos de andamios se fraguaron en moldes de poliuretano a temperatura ambiente, una vez fraguados se sometieron a un tratamiento térmico de 400 °C para evaporar el PVA en los andamios que lo contenían, el andamio sin PVA también se sometió a esta temperatura para homogeneizar las muestras.

Después de los tratamientos térmicos en ambos grupos, se analizaron los andamios, se calculó el porcentaje de porosidad con las técnicas arriba mencionadas, se obtuvieron las propiedades mecánicas y se simuló los andamios en MEF.



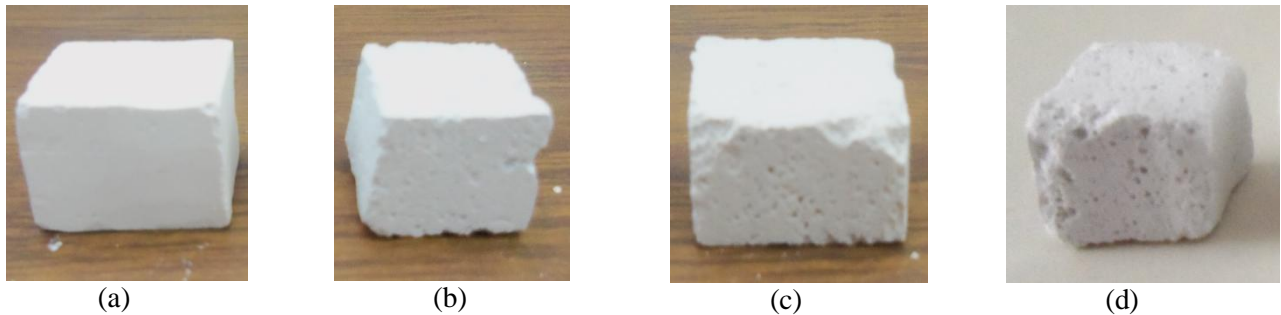


Figura 3.5. Andamios de HA, a) sin PVA, b) 2 g de PVA, c) 3 g de PVA y d) 5 g de PVA.

La Tabla 3.1 muestra los resultados que se obtuvieron de las porosidades de los andamios analizados.

Andamio	Solución salina ml	PVA (g)	HA (g)	Temperatura (°C)	Porosidad (%)	Desviación estándar ( $\sigma$ )
1	100	0	40	400 y 1150	52	1.97
2	100	2	40	400 y 1150	60	2.51
3	100	3	40	400 y 1150	66	2.13
4	100	5	40	400 y 1150	70	2.69

Tabla 3.1. Resultados de porosidad de los andamios analizados.

## 3.2 Propiedades mecánicas

### 3.2.1 Generalidades

El comportamiento mecánico de un material se mide principalmente mediante la relación entre su deformación ante una fuerza o esfuerzo aplicado. Existen varias formas en las cuales se puede aplicar carga: Tensión, Compresión y Flexión.

#### 3.2.1.1 Ensayo a tensión o compresión

Este ensayo consiste en estirar o comprimir una probeta de dimensiones normalizadas por medio de una máquina universal, a una velocidad lenta y constante, obteniéndose de esta forma la curva de fuerza-desplazamiento o alargamiento, como se muestra en la Figura 3.6.

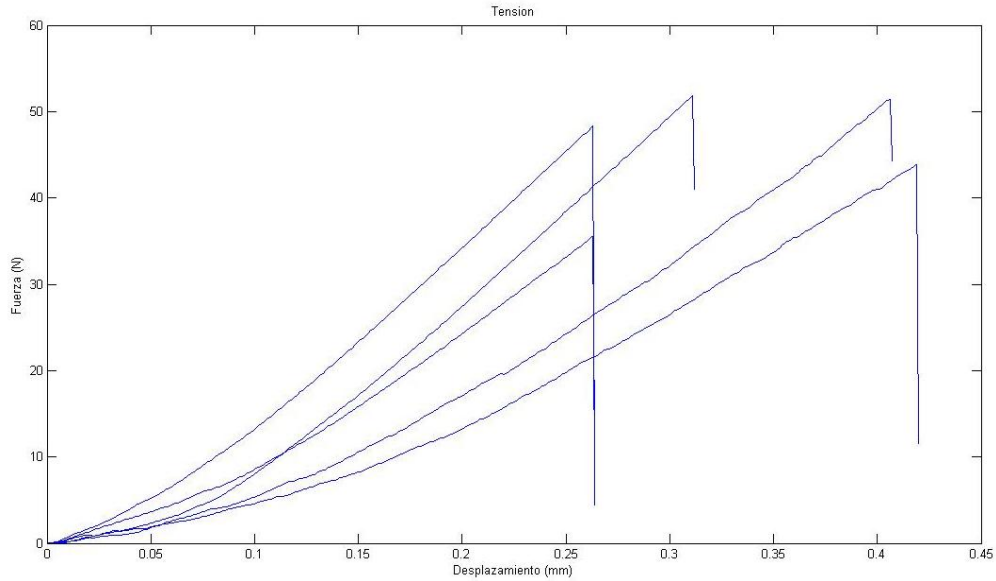


Figura 3.6. Curva fuerza-desplazamiento.

Considerando una barra cilíndrica de longitud  $l_0$  y un área de sección transversal  $A_0$ , sometida a una fuerza de tensión uniaxial  $F$  como se muestra en la Figura 3.7. Por definición, el esfuerzo ( $\sigma$ ) en la barra es igual al cociente entre la fuerza uniaxial y la sección transversal original  $A_0$  de la barra,

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \left[ \frac{N}{m^2} \right] \quad (3.8)$$

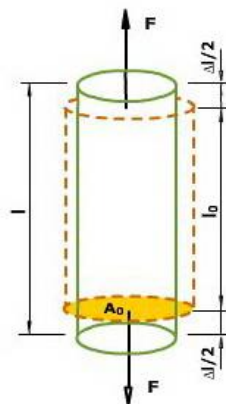


Figura 3.7. Barra sometida a una fuerza de tensión.

Cuando se aplica una fuerza uniaxial, tal como se muestra en la Figura 3.7, se produce una elongación de la barra en la dirección de la fuerza. Por definición, la deformación originada por la acción de una fuerza uniaxial, es el cociente entre el cambio de longitud de la muestra en la dirección de la fuerza y la longitud original.

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \left[ \frac{m}{m} \right] \quad (3.9)$$

donde:

$l$  es la longitud después de la acción de la fuerza.

$l_0$  es la longitud inicial de la pieza.

Cuando una probeta se somete a una fuerza uniaxial, se produce una deformación. Si el material vuelve a sus dimensiones originales al cesar la fuerza, se dice que el material ha sufrido una *deformación elástica*. Si el material es deformado hasta el punto en que no pueden recuperar sus dimensiones originales, se dice que ha experimentado una *deformación plástica*. Los materiales cerámicos son perfectamente elásticos, o sea, sólo presentan deformación elástica. La sección elástica muestra una relación lineal entre el esfuerzo y la deformación que se describe mediante la ley de Hooke:

$$\sigma = E\varepsilon \quad (3.10)$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (3.11)$$

donde:

$E$  es el módulo de elasticidad o módulo de Young.

$\sigma$  es el esfuerzo.

$\varepsilon$  es la deformación.

### 3.2.1.2 Ensayos a flexión

Se denomina flexión al tipo de deformación que presenta un elemento estructural alargado en una dirección perpendicular a su eje longitudinal, como se muestra en la Figura 3.8. El término *alargado* se aplica cuando una dimensión es dominante frente a las otras. El rasgo más destacado es que un objeto sometido a flexión presenta una superficie de puntos llamada fibra neutra, tal que la distancia a lo largo de cualquier curva contenida en ella no varía con respecto al valor antes de la deformación.

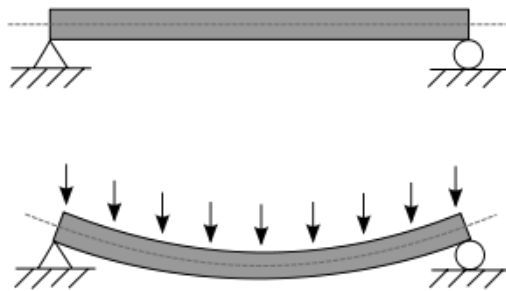


Figura 3.8. Flexión de una viga.

Los esfuerzos normales producidos por el momento flexionante se llaman *esfuerzos por flexión* y las relaciones entre estos esfuerzos y el momento flexionante se expresan mediante la fórmula de la flexión,

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \frac{Mc}{I} \quad (3.12)$$

donde:

$M$  es el momento flector expresado.

$c$  es la distancia del elemento más alejado de la línea neutra.

$I$  es el segundo momento de área de la sección transversal de la viga.

La curva lateral de la superficie neutra de una viga deformada se llama *curva elástica de la viga*, Figura 3.7. Esta curva está definida mediante la siguiente expresión:

$$EI \frac{d^2y}{dx^2} = M \quad (3.13)$$

Integrando la ecuación anterior se obtiene la ecuación de la elástica de la viga que permite calcular el valor de la ordenada  $y$  en cualquier valor de  $x$ :

$$EIy = \iint M dx dx + C_1x + C_2 \quad (3.14)$$

$C_1$  y  $C_2$  son constantes de integración a determinar por las condiciones de sujeción o apoyo de la viga. Cuando el material es homogéneo y obedece la ley de Hooke, se puede utilizar la ecuación (3.10) para determinar la deformación.

### 3.2.2 Normas utilizadas

La obtención de propiedades mecánicas se llevó a cabo mediante pruebas o ensayos mecánicos normalizados y que dependen del tipo de material.

#### 3.2.2.1 Pruebas a tensión

La norma internacional ASTM C 1273-05 [56] especifica el método de ensayo para la determinación de la resistencia a la tracción bajo carga uniaxial de materiales cerámicos o compuestos de partículas de cerámica reforzada a temperatura ambiente. La Figura 3.9 ilustra una gama de geometrías de probeta de tracción que se han utilizado para las pruebas de cerámicos y que se incluyen en la norma anterior.

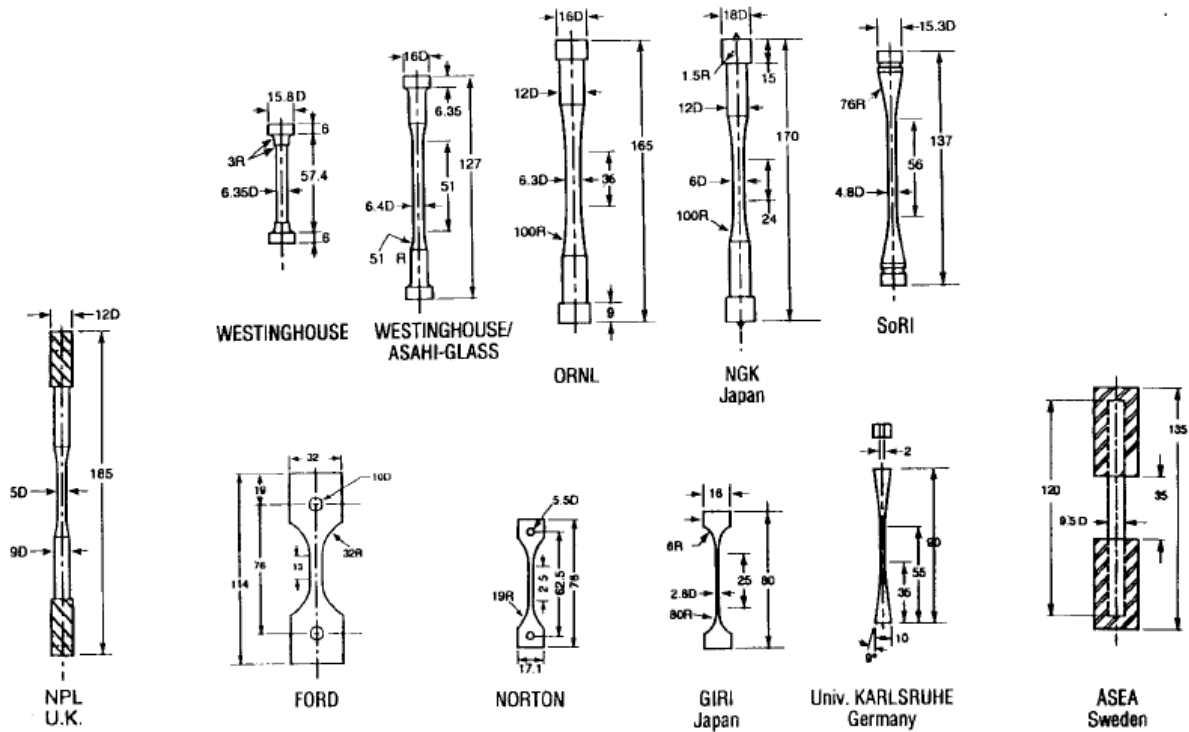


Figura 3.9. Muestras de tracción utilizadas para cerámicos (dimensiones en mm).

De esta amplia variedad de diseños para ensayos a tensión se optó por la probeta más pequeña (Figura 3.10), esto con el fin de utilizar la menor cantidad de hidroxiapatita.

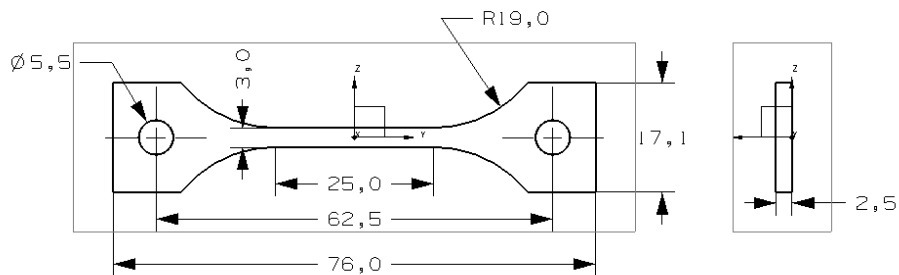


Figura 3.10. Probeta seleccionada para las pruebas a tensión (dimensiones en mm).

### 3.2.2.2 Pruebas a compresión

La norma internacional ASTM C 1424 [57] especifica el método de ensayo para determinar la resistencia a compresión bajo carga uniaxial de materiales cerámicos o compuestos

de partículas de cerámica reforzada a temperatura ambiente. La relación de esbeltez longitud/diámetro en el caso de geometrías cilíndricas debe oscilar entre 1.5 y 2.5 para reducir los efectos de pandeo debido a la flexión de la muestra. La Figura 3.11 muestra un ejemplo de la geometría recomendada como una función de la altura  $H$  de la muestra.

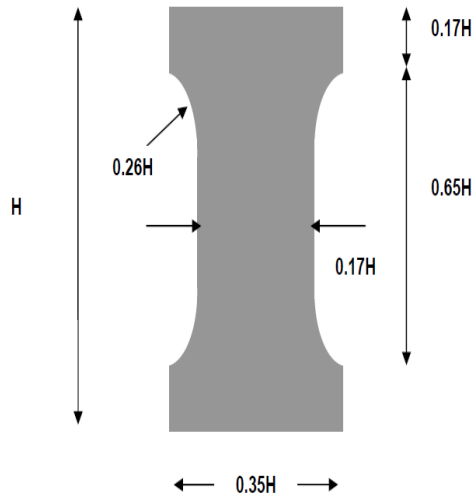


Figura 3.11. Geometría recomendada para ensayos a compresión.

### 3.2.2.3 Pruebas a flexión

La norma ASTM C1161 [58] establece el método de ensayo para la determinación de la resistencia a la flexión de los materiales cerámicos a temperatura ambiente. Dicha norma considera la aplicación de cargas en cuatro puntos y tres puntos con probetas rectangulares de sección transversal:

*Ensayo de flexión de 4 puntos:* configuración que mide la resistencia a la flexión donde una probeta es cargada simétricamente en dos lugares que están situados a una cuarta parte de la longitud total como se muestra en la Figura 3.12 a.

*Ensayo de flexión de 3 puntos:* configuración que mide la resistencia a la flexión donde una probeta es cargada en medio de los dos apoyos como se muestra en la Figura 3.12 b.

Para este trabajo, los ensayos a flexión del yeso se realizaron con una configuración de 4 puntos debido a que esta configuración presenta una distribución más uniforme del esfuerzo máximo, a diferencia de la de 3 puntos donde el esfuerzo máximo se concentra en un punto.

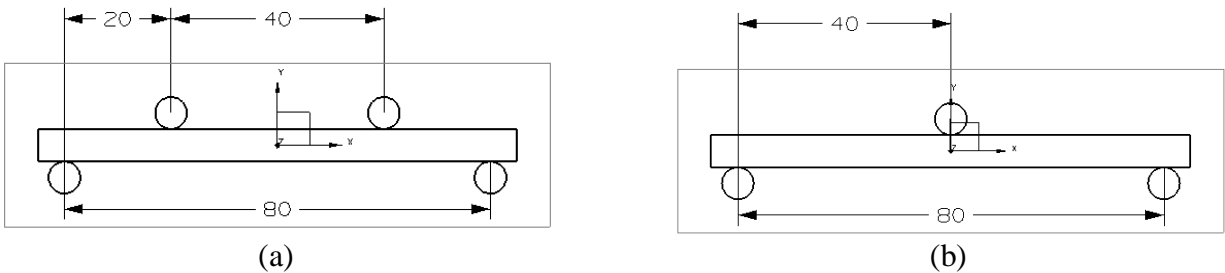


Figura 3.12. Configuración para ensayos a flexión: a) configuración de 4 puntos y (b) configuración de 3 puntos.

Las probetas a flexión son rectangulares, las dimensiones que propone la norma son las siguientes (mm):

- Longitud total, 90 mm.
- Longitud entre apoyos, 80 mm.
- Ancho, 8.0 mm.
- Altura, 6.0 mm.

### 3.2.3 Equipo utilizado

Para la obtención de las propiedades mecánicas se utilizó un texturómetro TA.XT Plus de Stable Micro Systems (Figura 3.13). Este texturómetro está diseñado para cuantificar y correlacionar las mediciones de textura sensorial con mediciones físicas. Debido a la versatilidad del instrumento es posible realizar una gran cantidad de pruebas haciendo uso de diferentes accesorios y herramientas, obteniendo así una gran variedad de parámetros físicos, entre ellos: suavidad, dureza, fuerza de corte/ruptura, adhesividad, elasticidad, pegajosidad, fractura, firmeza, compresibilidad, etc. Todos los ensayos realizados en el texturómetro se hicieron con una velocidad en la sonda móvil de 0.01 mm/s. La Tabla 3.2 muestra las especificaciones técnicas del texturómetro.





Figura 3.13. Texturómetro TA.XT Plus.

Fuerza máxima	30 kg
Sensibilidad de la fuerza	1 g
Celda de carga	Directamente intercambiable
Rango de velocidad	0.01-40 mm/s
Precisión de velocidad	0.1%
Rango de ajuste	0.001-295 mm
Rango de resolución	0.001 mm
Modos de operación	Medición de fuerza y distancia en tensión y compresión
Adquisición de datos	Hasta 500 puntos por segundo
Atmósfera	Resistente al polvo y salpicaduras
Temperatura de operación	0 – 40 °C
Dimensiones generales	665 mm de alto x 440 mm de profundo x 280 mm de ancho
Peso	16.2 kg

Tabla 3.2. Especificaciones técnicas del texturómetro.

### 3.2.4 Fabricación de moldes y herramientas

#### 3.2.4.1 Fabricación de moldes

Para la fabricación de los moldes requeridos para hacer las probetas se utilizó una máquina de prototipado rápido Roland MDX-40A (Figura 3.14). La MDX-40A es una máquina

de Prototipado Rápido basada en un proceso de sustracción de material y con una gran precisión y acabado superficial.



Figura 3.14. Máquina de prototipado rápido Roland MDX-40A.

Dentro de la gran variedad de materiales blandos que puede maquinar la MDX-40A se encuentra el acrílico. El acrílico es un polímero de metal metacrilato (PMMA) que tiene alta resistencia al impacto, dureza similar a la del aluminio, gran facilidad de mecanizado y moldeo entre muchas otras ventaja. Debido a esto se optó por utilizar este material para la fabricación de los moldes para las probetas de los ensayos mecánicos (Figura 3.15).

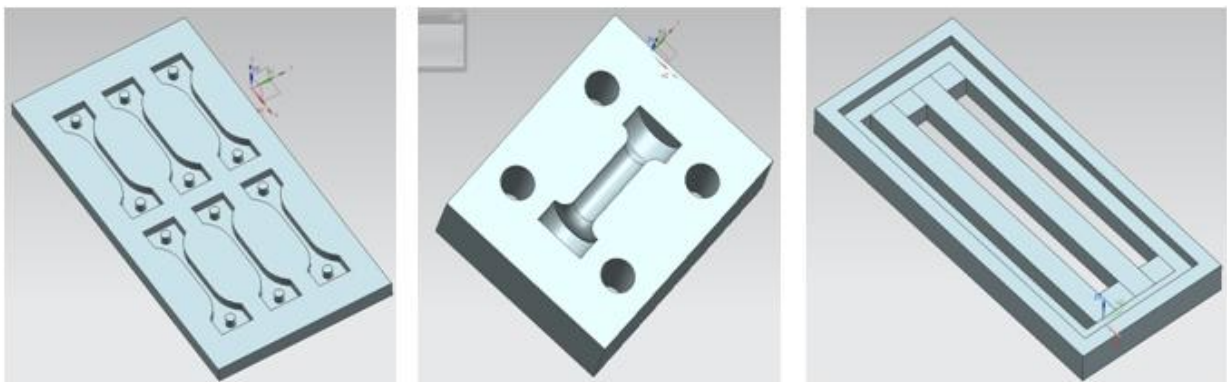


Figura 3.15. Moldes de acrílico de probetas para ensayos a tensión, compresión y flexión.

### 3.2.4.2 Fabricación de herramientas

El texturómetro con el que se trabajó ya contaba con el herramental para los ensayos a compresión (Figura 3.16 b). Sin embargo, se tuvieron que maquinar los herramientas para los ensayos a tensión y flexión (Figura 3.16 a y 3.16 c). Dichos herramientas se fabricaron de acrílico en la máquina de prototipado rápido MDX-40A.

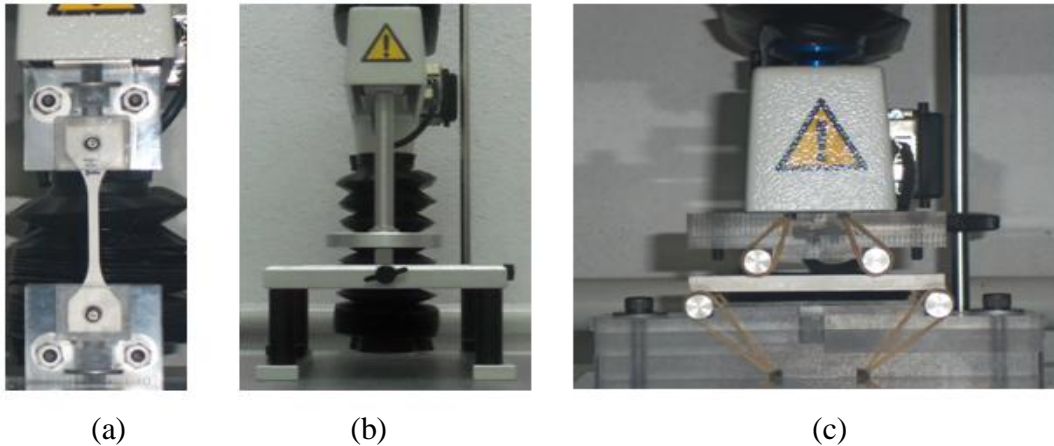
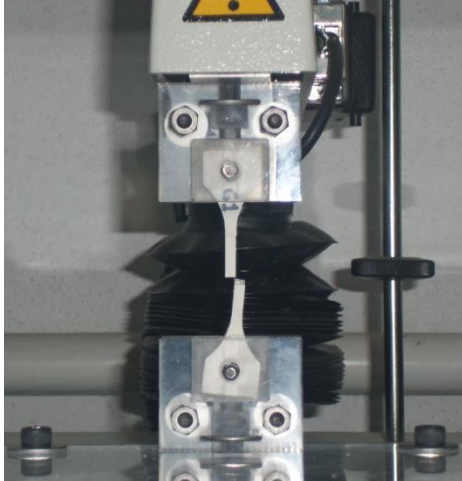


Figura 3.16. Herramientales para los diferentes ensayos: a) tensión, b) compresión y c) flexión.

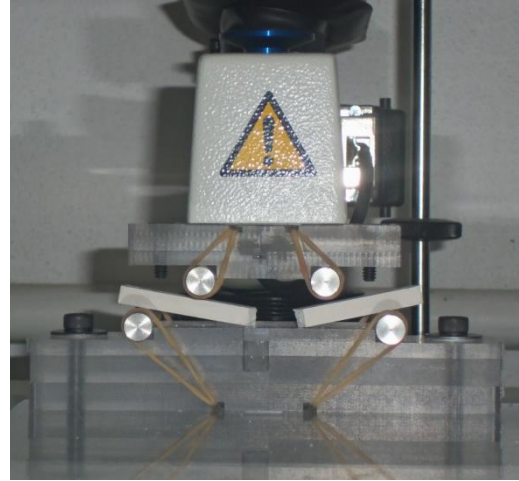
## 3.2.5 Resultados de las pruebas mecánicas

### 3.2.5.1 Yeso hemihidratado

En el caso del yeso hemihidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ ) se realizaron ensayos a tensión, flexión y compresión con probetas fraguadas a temperatura ambiente (Figura 3.17). También se hicieron los mismos ensayos sometiendo al yeso después de fraguar a una temperatura de  $150^\circ\text{C}$ , en esta condición el material tiene unas propiedades mecánicas constantes que son independientes al tiempo que las muestras permanecen en el horno.



(a)



(b)

Figura 3.17. Ensayos mecánicos del yeso: a) tensión y b) flexión.

Por otro lado, los ensayos a compresión se realizaron en una máquina universal con capacidad máxima de 60 toneladas (Figura 3.18), esto debido a que las probetas superaban la capacidad del texturómetro de 30 kg. Las dimensiones de las probetas de los ensayos de compresión fueron de 50x50x50 mm.



Figura 3.18. Ensayos a compresión.

A continuación se presenta la curva fuerza-desplazamiento correspondiente a los ensayos a flexión y compresión (Figura 3.19 y 3.20). Debido a que el yeso es un material cerámico, se puede observar tanto en los ensayos a flexión como en los de compresión, que su

comportamiento es perfectamente elástico, esto es, que solo presenta la zona elástica, una vez que llega al límite de ésta el material se fractura.

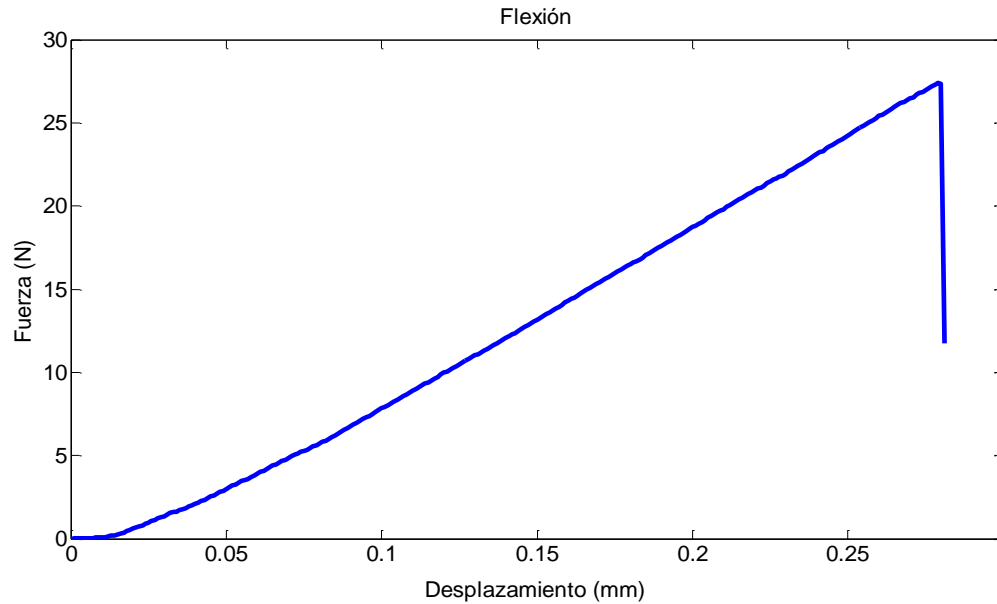


Figura 3.19. Curva fuerza-desplazamiento.

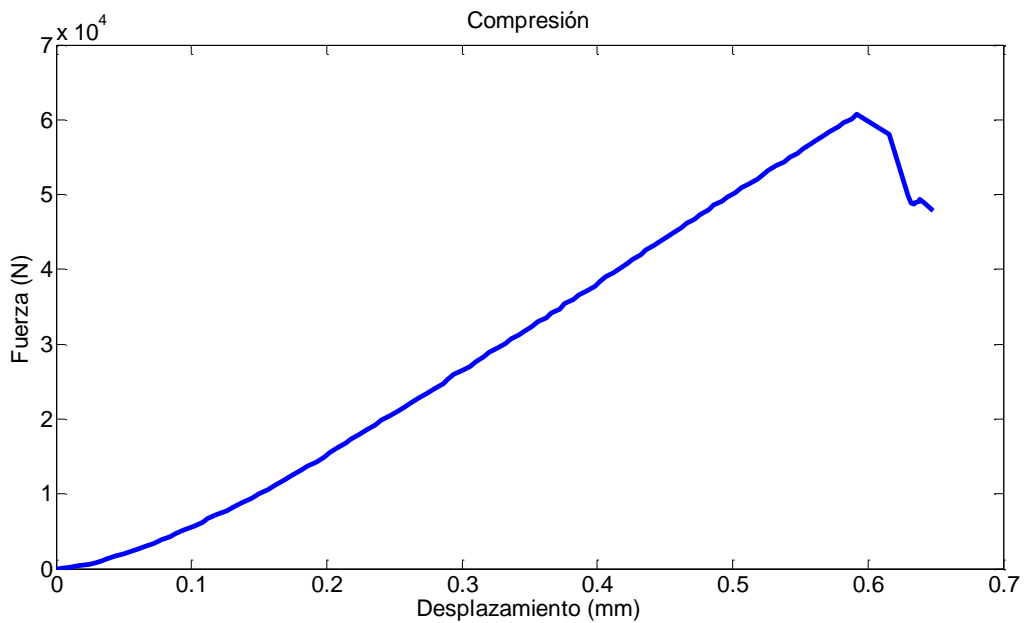


Figura 3.20. Curva fuerza-desplazamiento.

Este análisis presenta la evolución de las propiedades mecánicas del yeso hemihidratado con el paso del tiempo una vez fraguado. Las muestras fueron probadas de 1 a 15 días después de

haber fraguado, tanto a temperatura ambiente como sometidas a un tratamiento térmico (ver sección 2.2.2.1). Los resultados de la fuerza y el desplazamiento para los ensayos a flexión en cuatro puntos y a compresión se muestran de la Tabla 3.3 a 3.6.

Días	Flexión (N)	desplazamiento (mm)	Compresión (N)	Desplazamiento (mm)
1	27.1	0.264	23737	0.399
2	26.5	0.259	38681	0.454
3	29.0	0.278	45881	0.473
5	34.6	0.323	53231	0.504
7	27.4	0.266	61750	0.536
15	32.5	0.306	62850	0.556

Tabla 3.3. Relación y-a = 0.5.

Días	Flexión (N)	desplazamiento (mm)	Compresión (N)	Desplazamiento (mm)
1	12.4	0.330	21100	0.595
2	12.0	0.317	20525	0.594
3	12.4	0.330	19875	0.567
5	11.5	0.304	21225	0.602
7	11.7	0.311	20250	0.583
15	12.1	0.322	19975	0.572

Tabla 3.4. Relación y-a = 0.5 a 150 °C.

Días	Flexión (N)	desplazamiento (mm)	Compresión (N)	Desplazamiento (mm)
1	22.9	0.235	8475	0.304
3	20.5	0.214	9900	0.243
5	17.5	0.187	2754	0.360
7	22.2	0.229	24562	0.355
15	20.2	0.211	26250	0.369

Tabla 3.5. Relación y-a = 0.7.

Días	Flexión (N)	desplazamiento (mm)	Compresión (N)	Desplazamiento (mm)
1	5.8	0.316	18600	0.537
3	5.4	0.298	19150	0.545
5	6.3	0.345	19525	0.550
7	7.2	0.397	18400	0.537
15	5.1	0.277	18800	0.544

Tabla 3.6. Relación  $y-a = 0.7$  a  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Los resultados hasta el momento muestran que las probetas de yeso que se fraguaron a temperatura ambiente, experimentan un aumento en sus propiedades mecánicas con el paso del tiempo, sin embargo, las probetas que se sometieron a un tratamiento térmico, disminuyen sus propiedades mecánicas pero se mantienen constantes, no importando el tiempo que permanecieron en el horno.

### 3.2.5.2 Pruebas mecánicas para la hidroxiapatita

Debido a las complicaciones para fabricar andamios de forma regular de hidroxiapatita, (ver sección 2.2.3 del Capítulo 2), se optó por sólo hacer ensayos a compresión debido a que para estos ensayos sólo es necesario darle una forma regular al biomaterial fraguado, mientras que para los ensayos a flexión y tensión se necesita una forma con dimensiones y geometría específica. Los ensayos a compresión se realizaron en el texturómetro como se muestra en la Figura 3.21.

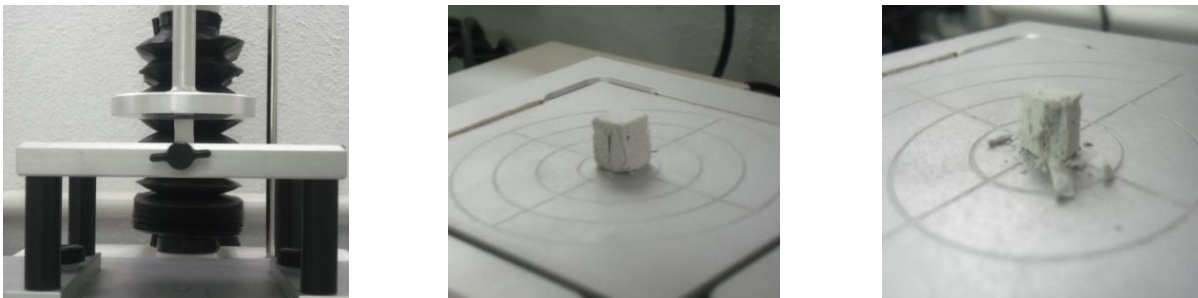


Figura 3.21. Ensayos a compresión de andamios de HA.

Las dimensiones de los biomateriales analizados fueron muy variados, solo se buscaba darle una forma regular al biomaterial para poder realizar el ensayo, éstos varían de  $1$  a  $4\text{ cm}^3$ .

Como la hidroxiapatita es un cerámico, su comportamiento es muy similar a los mostrados en la Figura 3.19. La Tabla 3.7 muestra los resultados de fuerza y desplazamiento mostrados por ambos grupos, es decir, para las muestras que fueron tratadas térmicamente a 400 °C y para las sinterizadas a 1150 °C. De esta tabla se observa que la fuerza y el desplazamiento en ambos grupos disminuye conforme aumenta el porcentaje de porosidad, además se observa que las muestras sinterizadas a 1150 °C soportan mas carga que las correspondientes a 400 °C.

Concentración de PVA (g)	Porosidad (%)	400 °C		1150 °C	
		Fuerza (N)	Desplazamiento (mm)	Fuerza (N)	Desplazamiento (mm)
0	52	373.7	1.27	584.2	1.42
2	60	291.4	0.871	470.1	1.34
3	66	253.4	0.803	364.2	1.09
5	70	224.5	0.745	325.3	0.91

Tabla 3.7. Resultados de fuerza-desplazamiento para los andamios de HA.

La Tabla 3.8 muestra los resultados de las densidades obtenidas por ambos grupos. Se observa que la densidad de los andamios aumenta cuando se sinterizan a 1150 °C, esto es debido a una reducción en su volumen. También se observa que la densidad aparente en ambos grupos disminuye conforme aumenta el porcentaje de porosidad, esto debido a que el peso de la muestra es menor.

Porosidad (%)	400 °C		1150 °C	
	Densidad aparente (experimental) g/cm <sup>3</sup>	Densidad real (experimental) g/cm <sup>3</sup>	Densidad aparente (experimental) g/cm <sup>3</sup>	Densidad real (experimental) g/cm <sup>3</sup>
52	0.873	1.819	1.370	2.85
60	0.839	2.098	1.280	3.20
66	0.738	2.171	1.108	3.26
70	0.662	2.209	0.993	3.31

Tabla. 3.8. Valores de densidad de los andamios de HA.



# Capítulo 4

## Simulación numérica

### 4.1 Metodología

Parte importante del proyecto de tesis comprende el analizar y simular el comportamiento mecánico de diferentes tipos de andamios utilizando el método de elemento finito (MEF). El propósito es comprender la influencia que tienen las diferentes características (porcentaje de porosidad, tamaño, arreglo y forma de poro) de los andamios en su desempeño mecánico, así como validar los modelos numéricos con base a las pruebas experimental.

Para llevar a cabo las simulaciones por MEF se utilizaron dos software comerciales: ANSYS® y COMSOL®. Se modelaron andamios con un porcentaje de porosidad similar pero tamaño, arreglo y forma de poro diferente. El porcentaje de porosidad se definió de la siguiente manera:

$$\% \text{ porosidad} = 1 - \frac{V_{real}}{V_{aparente}} \quad (4.1)$$

donde:

$V_{real}$  es el volumen real del andamio.

$V_{aparente}$  es el volumen aparente del andamio.

La metodología general de simulación utilizada, tanto en ANSYS® como en COMSOL®, se describe a continuación:

### 1. Modelado de andamios

Los andamios se modelaron como un cubo con poros de diferentes tamaño, arreglo y forma (Tabla 4.1). La Figura 4.1 muestra un ejemplo de andamios con poros en forma de esferas y con un arreglo tipo ladrillo, el porcentaje de porosidad de este andamio es 43.2%.

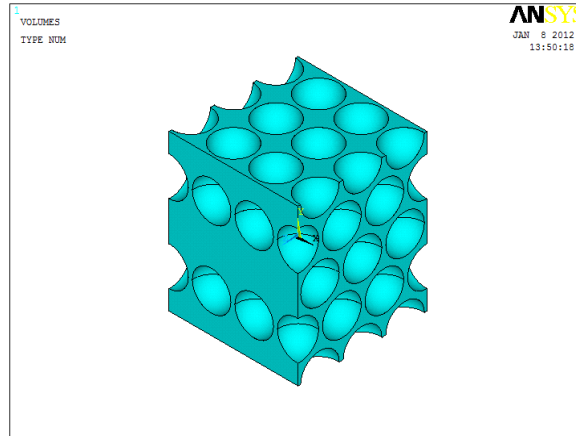


Figura 4.1. Andamio esférico.

### 2. Propiedades de los andamios

Todos los andamios en este capítulo fueron analizados con un módulo de elasticidad de 120 GPa y un coeficiente de poisson de 0.25, propiedades que se le asignaron al material sólido. Por tratarse de materiales cerámicos sólo se estudia la zona elástica, regida por la Ley de Hooke.

### 3. Mallado

El elemento utilizado para mallar la geometría en ANSYS® es un SOLID186, el cual es un elemento tridimensional con tres grados de libertad por nodo (traslación según X, Y y Z). Este elemento está compuesto por 20 nodos distribuidos según el esquema de la Figura 4.2. Además de su configuración hexaédrica base, el elemento SOLID186 puede tener una configuración piramidal, prismática o tetraédrica, lo que le permite adaptarse a la geometría de la pieza [59]. La Figura 4.3 muestra el mallado en ANSYS®.

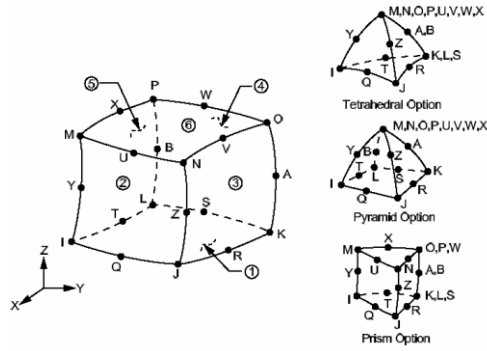


Figura 4.2. Geometría del elemento SOLID186.

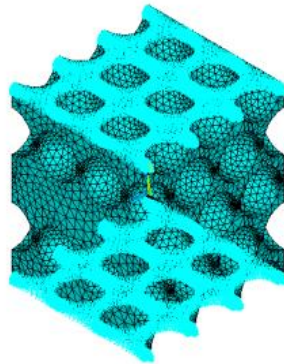


Figura 4.3. Mallado tipo libre en ANSYS® con 72804 elementos.

Aunque no se tiene una descripción directa de la formulación del elemento, dentro de las opciones de COMSOL® se puede elegir el tipo de elemento con el que se desea realizar el mallado de los dominios. Para este caso se escogió un elemento cuadrático, tiene un nodo en cada vértice del elemento y uno en la parte media, obteniéndose una interpolación del tipo cuadrático. La Figura 4.4 muestra el mallado en COMSOL®.

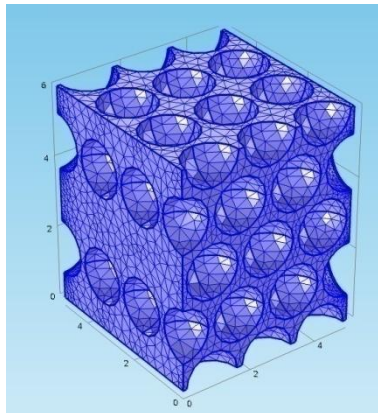


Figura 4.4. Mallado tipo libre en COMSOL® con 73847 elementos.

#### 4. Aplicación de cargas

Para la simulación de una carga a compresión se aplica una deformación vertical de 0.1% en los nodos de la parte superior de la malla. Los nodos de la parte inferior se restringen en su movimiento vertical, Figura 4.5



Figura 4.5. Aplicación de las cargas.

#### 5. Solución

Al aplicar una deformación en la parte superior del andamio y fijar la base, se provoca una fuerza de reacción en la base (Figura 4.6).

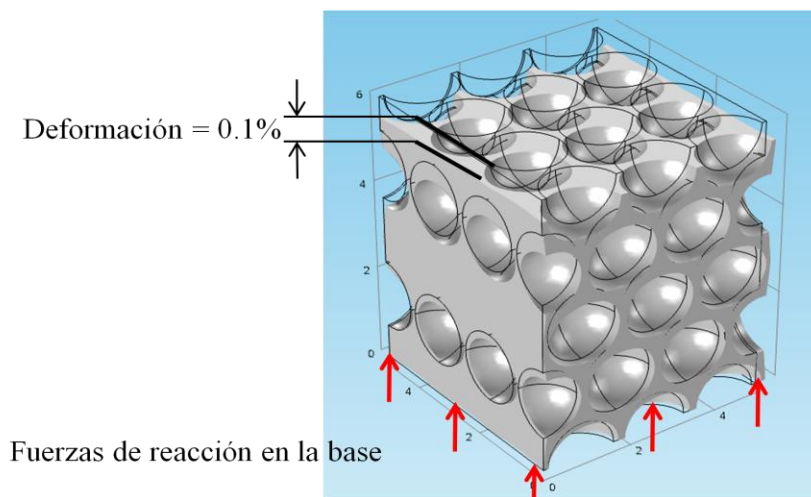


Figura 4.6. Aplicación de la deformación.

A continuación, se extraen los datos de la fuerza de reacción para el cálculo del Módulo de Young,  $E$ , de acuerdo a la siguiente expresión:

$$E = \frac{F_{reacción}}{A \cdot \varepsilon} \quad (4.2)$$

donde:

$F_{reacción} = \Sigma f_{reacción}$  de los nodos de la base fija.

$A =$  Área total de la base.

$\varepsilon =$  Deformación aplicada.

## 6. *Análisis de convergencia*

Si se disminuye el tamaño de los elementos que conforman un modelo consecuentemente se incrementa el número de elementos y el número de nodos. A medida que se incrementa el número de nodos los resultados son más precisos, hasta llegar a un límite de nodos en el cual los resultados ya no varían significativamente. Este análisis se conoce como análisis de convergencia, y es necesario para saber el margen de error con el que se trabaja y limitar el tiempo de análisis. Para cada andamio se generaron mallados de burdos a finos, esto para analizar la convergencia de la solución.

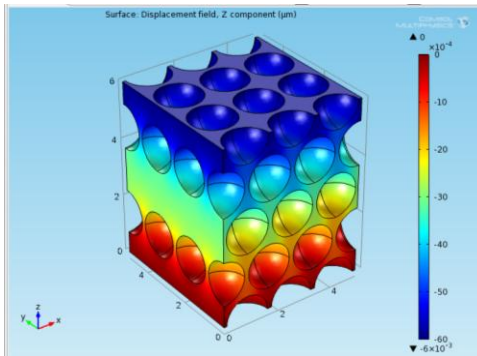
## 4.2 Resultados

### 4.2.1 ANSYS® vs COMSOL®

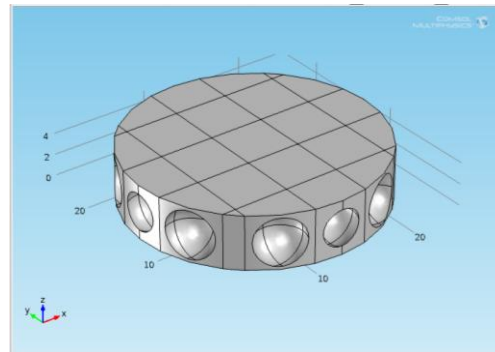
La Tabla 4.1 muestra las características de modelado de los andamios. Los andamios que se analizaron se muestran en la Figura 4.7. El andamio 1 muestra el desplazamiento aplicado a la estructura (0.006  $\mu\text{m}$ ), observándose que el desplazamiento disminuye de manera regular con la distancia hasta la parte inferior (desplazamiento mínimo 0).

Andamios	Volumen aparente ( $\mu\text{m}^3$ )	Tamaño de poro ( $\mu\text{m}$ )	Forma del poro	Tipo de arreglo
1	150	0.75 de radio	Esférico	Regular tipo ladrillo
2	415	2.25 de radio	Esférico	Regular
3	19683	2.25 de radio	Cilindros	Regular
4	150	1.1 x 1.1	Cuadrados	Regular

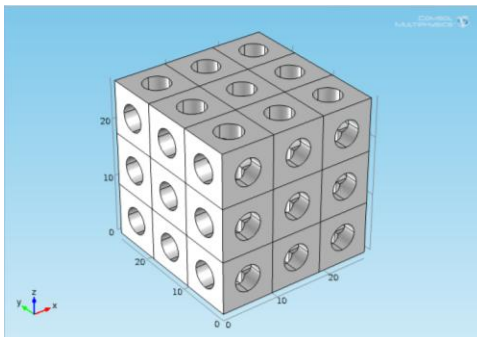
Tabla 4.1. Características de los andamios.



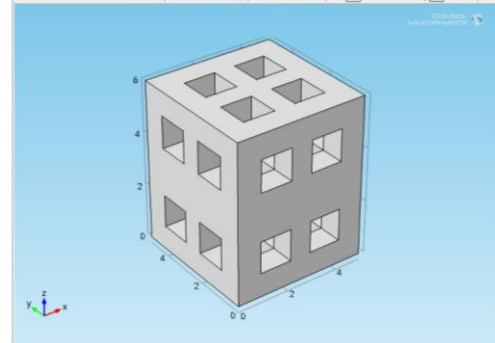
Andamio 1



Andamio 2



Andamio 3



Andamio 4

Figura 4.7. Andamios regulares.

Los resultados obtenidos del análisis de estos andamios tanto en ANSYS® como en COMSOL® se muestran en la Tabla 4.2. Se puede observar en esta tabla que la diferencia máxima (error) entre los resultados de ambos software es del 2%, por lo tanto, se verifican los resultados de un software en el otro. También se resalta que con porosidades casi iguales entre estos andamios, su comportamiento mecánico varía (módulo de elasticidad, fuerza y esfuerzo de von Mises), esto debido a que, en un material poroso, sus propiedades mecánicas dependen del tamaño, tipo, forma y arreglo de los poros.

Software	Porosidad %	Módulo de elasticidad (GPa)	Error %	Fuerza de reacción (N)	Error %	Esfuerzo máximo de von Mises (MPa)	Error %
<b>Andamio 1</b>							
ANSYS®	43.2	47.2	1.75	0.001179	1.75	282	2.08
COMSOL®		48.0		0.0012		288	
<b>Andamio 2</b>							
ANSYS®	39.7	56.3	0.17	0.023358	0.18	249	0.17
COMSOL®		56.4		0.0234		249	
<b>Andamio 3</b>							
ANSYS®	41.2	43.8	0.01	0.014204	0.02	496	2.00
COMSOL®		43.8		0.0142		486	
<b>Andamio 4</b>							
ANSYS®	43.0	40.8	2.00	0.0010203	2.00	330	1.00
COMSOL®		40.0		0.001		327	

Tabla 4.2. Resultados de los andamios, comparación entre COMSOL® y ANSYS®.

Las Figuras 4.8 a la 4.11 muestran los resultados del análisis de convergencia para los andamios arriba mencionados. Lo primero que se destaca es que bajo las mismas circunstancias, ANSYS® puede resolver modelos con un mallado mucho más fino que COMSOL®. Otra observación interesante es que los andamios 2 y 3 fueron los que convergieron más rápido en ambos software, esto debido a que el mallado fue más homogéneo, en cambio el andamio que necesito de un mallado mucho más fino para converger, fue el andamio 4, esto debido a su forma cuadrada de poros.

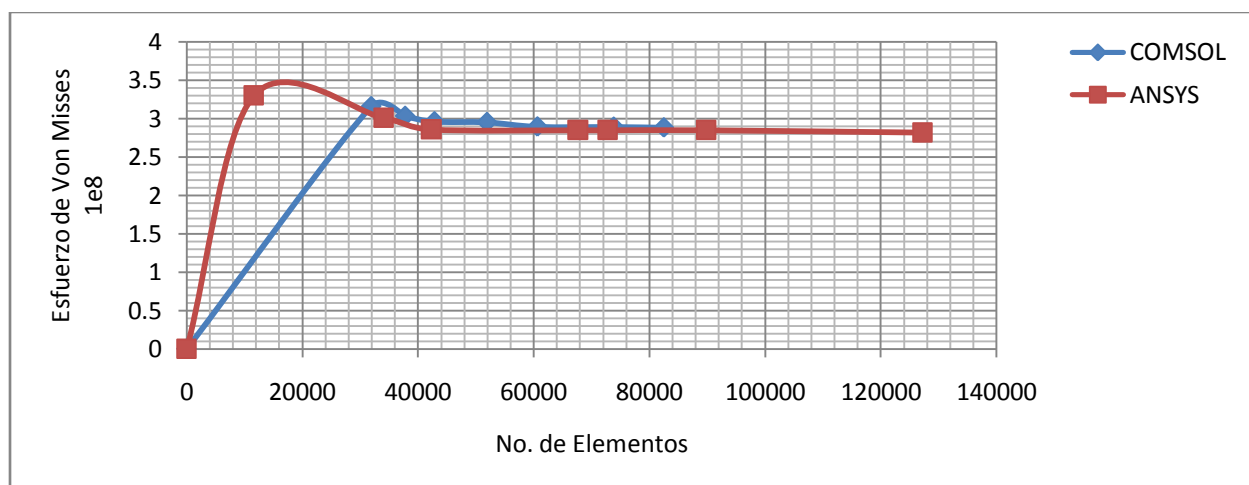


Figura 4.8. Gráfica del estudio de convergencia para el andamio 1.

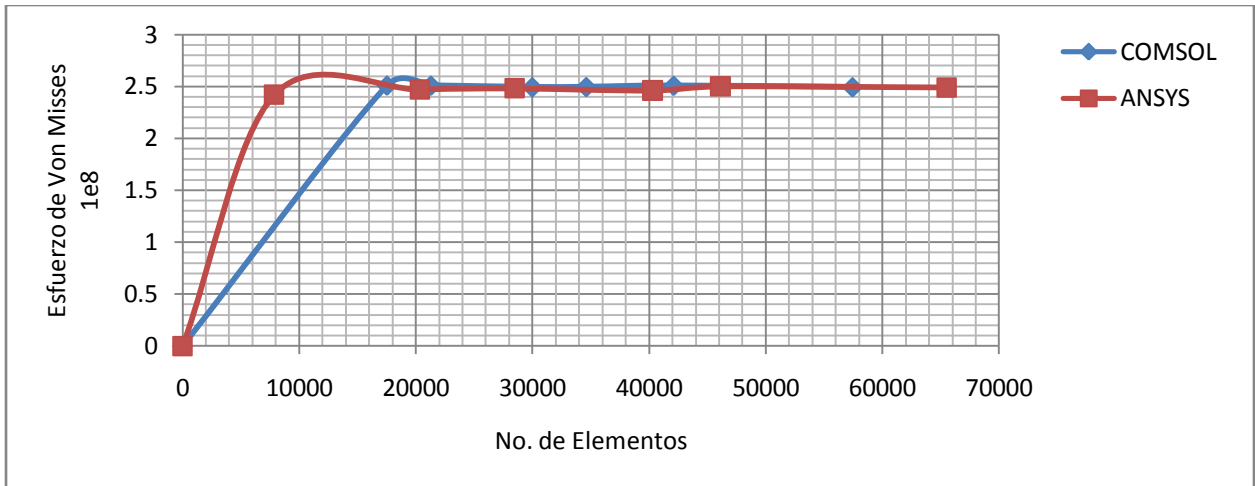


Figura 4.9. Gráfica del estudio de convergencia para el andamio 2.

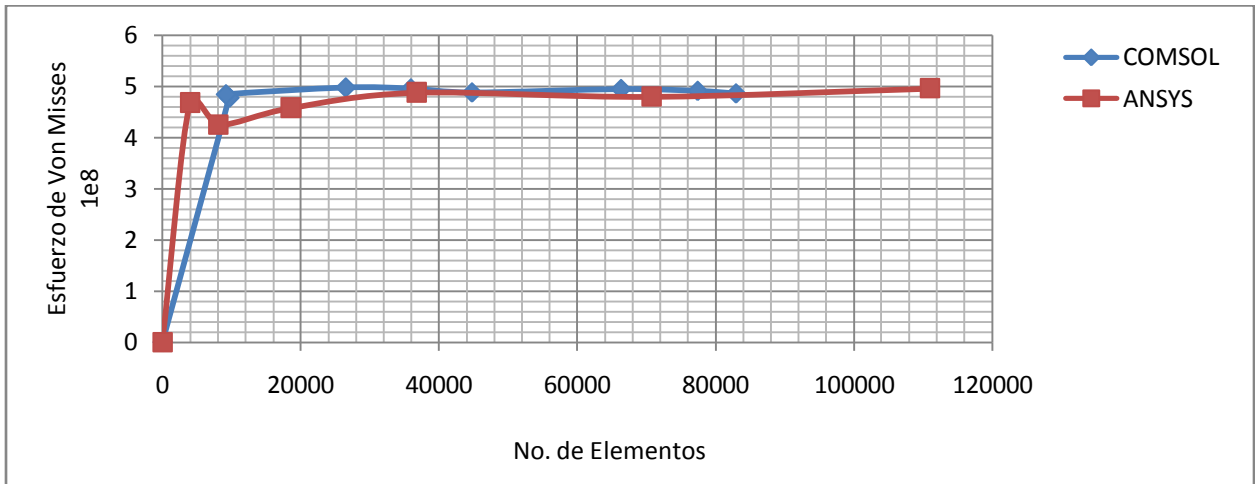


Figura 4.10. Gráfica del estudio de convergencia para el andamio 3.

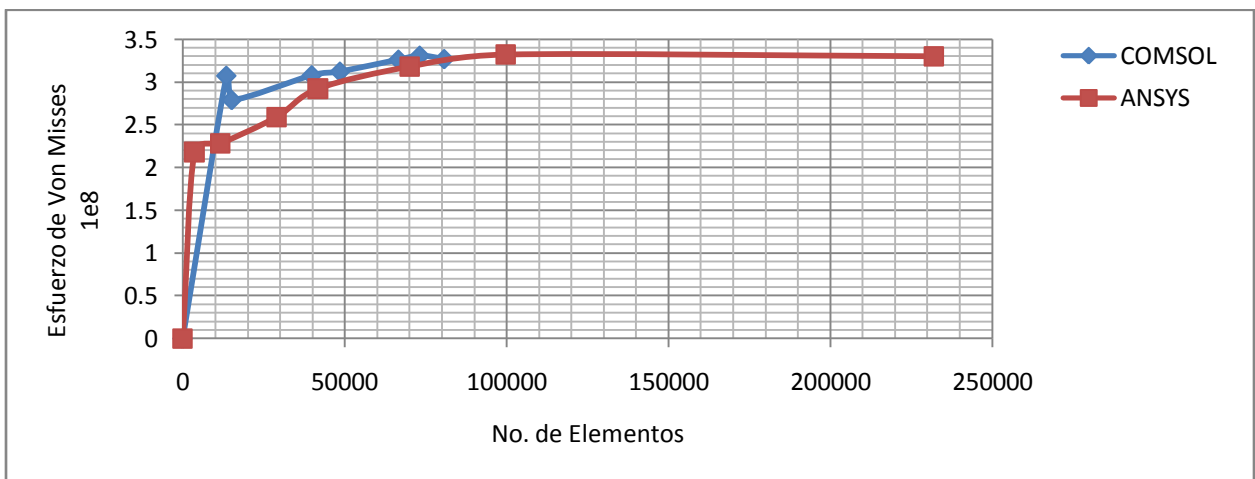


Figura 4.11. Gráfica del estudio de convergencia para el andamio 4.



#### 4.2.2 Andamios regulares e irregulares

La Figura 4.12 muestra un grupo de 10 andamios, todos con una porosidad del 43.1 % pero con tamaño, forma y arreglo de poro diferente.

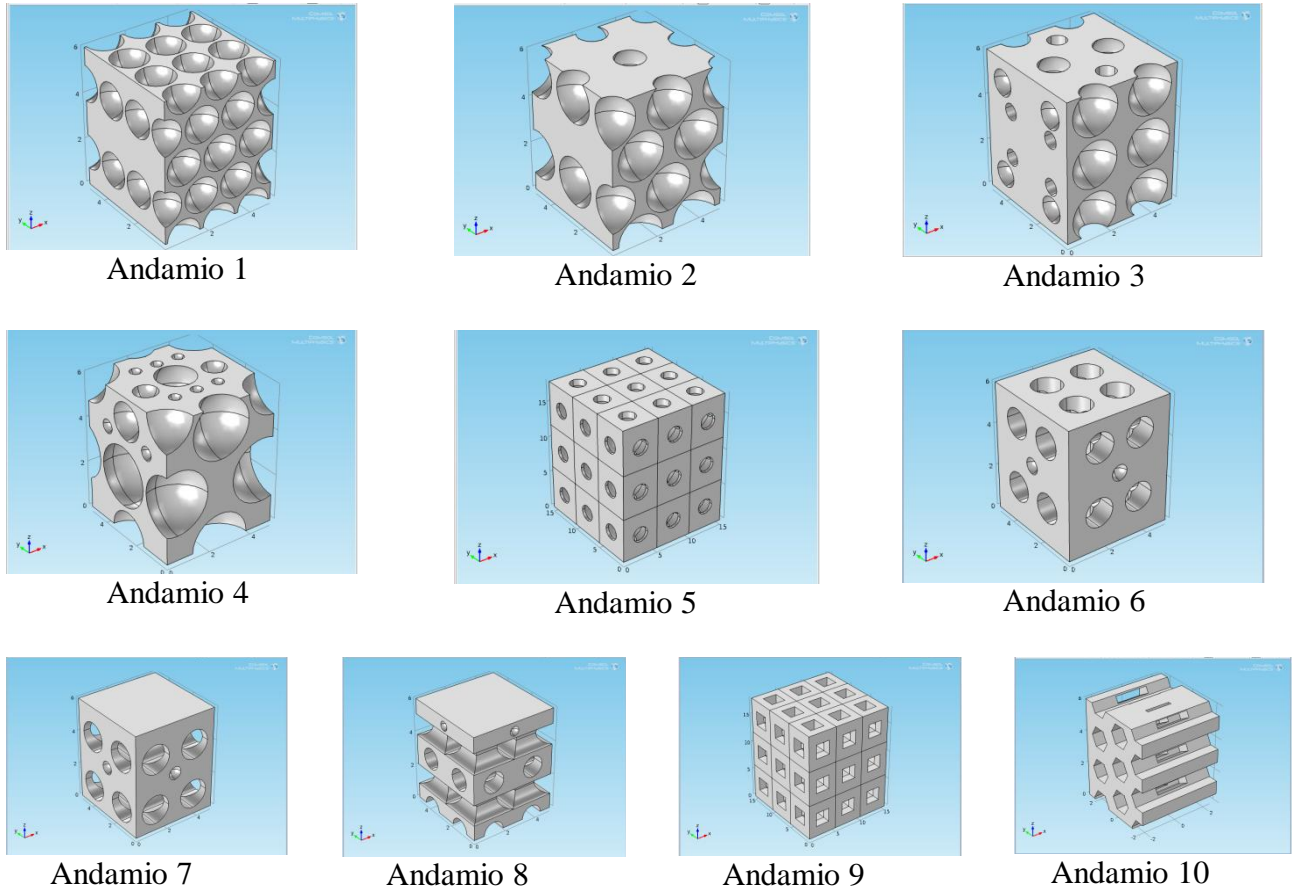


Figura 4.12. Andamios con igual porcentaje de porosidad.

En la Tabla 4.3 se muestra el módulo de elasticidad efectivo encontrado para cada andamio de la Figura 4.12. En esta tabla también se muestran las principales características de estos andamios.

Estructura	Volumen aparente ( $\mu\text{m}^3$ )	Tamaño de poro ( $\mu\text{m}$ )	Forma del poro	Tipo de arreglo	Módulo de elasticidad (GPa)
Andamio 1	150	0.75 de radio	Esférico	Regular tipo ladrillo	48
Andamio 2	150	1 de radio	Esférico	Regular tipo ladrillo	48

Andamio 3	150	Diversos	Esféricos	Regular	48
Andamio 4	150	Diversos	Esféricos	Irregular	40
Andamio 5	4050	2.3 de radio	Esférico	Regular	40
Andamio 6	150	0.68 de radio x 5	Cilíndrico	Regular	40
Andamio 7	150	0.85 de radio x 5	Cilíndrico	Regular	22
Andamio 8	150	0.61 de radio x 5	Cilíndrico	Regular	21
Andamio 9	4050	2.4 x 2.4 x 2.4	Cúbico	Regular	41
Andamio 10	150	Diversos	Hexagonal	Regular	27

Tabla 4.3. Módulo de elasticidad de los andamios analizados.

De la Tabla 4.3 se observa que las estructuras que presentan un mayor módulo de elasticidad son las que tienen un área transversal más grande y columnas rectas.

#### 4.2.3 Andamios con arreglo de poros diferente

Para evaluar la influencia del arreglo de poros en las propiedades mecánicas del andamio, se analizaron los andamios mostrados en la Figura 4.13. Estos dos andamios tienen un porcentaje de porosidad, forma y tamaño de poro igual, pero difieren en el arreglo de los poros: regular y tipo ladrillo.

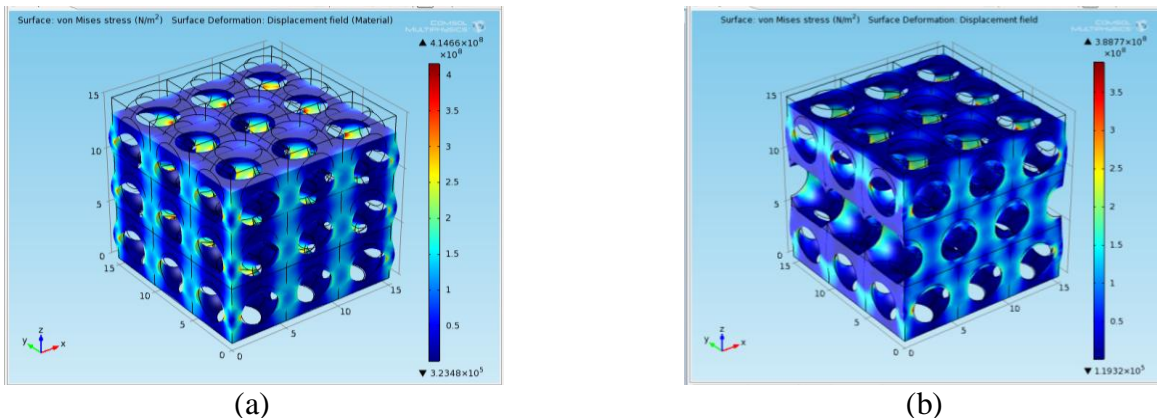


Figura 4.13. Andamios con arreglo de poro diferente: a) arreglo regular, b) arreglo tipo ladrillo.

La Tabla 4.4 muestra los resultados de módulos de elasticidad para los andamios de la Figura 4.13, en esta tabla también se incluyen las principales características de estos andamios. Se observa que el arreglo de los poros juega un papel importante en las propiedades mecánicas del material. Un arreglo de poros puede mejorar la rigidez del andamio en condiciones iguales de porosidad. También es relevante mencionar que con un aumento en la porosidad decrece notablemente la resistencia del andamio.

Andamio	Porosidad %	Módulo de elasticidad (GPa)	Diferencia %	Volumen aparente ( $\mu\text{m}^3$ )	Tamaño de poro ( $\mu\text{m}$ )	Forma del poro	Tipo de arreglo
a	79	10.2	21.5	3375	0.3	Esférico	Regular
b	79	8		3375	0.3	Esférico	Regular tipo ladrillo
a	57.7	29.3	9.21	3375	0.26	Esférico	Regular
b	57.7	26.6		3375	0.26	Esférico	Regular tipo ladrillo

Tabla 4.4. Módulo de elasticidad de los andamio a y b.

#### 4.2.4 Análisis de la orientación del andamio (anisotropía)

Para evaluar el efecto de la orientación del andamio se modelaron las estructuras hexagonales mostradas en la Figura 4.14. Estas estructuras son de un polímero amorfo con módulo elástico de 3.3 GPa y un coeficiente de Poisson de 0.3. Ambos andamios tienen el mismo porcentaje de porosidad y tamaño, forma y arreglo de poros.

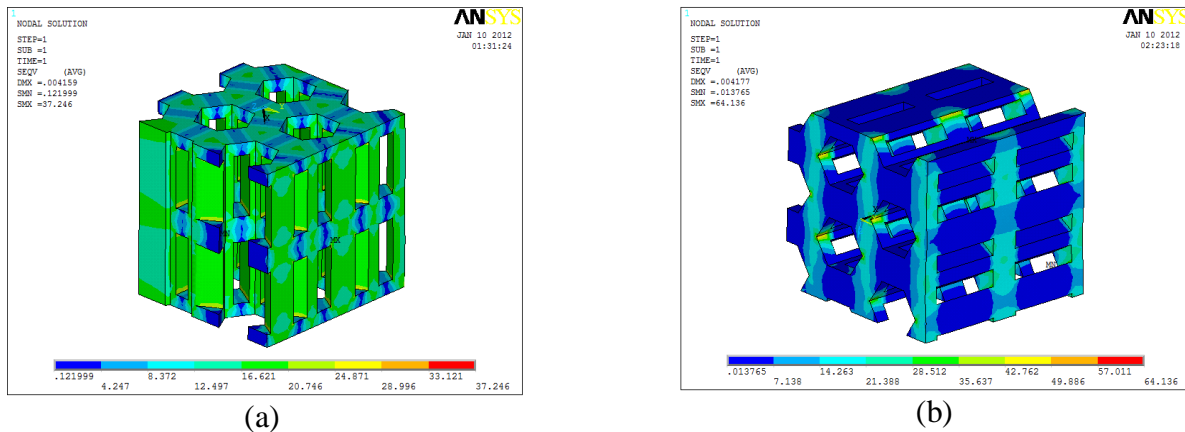


Figura 4.14. Esfuerzo de von Mises para una estructura: a) hexagonal vertical, b) hexagonal transversal.

Los resultados del análisis de orientación del andamio se muestran en la Tabla 4.5. De esta tabla se puede observar que el módulo de elasticidad de la estructura hexagonal vertical es casi cuatro veces mayor que el de la estructura hexagonal transversal. Por lo anterior se puede decir que las propiedades mecánicas del andamio dependen de su orientación con respecto a la carga. En otras palabras los andamios tienen un comportamiento anisotrópico, por lo que es importante medir sus propiedades en diferentes direcciones.

Estructura	Porosidad %	Fuerza de reacción (N)	Módulo de elasticidad (GPa)
Hexagonal vertical	55	3.95	1.297
Hexagonal transversal	55	1.07	0.343

Tabla 4.5. Porosidad, fuerza de reacción y módulo de elasticidad

#### 4.2.5 Andamios con propiedades mecánicas en los poros

Con el propósito de evaluar el comportamiento mecánico de los andamios cuando los poros están ocupados por algún material (gas, líquido o sólido), se realizaron análisis asignando propiedades mecánicas al espacio ocupado por los poros. Se espera que con un módulo de elasticidad bajo en el poro la estructura se comporte como si hubiera un hueco, mientras que con un módulo de elasticidad alto se espera se comporte como una estructura sólida. El porcentaje de porosidad de la estructura se mantuvo constante, al igual que el módulo elástico del material sólido del andamio.

Se construyó una celda unitaria la cual consiste en un cubo con una esfera en el centro. La aplicación de las propiedades elásticas del poro, fueron diferentes en cada software.

➤ *Celda unitaria en ANSYS®:*

*Se crearon dos materiales con propiedades mecánicas diferentes, uno para la estructura y otro para el poro, los materiales se unieron con la operación booleana pegar (glue), esto para garantizar que los nodos de los materiales se conectaran al tiempo de mallarlos. La aplicación de los desplazamientos es igual que el análisis anterior.*

➤ *Celda unitaria en COMSOL®:*

En COMSOL® se generó la siguiente función analítica para expresar la geometría del poro, es decir, se representó el poro con la ecuación de una esfera cuyo centro está ubicado en 0.5 y tiene un radio de 0.4.

$$an1 = [(x - 0.5)^2 + (y - 0.5)^2 + (z - 0.5)^2 > 0.4^2] \quad (4.3)$$

La función  $an1$  se utilizó para crear la forma del poro. Posteriormente, ya en las propiedades del material para hacer la simulación, se introduce la ecuación 4.4 como el módulo de elasticidad del material sólido. Dicha ecuación le dará un porcentaje del módulo de elasticidad del material sólido al poro.

$$(a + an1(x, y, z)) * (1 - a) * 120e9 \quad (4.4)$$

La geometría es un cubo sólido que estará regido por la función analítica. El mallado y la aplicación del desplazamiento tienen el mismo procedimiento general.

Los resultados del análisis de la celda unitaria en ambos software fueron muy parecidos. En el caso de Comsol, las Figuras 4.15 a) y b) muestran una celda unitaria con un módulo de elasticidad del poro de 1.2 y 120 GPa respectivamente y un módulo de elasticidad de 120 GPa para el material. La Figura 4.16 muestra como aumenta la rigidez de la estructura conforme aumenta el módulo de elasticidad del poro, el eje x representa el porcentaje con respecto al módulo de elasticidad del andamio sólido que es de 120 GPa.

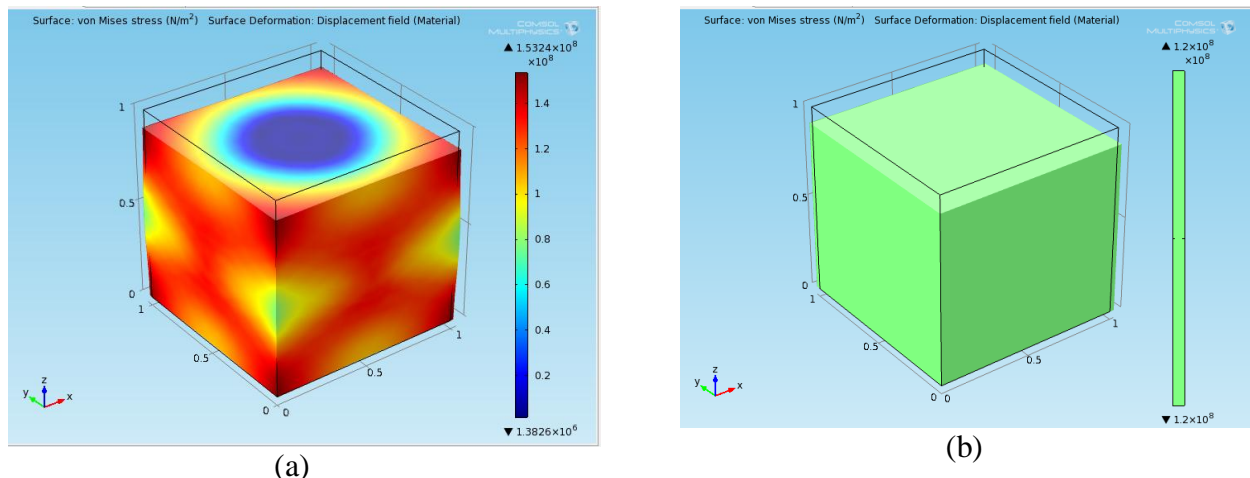


Figura 4.15. Esfuerzo de von Mises de la celda unitaria en Comsol. a) cubo con un poro en el centro, cuyo modulo de elasticidad es 1.2 GPa, b) cubo con un poro en el centro con un módulo de elasticidad de 120 GPa.

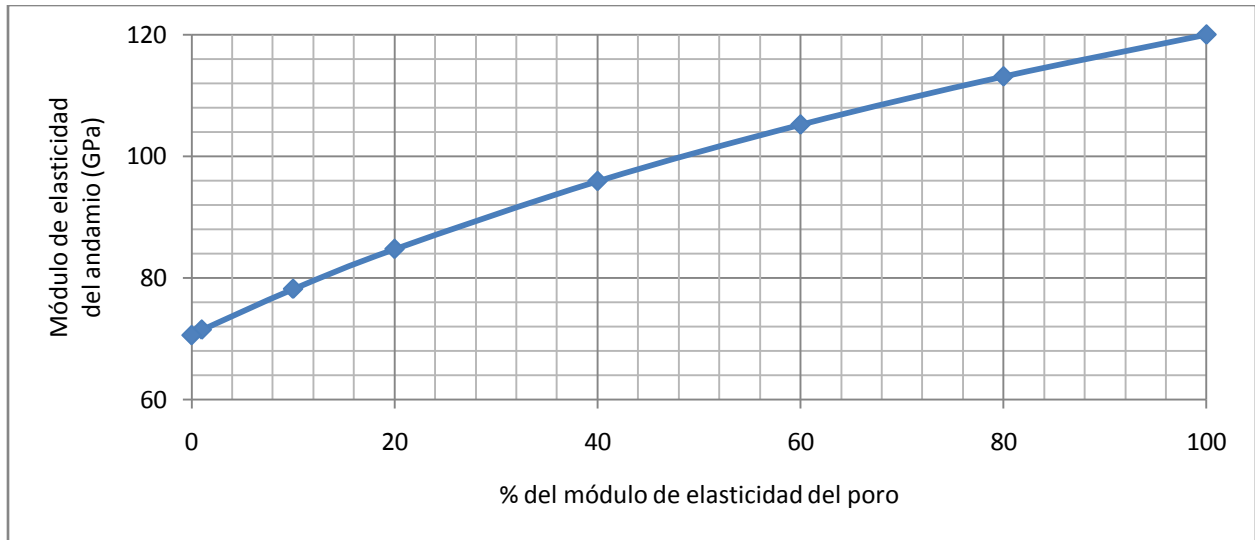


Figura 4.16. Aumento en la rigidez del andamio conforme aumenta el módulo de elasticidad del poro, COMSOL®.

Se realizó en ANSYS® el mismo análisis, los resultados se muestran en la Figura 4.17 y 4.18. De estas figuras se puede observar nuevamente que cuando la rigidez del poro aumenta la rigidez del andamio también incrementa.

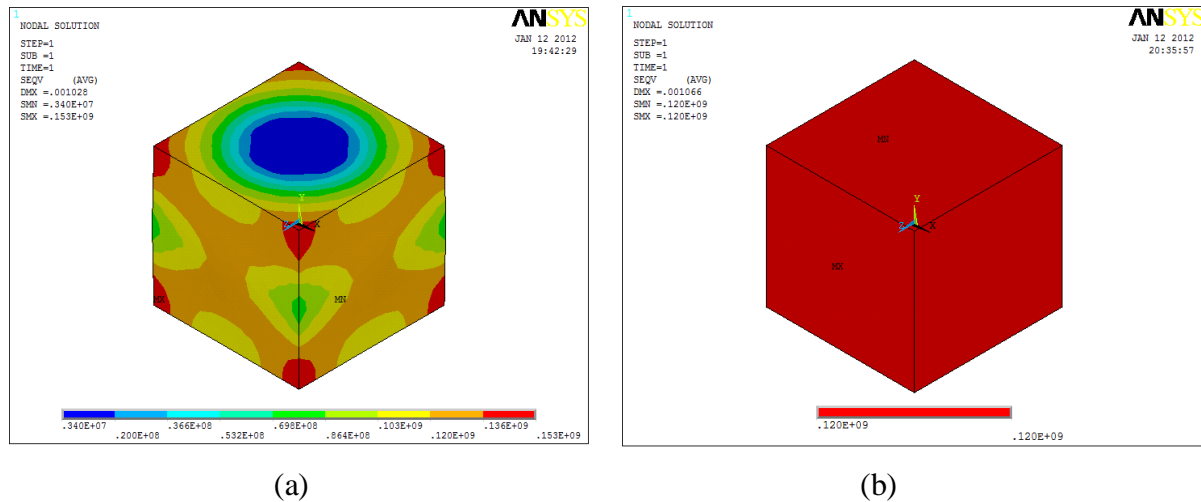


Figura 4.17. Esfuerzo de von Mises de la celda unitaria en Ansys: a) cubo con un poro en el centro, cuyo módulo de elasticidad es 1.2 GPa, b) cubo con un poro en el centro con un módulo de elasticidad de 120 GPa.

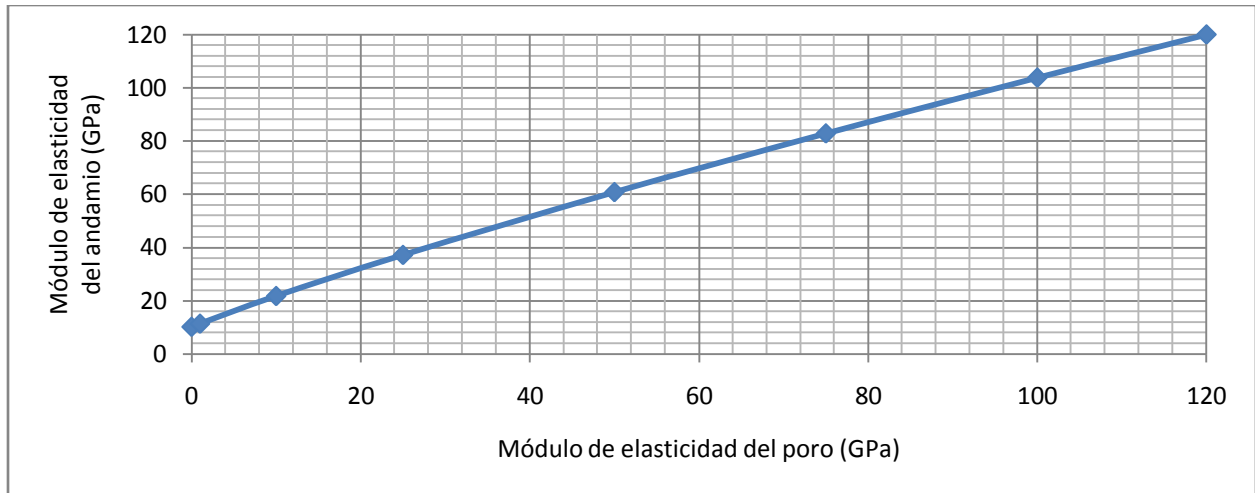


Figura 4.18. Aumento en la rigidez del andamio conforme aumenta el módulo de elasticidad del poro, ANSYS®.

#### 4.2.6 Conclusiones

Finalmente de los resultados obtenidos se puede decir que las propiedades mecánicas de un andamio dependen de muchos factores como son:

- Porosidad
- Tamaño de poro
- Forma del poro
- Arreglo de los poros
- Orientación del andamio (anisotropía)

Algunas configuraciones son más resistentes que otras (Tabla 4.3), las estructuras que presentan mayor resistencia mecánica son las que tienen un área transversal más grande y columnas rectas. Algunas estructuras presentan un comportamiento anisotrópico, el cual es importante conocer para determinar la orientación del andamio al momento de la inserción del implante en el cuerpo. Por último, las propiedades mecánicas del andamio mejoran considerablemente al tener material en los poros, esto podría suponer que el andamio es más resistente cuando es injertado, ya que los poros serán ocupados por nutrientes, flujo sanguíneo etc.

# Capítulo 5

## Análisis y discusión de resultados

### 5.1 Yeso hemihidratado

Para el caso del yeso hemihidratado se realizaron pruebas a flexión, compresión y tensión, de acuerdo al procedimiento y normas descritas en la sección 3.2.2 del capítulo 3. Con el propósito de conocer la evolución de las propiedades mecánicas del yeso hemihidratado con el paso del tiempo, las probetas fueron probadas de 1 a 15 días después de haber fraguado. El yeso se elaboró utilizando dos relaciones de agua-yeso: 0.5 y 0.7. Para el fraguado se consideraron dos variantes: fraguado a temperatura ambiente y fraguado en horno a 150 °C de 2 a 8 horas.

#### 5.1.1 Flexión

Los resultados de resistencia a la flexión y módulo de elasticidad obtenidos a partir de los ensayos a flexión en cuatro puntos se muestran en las Figuras 5.1 y 5.2, respectivamente. De estos resultados se puede observar que en condiciones de fraguado a temperatura ambiente la resistencia a flexión incrementa conforme pasan los primeros días, sin embargo, una vez que pierde casi el total de humedad disminuye un poco y posteriormente se mantiene constante. También se puede observar que las probetas que se sometieron a 150 °C de 2 a 6 horas, disminuyeron considerablemente su propiedades mecánicas, sin embargo, se mantuvieron constantes al paso del tiempo, cabe mencionar, que las probetas que se metieron al horno 2, 4, 6 y 8 horas presentaron los mismos resultados, es decir, no importa el tiempo que las probetas estén en el horno; una vez que pierden el total de humedad, sus propiedades mecánicas son constantes.



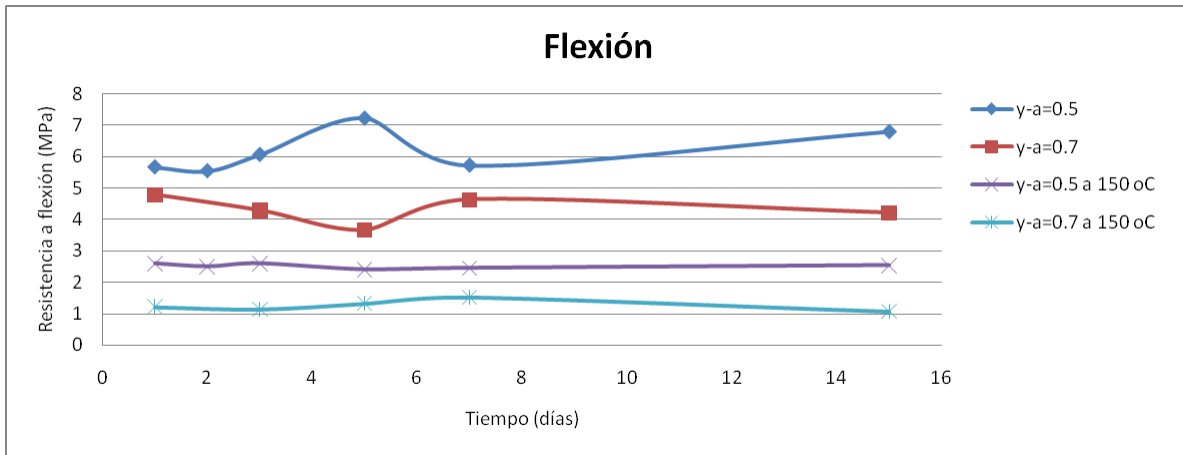


Figura 5.1. Resistencia a flexión vs tiempo del yeso hemihidratado.

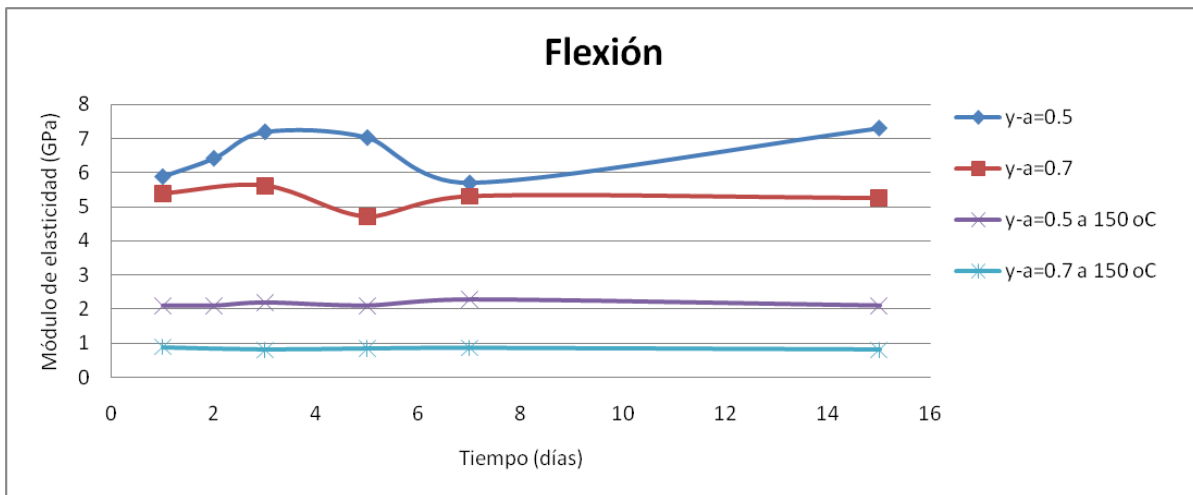


Figura 5.2. Módulo de elasticidad a flexión vs tiempo del yeso hemihidratado.

### 5.1.2 Compresión

En el caso de los ensayos a compresión, los resultados de resistencia a la compresión y módulo elástico se muestran en las Figuras 5.3 y 5.4, respectivamente. En el caso del yeso fraguado a temperatura ambiente los resultados a compresión difieren a los de flexión debido a que las probetas eran demasiado grandes y retenían más tiempo la humedad; las probetas a compresión después de un día tenían una humedad de hasta el 20 %, mientras que las probetas a flexión sólo tenían alrededor de un 2 %. Este efecto se refleja en el comportamiento ascendente de la resistencia y modulo elástico a compresión durante los primeros siete días, posteriormente cuando ya está casi seca se mantienen constante sus valores, también se ve reflejado en que los primeros días su resistencia y módulo elástico sean muy bajos, incluso, en los tres primeros días,

la resistencia y módulo elástico de las muestras fraguadas a temperatura ambiente con una relación  $\gamma$ -a de 0.7, son menores que las que se metieron al horno. Para las muestras que se metieron al horno, su comportamiento es parecido a los resultados obtenidos a flexión, sus propiedades mecánicas son constantes e independientes al paso del tiempo, esto debido a la ausencia de humedad en las muestras.

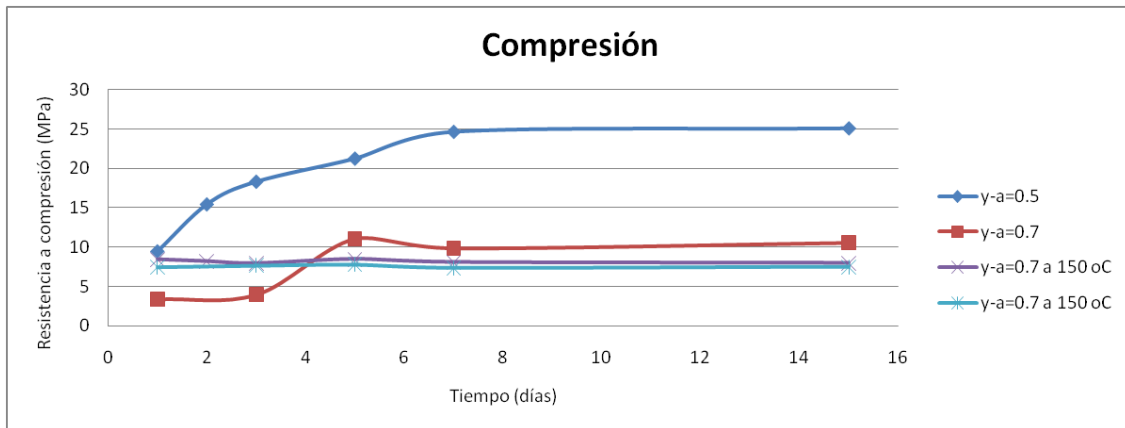


Figura 5.3. Resistencia a compresión vs tiempo del yeso hemihidratado.

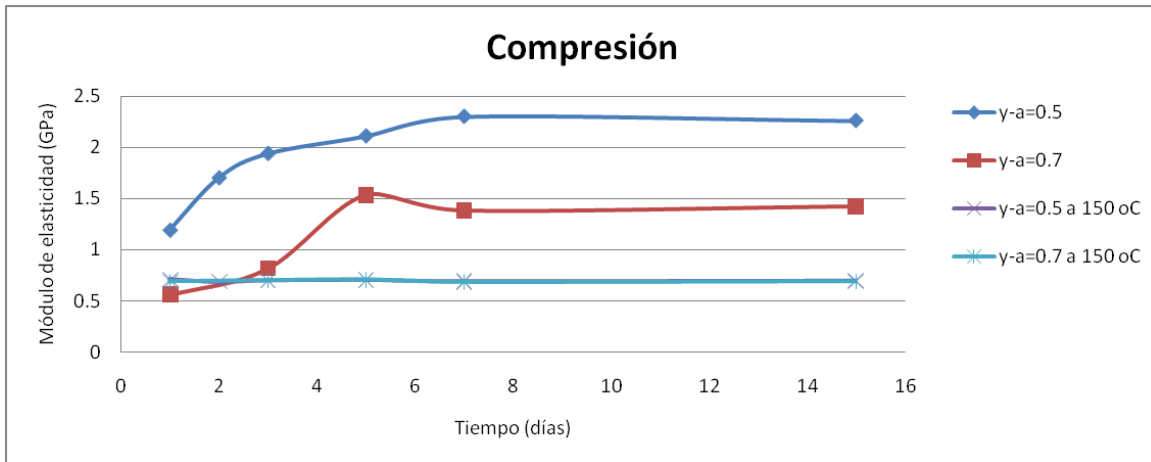


Figura 5.4. Módulo de elasticidad a compresión vs tiempo del yeso hemihidratado.

### 5.1.3 Tensión

También se hicieron ensayos a tensión, pero los resultados obtenidos no se consideraron útiles debido a que las probetas tenían una sección transversal de 2.5 mm (de acuerdo a la norma ASTM C 1273-05), y cualquier poro ubicado en esta sección debilitaba la probeta ocasionando que fallara a valores no representativos.

### 5.1.4 Discusión

P. Padevet analiza la evolución de las propiedades mecánicas del yeso con el paso del tiempo [53]. Para llevar a cabo este análisis hace lo siguiente: las muestras de yeso se prepararon con una relación  $y-a = 0.71$ , las cuales fueron fraguadas y probadas en un cuarto con una temperatura promedio de  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  y una humedad relativa del  $50\%$ . De estas muestras se obtuvo el esfuerzo a flexión, compresión y el módulo de elasticidad. El ensayo a flexión se realizó en una configuración de tres puntos (ver sección 3.2.2.3) con probetas de  $40 \times 40 \times 160\text{ mm}$ , los ensayos a compresión se realizaron con probetas de  $40 \times 50\text{ mm}$ .

En la Figura 5.5 se comparan los resultados de resistencia a compresión y flexión obtenidos en este trabajo y los reportados por P. Padevet. Los resultados que se presentan en esta figura son los que se obtuvieron con una relación  $y-a = 0.7$  y fraguados a temperatura ambiente, esto debido a su semejanza en composición. A pesar de que los resultados no son similares, debido a los factores que influyen al momento de elaborar la pasta del yeso (ver sección 2.2.2) y al ambiente (humedad y temperatura) en el que se realizaron las pruebas, los valores obtenidos en este trabajo no se disparan ni son incoherentes. Se puede observar en la Figura 5.5 que los valores obtenidos en el último día, tanto a flexión como a compresión son casi iguales, esto debido a la pérdida casi total de humedad, en cambio, los valores obtenidos en los primeros días difieren por el exceso de humedad que poseen y el ambiente en el que se están probando.

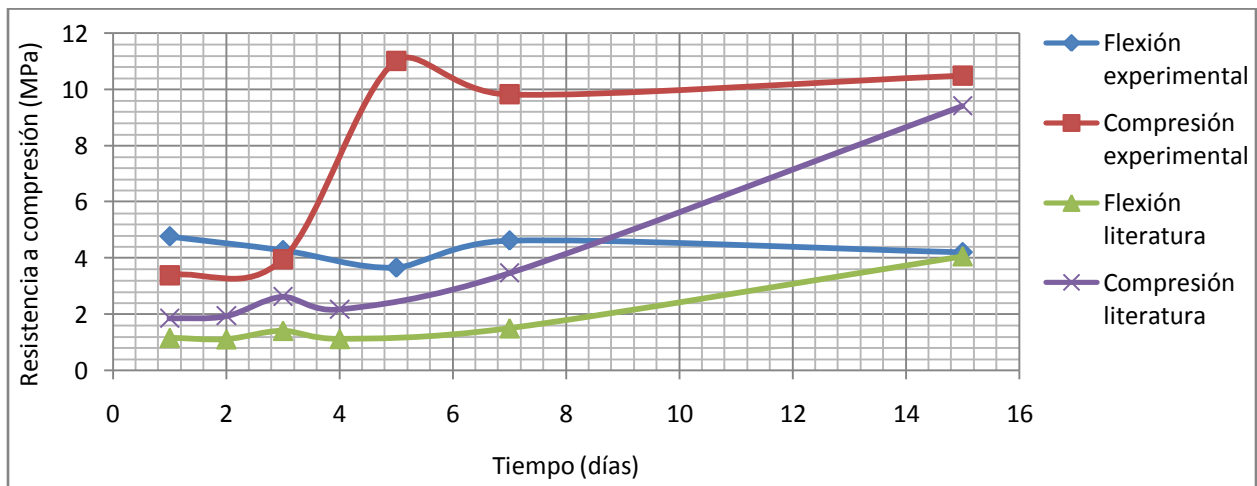


Figura 5.5. Resistencia a compresión vs tiempo.

La Figura 5.6 muestra los resultados del módulo de elasticidad obtenidos en este trabajo y los reportados en la literatura. En este caso, P. Padevet solo reporta un módulo de elasticidad, no indica si se obtuvo del ensayo a compresión o a flexión. El módulo elástico a compresión y el reportado, son parecidos en los primeros días, después del octavo día, el módulo elástico obtenido a compresión se mantiene constante, al igual que el módulo elástico a flexión. En cambio, el reportado en literatura sigue, en ascenso.

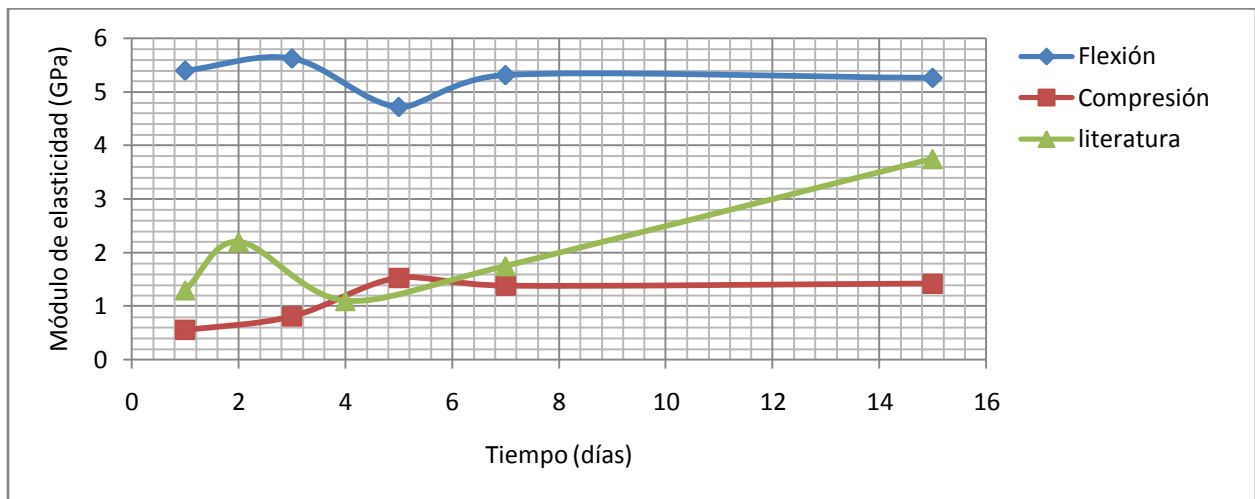


Figura 5.6. Resistencia a compresión vs tiempo.

### 5.1.5 Conclusiones

De manera general se puede decir que las propiedades mecánicas del yeso hemihidratado, en particular la resistencia y módulo de Young a la flexión y compresión, dependen de la relación agua-polvo, de las condiciones de fraguado y del tiempo de post-fraguado. Una característica fundamental que presenta el yeso es la dependencia de las propiedades mecánicas a la relación yeso-agua, esto es, conforme aumenta el contenido de agua en la mezcla, las propiedades mecánicas disminuyen. En el caso del fraguado, cuando las probetas de yeso se llevan a 150 °C y se evapora todo el exceso de agua, sus propiedades mecánicas disminuyen más del 50 %, en esta condición el material tiene unas propiedades mecánicas constantes que son independientes al tiempo. Cabe mencionar que los ensayos se realizaron en un laboratorio sin control de humedad y temperatura.

## 5.2 Hidroxiapatita

### 5.2.1 Experimental

Como se mencionó en la sección 3.2.5 del capítulo 3, solo se realizaron ensayos a compresión de la hidroxiapatita. Los cubos de hidroxiapatita porosa utilizados en las pruebas de compresión tienen dimensiones de aproximadamente 15 x 15 x 15 mm. El módulo de Young obtenido de las pruebas experimentales (ver sección 3.2.5.2) se muestra en la Tablas 5.1, para HA curada a 400°C y 1150°C. La resistencia a la compresión se muestra en las Tablas 5.2.

Temperatura de curado		400 °C	1150 °C
Andamio	Porosidad (%)	Módulo de elasticidad aparente experimental (MPa)	Módulo de elasticidad aparente experimental (MPa)
1	52	44.62	55.44
2	60	37.70	44.79
3	66	32.56	37.30
4	70	28.38	31.17

Tabla 5.1. Módulo de elasticidad de la hidroxiapatita.

Temperatura de curado		400 °C	1150 °C
Andamio	Porosidad (%)	Resistencia a compresión aparente experimental (MPa)	Resistencia a compresión aparente experimental (MPa)
1	52	3.26	5.43
2	60	2.65	4.35
3	66	2.18	3.48
4	70	1.84	2.89

Tabla 5.2. Resistencia a la compresión de la hidroxiapatita.

De estos resultados se puede concluir, que las propiedades mecánicas de los andamios de hidroxiapatita, disminuyen conforme aumenta el porcentaje de porosidad, también se puede ver, que la resistencia a compresión y el módulo de elasticidad aumentan cuando el andamio es sinterizado a 1150 °C.

### 5.2.2 Simulación

Por otro lado, en COMSOL® y ANSYS® se analizaron una gran variedad de andamios con diferentes tamaños, arreglos y formas de poros para tratar de reproducir los resultados

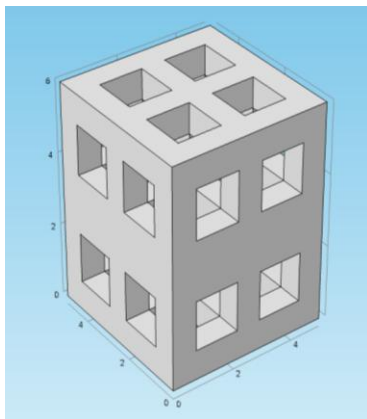
experimentales. Se analizaron los andamios mostrados en la sección 4.2 del capítulo 4 pero ahora utilizando los resultados obtenidos de los ensayos a compresión de la HA. El procedimiento para dicho análisis fue el siguiente:

1. Modelado CAD de andamios de HA con el valor de porosidad obtenida de manera experimental.
2. Proponer módulos de elasticidad para el material sólido.
3. Realizar la simulación por MEF del andamio de HA a compresión.
4. Evaluar el módulo de elasticidad aparente obtenido de la simulación MEF y compararlo con el de la prueba experimental.

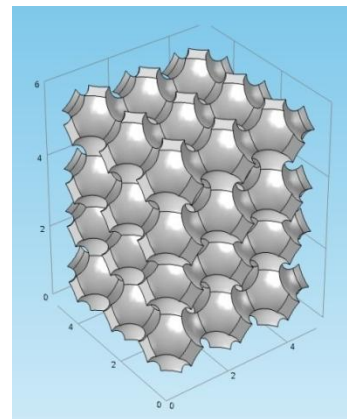
De este análisis se obtiene que las estructuras porosas que se acercan más a los resultados experimentales son las mostradas en la Figura 5.7, las cuales tienen las características mostradas en la Tabla 5.3.

Andamios	Volumen aparente ( $\mu\text{m}^3$ )	Tamaño de poro ( $\mu\text{m}$ )	Forma del poro	Tipo de arreglo
a	150	Diverso	Cuadrado	Regular
b	150	Diverso	Esférico	Regular

Tabla 5.3. Características de los andamios a y b.



(a)



(b)

Figura 5.7. Andamios HA para la simulación: a) validación del módulo de elasticidad y b) validación de la resistencia a la compresión.

Con los andamios seleccionados se simuló el desempeño estructural para valores de porosidad de 0 a 100%, esto con el propósito de ampliar el rango de porosidades con respecto a la experimentación. El módulo de elasticidad sólido fue de 201 MPa y 11.96 GPa para los andamios a y b, respectivamente, y el coeficiente de Poisson utilizado fue 0.25. El módulo de elasticidad obtenido en los análisis numéricos se muestra en las Tablas 5.4 y 5.5, para la HA curada a 400 °C y 1150 °C respectivamente. La resistencia a compresión se muestra en las Tablas 5.6 y 5.7. Para obtener el módulo de elasticidad y la resistencia a compresión por simulación, se llevaron a cabo los siguientes: Primero se creó un andamio con una porosidad del 52%, después se proponía un módulo de elasticidad para el material sólido, se aplicaban las cargas, el desplazamiento y se obtenía la solución, posteriormente se verificaba que el resultado obtenido por simulación fuera igual al experimental, una vez igualando dichos resultado, se volvía a correr el programa pero con una porosidad de 60%, 66% y 70%, obteniendo así los resultados para las otras porosidades. Después se hacía lo mismo pero ahora igualando los resultados a los de 60% de porosidad y así sucesivamente para las porosidades de 66% y 70%. De todos estos resultados, se escogía la solución que presentaba menos error entre los resultados experimentales y los numéricos, en base a esto se obtenía numéricamente el módulo de elasticidad y la resistencia a compresión de otras porosidades que no se analizaron de manera experimental.

Andamios	Porosidad (%)	Módulo de elasticidad aparente (experimental) MPa	Módulo de elasticidad aparente (simulación) MPa	Error (%)
1	52	44.62	52.0	16.53
2	60	37.70	39.4	4.50
3	66	32.56	30.8	5.40
4	70	28.38	26.0	8.38

Tabla 5.4. Módulo de elasticidad de la hidroxiapatita a 400 °C.

Andamios	Porosidad (%)	Módulo de elasticidad aparente (experimental) MPa	Módulo de elasticidad aparente (simulación) MPa	Error (%)
1	52	55.44	60.24	8.65
2	60	44.79	45.60	1.80
3	66	37.30	35.58	4.61
4	70	31.17	30.15	3.27

Tabla 5.5. Módulo de elasticidad de la hidroxiapatita a 1150 °C.

Andamios	Porosidad (%)	Resistencia a compresión aparente experimental (MPa)	Resistencia a compresión aparente simulación (MPa)	Error (%)
1	52	3.26	3.67	12.57
2	60	2.65	2.65	0
3	66	2.18	2.06	5.50
4	70	1.84	1.73	5.97

Tabla 5.6. Resistencia a la compresión de la hidroxiapatita a 400 °C.

Andamios	Porosidad (%)	Resistencia a compresión aparente experimental (MPa)	Resistencia a compresión aparente simulación (MPa)	Error (%)
1	52	5.43	5.94	9.39
2	60	4.35	4.28	1.60
3	66	3.48	3.33	4.31
4	70	2.89	2.81	2.76

Tabla 5.7. Resistencia a la compresión de la hidroxiapatita a 1150 °C.

De estos resultados se observa que el porcentaje de error existente entre los resultados experimentales y los obtenidos por simulación, son un poco altos, debido a que los andamios simulados son estructuras con un arreglo ordenado, así como el tamaño y forma del poro, en cambio los analizados experimentalmente son totalmente irregulares.

### 5.2.3 Teórica

Los estudios de Gibson y Ashby [60] mostraron que existe una relación entre las densidades de los materiales porosos y sus módulos de elasticidad, dicha relación está regida por la siguiente ecuación:

$$\frac{E}{E_s} = C \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right)^n \quad (5.1)$$

donde:

$E$  es el módulo de elasticidad aparente (experimental).

$E_s$  es el módulo de elasticidad de sólido.

$\rho$  es la densidad aparente.

$\rho_s$  es la densidad real.

$C$  y  $n$  son constantes que dependen de la microestructura del material.



De acuerdo a los resultados experimentales de Gibson y Ashby [60],  $C \approx 1$  y  $n \approx 2$  para espumas de poros abiertos.

Con base en la ecuación (5.1) se propusieron diferentes valores de  $n$  para lograr reproducir los resultados experimentales de los andamios de HA. Las Tablas 5.8 y 5.9 muestra los valores experimentales y teóricos de módulo de Young para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ . Primeramente se calculó el valor de  $E_s$  con los valores de densidad y  $E$  que se obtuvieron, así como con un valor de  $n$  sugerido. Una vez que el valor de  $E_s$  era similar al obtenido por la simulación (esto debido a que no se tiene  $E_s$  experimental), se decía que el valor de  $n$  era el correcto. Por último, se calculaba el  $E$  teórico para dicho valor de  $n$  y se comparaba con el  $E$  experimental. De cada valor asignado a  $n$ , se calculó el error que existía entre el  $E$  experimental y el  $E$  teórico, posteriormente se sumaba dicho error (error acumulado) y se comparaba con otro valor de  $n$ .

Se observa en la Tabla 5.8, para 400°C, que el valor de  $n=1.78$  presenta un error acumulado de 50.65 %, siendo este error el menor que se pudo obtener, por lo tanto este valor de  $n$  fue el utilizado para reproducir el  $E$  teórico.

Andamio	Porosidad %	E (experimental)	E $n=2$	Error %	E $n=1.78$	Error %	E $n=1.6$	Error %
1	52.5	44.62	45.3	1.52	53.5	19.90	60.6	35.81
2	60	37.7	32.1	14.85	39.4	4.50	46.1	22.28
3	66	32.56	23.2	28.74	29.5	9.39	35.5	9.02
4	70	28.38	18.1	36.22	23.6	16.84	29.1	2.53
		Error acumulado		81.34		50.65		69.66

Tabla 5.8. Valores experimentales a 400 °C y teóricos de módulo de Young (MPa) para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ .

Por otro lado se observa en la Tabla 5.9, para 400°C, que el valor de  $n=1.81$  presenta un error acumulado de 36.88 %, siendo este valor de  $n$  el utilizado para reproducir el  $E$  teórico. A pesar de que el valor de  $n=1.7$  presenta el menor error acumulado con un valor de 31.68 %, se decidió no utilizarlo debido a que el  $E$  teórico se va alejando de los resultados obtenidos de la simulación conforme disminuye la porosidad.

Andamios	Porosidad	E (experimental)	E n=2	Error %	E n=1.81	Error %	E n=1.7	Error %
1	52.5	55.44	52.3	5.66	60.5	9.12	65.8	18.68
2	60	44.79	37.1	17.16	44.4	0.87	49.1	9.62
3	66	37.3	26.8	28.15	33.1	11.26	37.4	0.26
4	70	31.17	20.8	33.26	26.3	15.62	30.2	3.11
Error acumulado				84.25		36.88		31.68

Tabla 5.9. Valores experimentales a 1150 °C y teóricos de módulo de Young para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ .

Las Figuras 5.8 y 5.9 muestran de manera gráfica los resultados arriba mencionados.

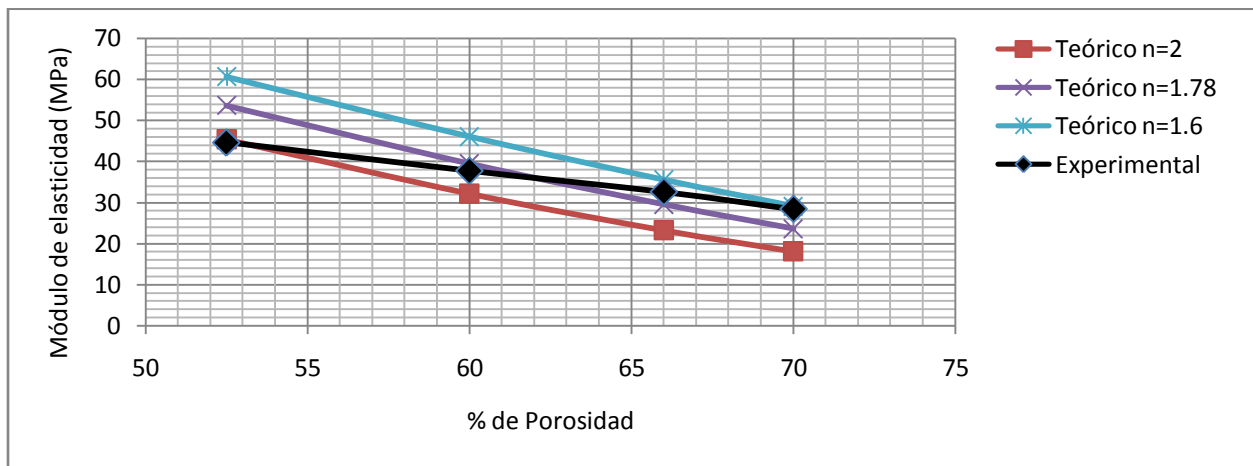


Figura 5.8. Valores experimentales a 400 °C y teóricos de módulo de Young para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ .

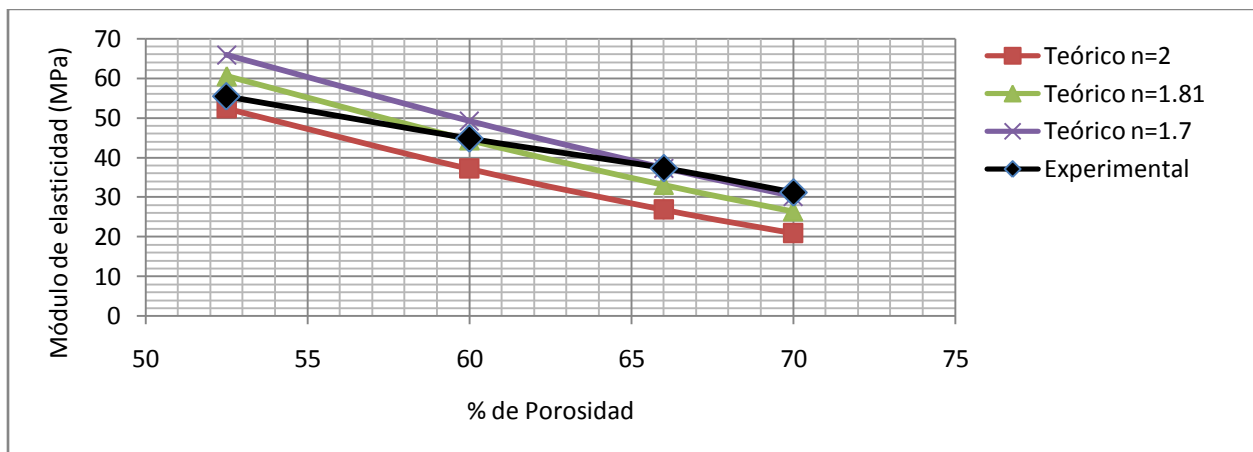


Figura 5.9. Valores experimentales a 1150 °C y teóricos de módulo de Young para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ .

De los estudios realizados por Gibson y Ashby [56] se adaptó la ecuación (5.1) para evaluar el esfuerzo a compresión teórico (Ecuación 5.2)

$$\frac{\sigma}{\sigma_s} = C \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right)^n \quad (5.2)$$

donde:

$\sigma$  es la resistencia a la compresión aparente (experimental).

$\sigma_s$  es la resistencia a la compresión del sólido.

$\rho$  es la densidad aparente.

$\rho_s$  es la densidad real.

$C$  y  $n$  son constantes que dependen de la microestructura del material.

Con base en la ecuación (5.2) se propusieron diferentes valores de  $n$  para lograr reproducir los resultados experimentales de la HA. Las Tablas 5.10 y 5.11 muestra los valores experimentales y teóricos de la resistencia a la compresión para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ . El procedimiento para obtener los valores de  $n$  es igual al realizado para el módulo de elasticidad.

Se observa en la Tabla 5.10 y 5.11 que los valor de  $n=1.53$  y  $n=1.6$  presentan un error acumulado de 18.5 % y 15.17 % respectivamente, siendo este error el menor que se pudo obtener. Por lo tanto estos valores de  $n$  fueron los utilizados para reproducir la resistencia a la compresión teórica a 400 °C y a 1150 °C. Las Figuras 5.10 y 5.11 muestran de manera gráfica estos resultados.

Andamio	Porosidad	$\sigma$ (experimental)	$\sigma$ n=1.67	Error %	$\sigma$ n=1.53	Error %	$\sigma$ n=1.49	Error %
1	52.5	3.26	3.2	1.84	3.52	7.97	3.62	11.04
2	60	2.65	2.4	9.43	2.7	1.88	2.8	5.66
3	66	2.18	1.83	16.05	2.11	3.21	2.2	0.91
4	70	1.84	1.48	19.56	1.74	5.43	1.82	1.08
Error acumulado				46.89		18.50		18.70

Tabla 5.10. Valores experimentales a 400 °C y teóricos de la resistencia a compresión para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ .

Andamio	Porosidad	$\sigma$ (experimental)	$\sigma$ n=1.68	Error %	$\sigma$ n=1.6	Error %	$\sigma$ n=1.5	Error %
1	52.5	5.43	5.32	2.02	5.71	5.15	6.08	11.97
2	60	4.35	3.99	8.27	4.33	0.45	4.7	8.04
3	66	3.48	3.03	12.93	3.34	4.02	3.68	5.74
4	70	2.89	2.46	14.87	2.73	5.53	3.05	5.53
				38.11		15.17		31.29

Tabla 5.11. Valores experimentales a 1150 °C y teóricos de la resistencia a compresión para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ .

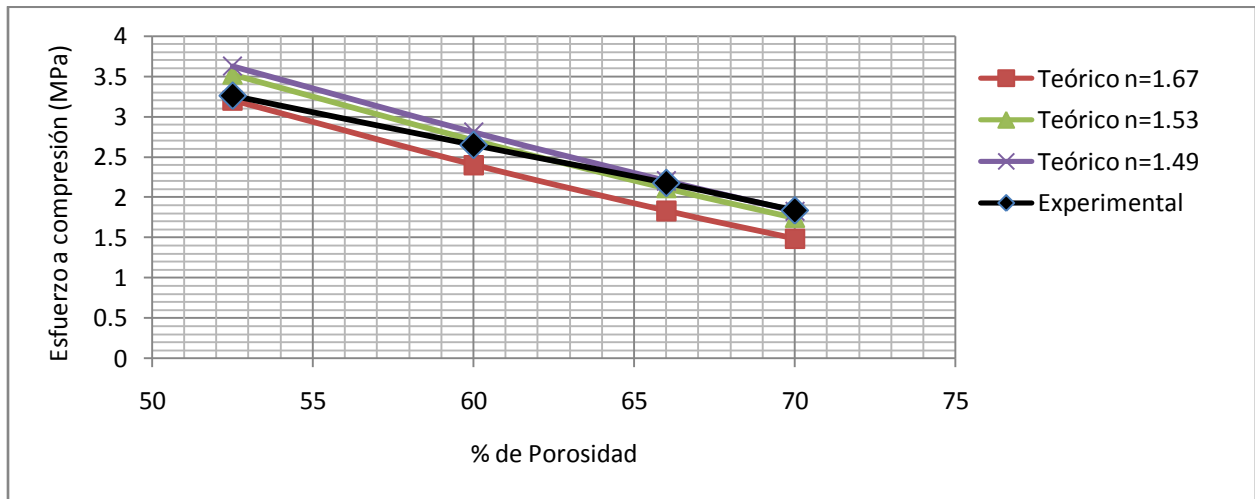


Figura 5.10. Valores experimentales a 400 °C y teóricos de la resistencia a compresión para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ .

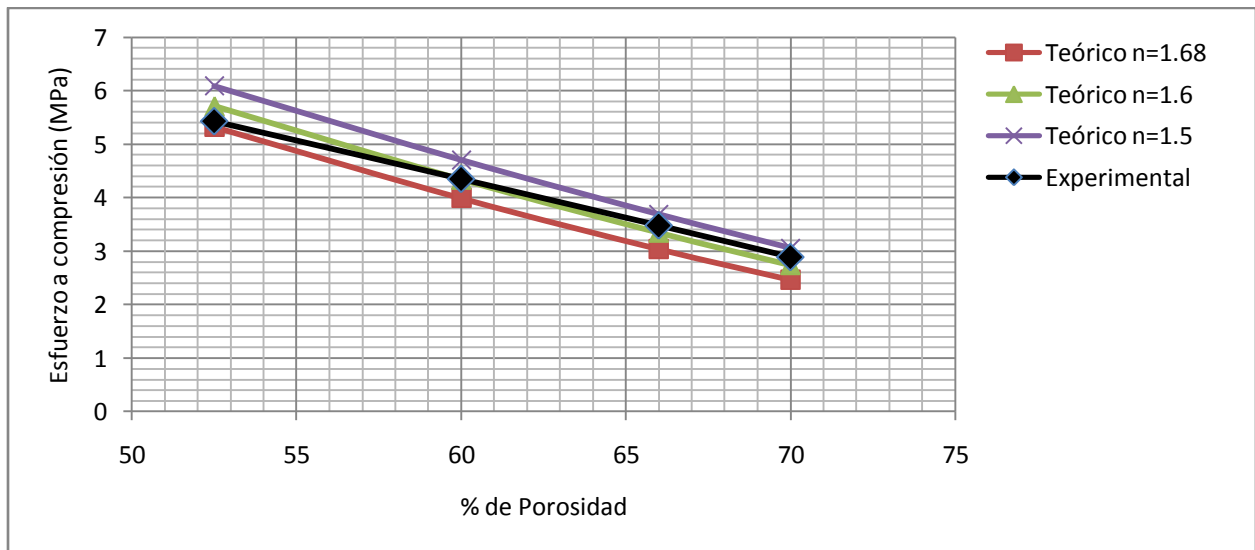


Figura 5.11. Valores experimentales a 1150 °C y teóricos de la resistencia a compresión para  $C = 1$  y diferentes valores de  $n$ .

### 5.2.4 Discusión

Los resultados experimentales, numéricos (simulación) y teóricos se muestran en las Figuras 5.12 a 5.13 para el caso del módulo de elasticidad. En estas figuras se observa que el efecto del sinterizado a 1150°C en los andamios de HA incrementa sus propiedades mecánicas con respecto a 400°C. Por otro lado, se observa un decremento en el módulo elástico conforme el porcentaje de porosidad aumenta. Debido a que experimentalmente sólo se realizaron análisis en un rango de porosidad de 52 % a 70 % y sólo se podía obtener de éstos los módulos elásticos aparentes, los estudios numéricos y teóricos ayudaron a predecir el módulo elástico del andamio sólido. Una vez obtenido el módulo de elasticidad del sólido se pudo analizar el andamio para diferentes rangos de porosidad.

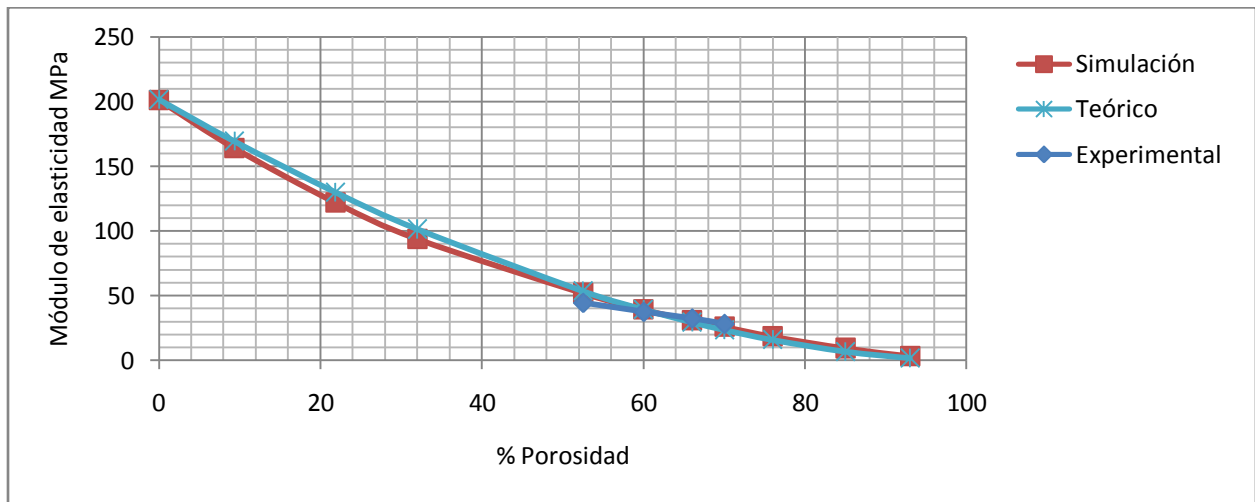


Figura 5.12. Módulo de elasticidad vs porosidad a 400 °C.

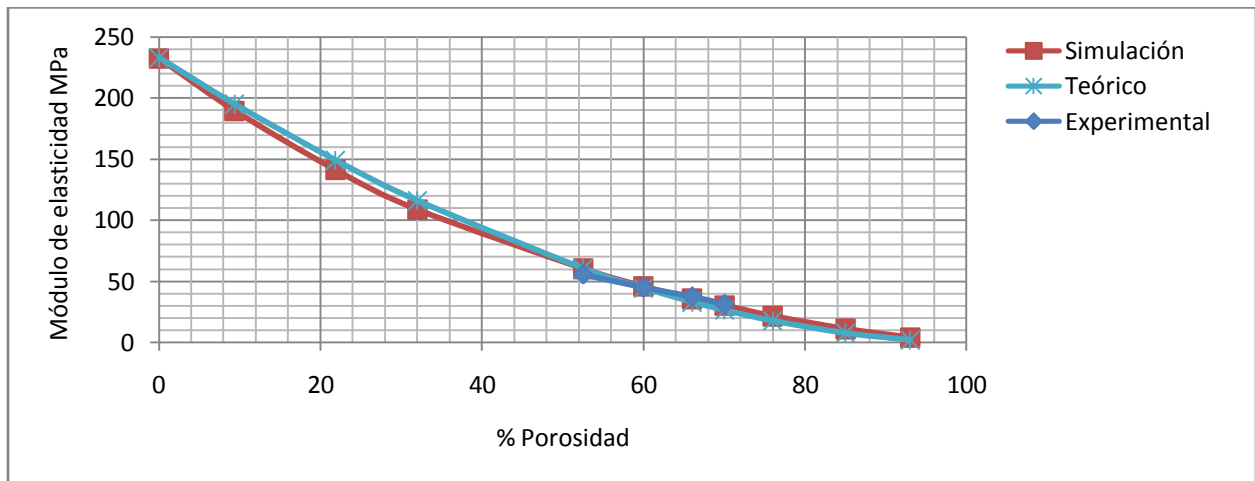


Figura. 5.13. Módulo de elasticidad vs porosidad a 1150 °C.

Los resultados experimentales, numéricos (simulación) y teóricos se muestran en la Figura 5.14 para el caso de la resistencia a compresión. En estas figuras se muestra que el efecto de la porosidad y la temperatura son muy similares a los obtenidos para el módulo de elasticidad, es decir, el sinterizado produce un aumento en la resistencia a la compresión de los andamios de HA, mientras el aumento de porosidad reduce la resistencia a compresión. De igual manera el análisis numérico sirvió para validar los resultados experimentales, al igual que para obtener la resistencia a la compresión de un andamio sólido y del rango completo de porosidad.

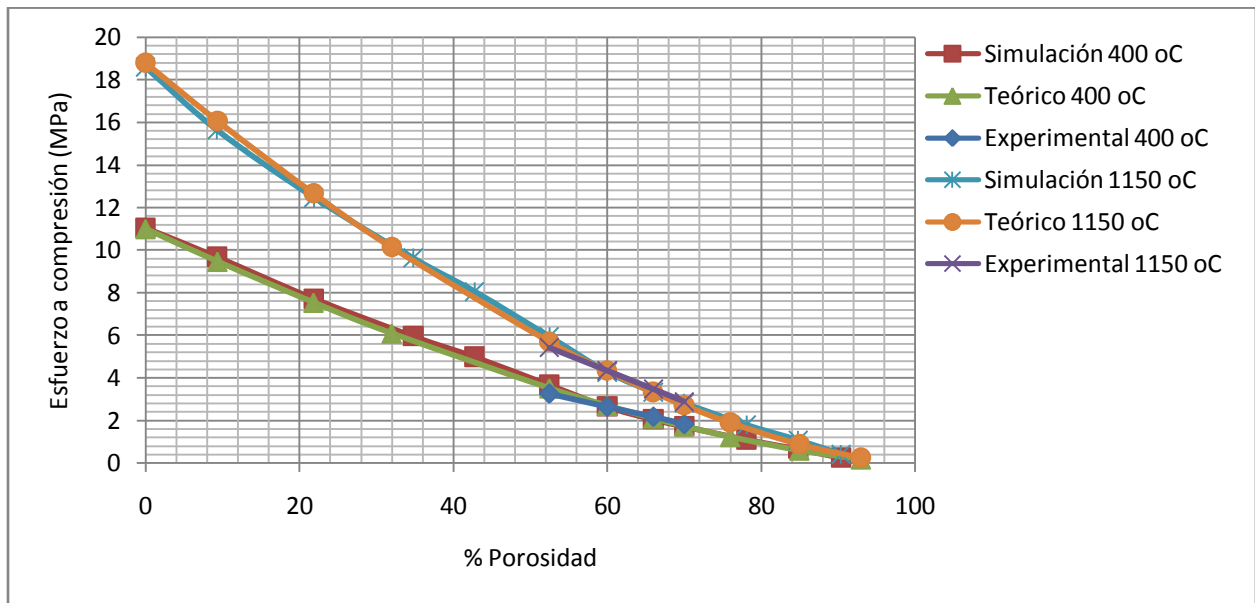


Figura 5.14. Resistencia a la compresión vs porosidad a 400 °C y 1150 °C.

### 5.2.5 Conclusiones

De acuerdo a los resultados obtenidos, se concluye que los andamios de HA curados a 1150 °C presentan un incremento en sus propiedades mecánicas con respecto a los curados a 400 °C. Se observó que el módulo de elasticidad y la resistencia a la compresión para los andamios curados a 400 °C y 1150 °C disminuyen conforme aumenta el porcentaje de porosidad. Se obtuvo numéricamente el módulo de elasticidad sólido de 201 MPa y 232.5 MPa y la resistencia a compresión sólida de 11 MPa y 18.6 MPa para 400 °C y 1150 °C respectivamente.

Teóricamente se encontraron los valores de  $n$  que reproducen mejor el comportamiento mecánico de los andamios de HA, los valores de  $n$  encontrados para el módulo de elasticidad

son de 1.78 y 1.81 para los andamios curados a 400 °C y 1150 °C respectivamente, para la resistencia a la compresión los valores de  $n$  son de 1.53 y 1.6.

También se observó que la porosidad influye negativamente en la rigidez y resistencia del andamio, conforme aumenta la porosidad disminuyen considerablemente las propiedades mecánicas de la estructura.

Las gráficas mostradas (Figura 5.12 a 5.14) son un parámetro más en la toma de decisión a la hora de escoger el andamio ideal para cada paciente. Lo anterior debido a que con base a la resistencia a la compresión del hueso dañado, se pudiera seleccionar el porcentaje de porosidad en el andamio para que cumpla dicho requerimiento.

Finalmente es importante mencionar que las propiedades mecánicas del andamio dependen de muchos factores, tales como la porosidad, el tamaño de poro, la forma del poro, el arreglo de los poros y la orientación del andamio. Algunas configuraciones son más resistentes que otras. Las estructuras que presentan mayor resistencia mecánica son las que tienen un área transversal más grande y columnas rectas. Algunas otras estructuras presentan un comportamiento anisotrópico, el cual es importante conocer para determinar la orientación del andamio al momento de la inserción del implante en el cuerpo.

# Conclusiones

Con el desarrollo del presente trabajo de tesis se logró estudiar, analizar y entender las propiedades mecánicas de diversos andamios de hidroxiapatita ampliamente utilizados en la regeneración de hueso en la Ingeniería Tisular. De esta manera se logró entender el comportamiento mecánico de la hidroxiapatita bajo diversas condiciones como lo es el grado de porosidad, la temperatura de sinterizado, y el arreglo de los poros. También se logró desarrollar un modelo de simulación por MEF el cual permite predecir, con aceptable precisión, el comportamiento mecánico de los andamios de HA para diversos valores de porosidad. De igual manera se obtuvieron los valores de  $C$  y  $n$  que permiten predecir dicho comportamiento con base a la ecuación propuesta por Gibson y Ashby [60].

A continuación se detallan algunas de las principales conclusiones de este trabajo:

## **Fabricación de andamios de HA**

Fue posible fabricar andamios porosos de HA mediante el método de polímero soluble en agua, usando el PVA como polímero. La pasta de HA se produce de acuerdo al siguiente procedimiento: en 100 ml de solución salina a 60 °C se disuelven 5 g de Poli vinil alcohol (PVA) el cual sirve como un aglutinante, posteriormente se agregan 40 g de hidroxiapatita y se mezcla hasta obtener una pasta homogénea. Los andamios con ausencia de PVA presentaron una porosidad del 52 %, sin embargo, la inclusión del PVA en los andamios incrementa la porosidad. Los andamios que se fabricaron con 2, 3 y 5 g de PVA, presentaron porosidades del 60, 66 y 70 %.

## **Difracción de rayos X**

El tratamiento térmico (sinterizado a 400 °C o 1150°C) que se hizo en los andamios, ayudó a evaporar el PVA y crear la porosidad. La inclusión del PVA y los tratamientos térmicos no alteraron los patrones de difracción de rayos X en los andamios de HA, por lo que se puede decir que la HA no se ve afectada por este tratamiento.



## **Microestructura de los andamios de HA**

Los resultados de las visualizaciones en el microscopio estereoscópico y el microscopio SEM permitieron ver que los andamios de HA tienen multiporosidad (macro y micro porosidades), con poros que van desde menos de 50  $\mu\text{m}$  hasta casi 1000  $\mu\text{m}$ , con un arreglo aleatorio y con diferentes porcentajes de porosidad. También se pudo ver la interconectividad entre la estructura porosa, así como la forma amorfa de los poros.

## **Comportamiento mecánico de andamios de HA**

Se logró realizar ensayos a compresión de andamios de HA con diferentes porosidades. Los resultados de estos ensayos permitieron la validación de los modelos numéricos (MEF) y los modelos teóricos (ecuaciones) que permiten predecir el comportamiento mecánico de los andamios de HA.

En general se observó que la resistencia a la compresión y el módulo elástico dependen de la distribución, tamaño y forma de poros, así como del porcentaje de porosidad y temperatura de sinterizado. La porosidad influye negativamente en la rigidez y resistencia del andamio, conforme aumenta la porosidad disminuyen considerablemente las propiedades mecánicas de la estructura. Los resultados obtenidos muestran que los andamios de HA curados a 1150 °C presentan un incremento en sus propiedades mecánicas con respecto a los curados a 400 °C. También se observó que el módulo de elasticidad y la resistencia a la compresión para los andamios curados a 400 °C y 1150 °C disminuyen conforme aumenta el porcentaje de porosidad. Se obtuvo numéricamente el módulo de elasticidad sólido de 201 MPa y 232.5 MPa y la resistencia a compresión sólida de 11 MPa y 18.6 MPa para 400 °C y 1150 °C respectivamente.

Teóricamente se encontraron los valores de  $n$  que reproducen mejor el comportamiento mecánico de los andamios de HA de acuerdo a la ecuación de Gibson y Ashby [60]. Los valores de  $n$  encontrados para el módulo de elasticidad son de 1.78 y 1.81 para los andamios curados a 400 °C y 1150 °C respectivamente, y para la resistencia a la compresión los valores de  $n$  son de 1.53 y 1.6, respectivamente.

Finalmente se puede decir que las gráficas del comportamiento mecánico de los andamios de HA, permiten más en la toma de decisión a la hora de escoger el andamio ideal para cada paciente. Lo anterior debido a que con base a la resistencia a la compresión del hueso dañado, se pudiera seleccionar el porcentaje de porosidad en el andamio para que cumpla dicho

requerimiento. Las bajas propiedades mecánicas que presentan los andamios de hidroxiapatita, la hacen no apta para implantes en huesos largos que están sometidos a esfuerzos.

## **Contribuciones**

Las principales contribuciones del trabajo son:

- Se logró desarrollar una metodología para la fabricación de andamios de HA.
- Se logró obtener el porcentaje de porosidad en las estructuras de hidroxiapatita bajo tres técnicas diferentes, dichas técnicas arrojaron los mismo resultados.
- Se lograron obtener las propiedades mecánicas de andamios de hidroxiapatita para diferentes porosidades y con diferente tratamiento térmico.
- Se crearon modelos CAD de andamios los cuales permitieron validar por medio de elemento finito los resultados experimentales.
- Se realizó un estudio MEF del comportamiento mecánico de estructuras porosas, en el cual se varió el tipo, forma, tamaño y arreglo de poros.
- Se obtuvieron los valores teóricos de  $C$  y  $n$  para materiales porosos de hidroxiapatita.

## **Trabajo futuro**

- Realizar estudios de toxicidad en los andamios de hidroxiapatita que se fabricaron.
- Cultivar células madre (in vitro o in vivo) en andamios sometidos a 400 °C y 1150 °C, con el fin de analizar cuál andamio es más factible para el crecimiento celular.

- Es necesaria la búsqueda de materiales capaces de reforzar los andamios de hidroxiapatita, si se pretende utilizar en huesos largos.
- Hacer un estudio más profundo del comportamiento mecánicas de los materiales porosos, así como desarrollar modelos matemáticos que permitan predecir su comportamiento.
- Analizar en MEF las propiedades mecánicas de los andamios bajo condiciones reales de trabajo, es decir, incluyendo presión sanguínea, nutrientes, etc. Así como analizar su comportamiento mecánica en función del ritmo de biodegradabilidad del cerámico y el crecimiento de nuevo tejido óseo.

# Bibliografía

- [1] M. Vallet-Regí, D. Arcos. Biomimetic nanoceramics in clinical use. RSC Nanoscience & Nanotechnology. Cambridge. U.K. 2008.
- [2] Mastrogiacomo M, Muraglia A, Komlev V, Peyrin F, Rustichelli F, Crovace A, Cancedda R. Tissue engineering of bone: search for a better scaffold. *Orthod Craniofacial*, 8, 2005; p. 277-284.
- [3] Groeneveld EH, van den Bergh JP, Holzmann P, ten Bruggenkate CM, Tuinzing DB, Burger EH. Mineralization processes in demineralized bone matrix grafts in human maxillary sinus floor elevations. *J Biomed Mater Res*, 48(4), 1999; p. 393-402.
- [4] Kaplan FS, Hayes WC, Keaveny TM, Boskey A, Einhorn TA, Iannotti JP. Form and function of bone. *Orthopaedic basic science*, 1994; p. 128-84.
- [5] Cooper DM, Matyas JR, Katzenberg MA, Hallgrímsson B. Comparison of microcomputed tomographic and microradiographic measurements of cortical bone porosity. *Calcified Tissue International*, 74, 2004; p. 437-447.
- [6] Kuboki Y, Takita H, Kobayashi D, Tsuruga E, Inoue M, Murata M. BMP-induced osteogenesis on the surface of hydroxyapatite with geometrically feasible and non-feasible structures: topology of osteogenesis. *J Biomed Mater Res*, 39(2), 1998; p. 190-199.
- [7] Currey JD. Tensile yield in compact bone is determined by strain, post-yield behaviour by mineral content. *J Biomech*, 37(4), 2004; p. 549-56.
- [8] Urist M. Bone:formation by autoinduction. *Science*, 150(3698), 1965; p. 893-899.
- [9] Rincón M, Rodríguez A, Londoña M, Echevarría A. Fabricación y caracterización de una matriz tridimensional de hidroxiapatita macroporosa para aplicación en ingeniería de tejidos óseos. *Revista EIA*, 7, 2007; p. 87-95.
- [10] Rebeca I, Alfonso C, Agustín V. Los polímeros en medicina.  
<http://www.eis.uva.es/~macromol/curso05-06/medicina/principal.htm>
- [11] Ratner, Hoffman, Schoen and Lemons. *An introduction to Materials in Medicine*. Academic Press. Biomaterials Science. 1996.
- [12] Cameron, John R, y James G. Skofronick. *Medical Physics*. John Wiley & Son, EUA, 1978.
- [13] Langer R. and Vacanti J. P. Tissue engineering. *Science*, 260, 1993; p. 920.

- [14] Salgado AJ, Coutinho OP. and REIS R L. Bone tissue engineering: state of the art and future trends. *Macromol Biosci*, 4(8), 2004; p. 743-765.
- [15] Shieh SJ. and Vacanti JP. State-of-the-art tissue engineering: from tissue engineering to organ building. *Surgery*, 137(1), 2005; p. 1-7.
- [16] Mauney JR, Volloch V. and Kapland DL. Role of adult mesenchymal stem cells in bone tissue engineering applications: current status and future prospects. *Tissue Eng.* 11(5-6), 2005; p. 787-802.
- [17] Braddock M, Houston P, Campbell C. and Ashcroft P. Born again bone: tissue engineering for bone repair. *Physiology*, 16(5), 2001; p. 208-213.
- [18] Falke GF. y Atala A. Reconstrucción de tejidos y órganos utilizando ingeniería tisular. *Arch Argent Pediatr*, 98(2), 2000; p. 103-115.
- [19] Logeart-Avramoglou D, Anagnostou F, Bizios R. and Petite H. Engineering bone: challenges and obstacles. *J Cell Mol Med*, 9(1), 2005; p. 72-84.
- [20] Stella JA, D'Amore A, Wagner WR, Sacks MS. On the biomechanical function of scaffolds for engineering load-bearing soft tissue. *Acta Biomater*, 6(7), 2010; p. 2365-2381.
- [21] Seong JM, Kim BC, Park JH, Kwon IK, Mantalaris A, Hwang YS. Stem cells in bone tissue engineering. *Biomed Mater*, 5(6), 2010; p. 5-15.
- [22] Osborn F. and Weiss T. Hydroxiapatit-Keramik-ein Knochenähnlicher Biowerstoff, *Schweiz Monatsscr*, 88, 1978; p. 118.
- [23] Heimke G. Biomaterials Highlights. *Advanced Materials*, 3(6), 1991; p. 320-322.
- [24] Ducheyne P, Van Raemdonck W, Heughebaer JC, Heughebaer M. Structural Analysis of Hydroxiapatite on Titanium. *Biomaterials*, 7(2), 1986; p. 97-103.
- [25] Adachi T, Osako Y, Tanaka M, Hojo M, Hollister SJ. Framework for optimal design of porous scaffold microstructure by computational simulation of bone regeneration. *Biomaterials*, 27(21), 2006; p. 3964-3972.
- [26] Karageorgiou V, Kaplan D. Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis. *Biomaterials*, 26(27), 2005; p. 5474-5491.
- [27] Williams DF. The biocompatibility and clinical uses of calcium phosphate ceramics in biocompatibility of tissue analogs. *Medicine*, 2, 1990; p. 112.
- [28] Akao M, Aoki H, Kato K. Mechanical Properties of sintered hydroxiapatite for prosthetic application. *J Mater Sci*, 16(3), 1981; p. 809-812.

- [29] Ricci J, Alexander H, Parsons J, Salsburry R, Bajpai P. Partially Resorbable Hydroxiapatite-Based Cement for Repair of Bone Defects. *Biomedical Engineering*, 2, 1986; p. 469-474.
- [30] Jarcho M, Jasty V, Gumaer K, Kay J, Doremus R. Electron microscopy study of a Bone-hydroxiapatite Implant Interface. *Transactions Society for Biomaterials*, 1978; p. 112-113.
- [31] Drobeck H, Rothstein S, Gumaer K, Sherer A, Slighter R. Hystologyc observation of soft tissue responses to implanted maultifaced particles and discs of hydroxiapatite. *J Oral Maxi*, 42, 1984; p. 143-149.
- [32] Sella C, Martin J, Lecoeur J, LeChanu A, Hamand M, Naji A, Davidas J. Biocompatibility and corrosión resistance in biological media of hard ceramic coatings sputter deposited on matel implants. *Materials science and engineering*, 39, 1991; p. 49-57.
- [33] Méndez-González M, Cauich JV. Preparation of porous hydroxiapatite tablets and porous hydroxiapatite coatings for orthopaedic use. *Bioceramics*, 13, 2001; p. 192-195.
- [34] Kamimkua K, Yoko T, Tanaka K, Fujiyima J. Growth of fibrous Hydroxyapatite in the gel system. *J Mater Sci*, 24(3), 1989; p. 827-832.
- [35] Socarras E. Evaluación clínica de hidroxapatita porosa obtenida a partir de corales marinos. Tesis de Dr. en ciencias médicas, Cuba 1991.
- [36] Uchida E, Kurisaki K. The use of bioactive ceramics for bone tumor surgery. *Handbook of bioactive ceramics*, 2, 1990; p. 341-344.
- [37] Cordbrige D. Phosphorous: an outline of tits chemistry, biochemistry and technology in studies in inorganic chemistry. 10, 1990; p. 215.
- [38] Williams DF. Biocompatibility of orthopedic implants. 1, 1986; p. 56.
- [39] Rey C. Calcium phosphate biomaterials and bone mineral differences in composition, structures and properties. *Biomaterials*, 11, 1990; p. 13-5.
- [40] Williams DF. The biocompatibility and clinical uses of calcium phosphate ceramics in biocompatibility of tissue annalogs. *Medicine*, 2, 1990; p. 112.
- [41] Bohr H, Ravn HO, Werner H. The osteogenic effect of bone transplants in rabbits. *J Bone Jt*, 50(4), 1968; p. 866-873.
- [42] LeGeros R, LeGeros J, Daculsi G, Kijkowska R. Calcium phosphate biomaterials: preparation, properties and biodegradation. *Encyclopedic handbook of biomaterials and bioengineering*, 2, 1995; p. 1430-1440.

- [43] Holmes RE, Buchoz RW, Money V. Porous Hydroxyapatite as a bone-graft substitute in metaphyseal defects. *J Bone Jt*, 68(6), 1986; p. 904-911.
- [44] Royer A, Viguie JC, Heughebaert M, Heughebaert JC. Stoichiometry of hydroxiapatite: influence on the flexural strength. *J Mater Sci Materials in Medicine*, 4(1), 1993; p. 76-82.
- [45] De Groot K, Klein CP, Walke JG, De Bleick-Hogervorst JM. Handbook of bioactive ceramics. 2, 1990; p. 324-325.
- [46] Sopyan I, Mel M, Ramesh S, Khalid KA. Porous hydroxyapatite for artificial bone. *Science and Technology of Advanced Materials*, 8(1-2), 2007; p. 116-123.
- [47] Ramay HR, Zhang M. Hydroxyapatite synthesis by sol-gel route. *Biomaterials*, 24, 2003; p. 3293.
- [48] Potoczek M. Hydroxyapatite foams produced by gelcasting using agarose. *Materials Letters*, 62(6-7), 2008; p. 1055-1057.
- [49] Kwon SH, Jun YK, Hong SH, Lee IS, Kim HE. Calcium phosphate bioceramics with various porosities and dissolution rate. *Jornal of America Ceramic Society*, 85(12), 2002; p. 3129-3131.
- [50] Deville S, Saiz E, Tomsia P. Freeze casting of porous hydroxyapatite scaffolds for bone tissue engineering. *Biomateriales*, 27(32), 2006; p. 5480-5489.
- [51] Shi Hong Li, Joost R. de Wijn, Pierre Layrolle, and Klaas de Groot. Novel method to manufacture porous hydroxyapatite by Dual-Phase mixing. *Journal of America Ceramic Society*, 86(1), 2003; p. 65-72.
- [52] Méndez M. Desarrollo de la porosidad en hidroxapatita y en recubrimientos cerámicos para uso ortopédico. Tesis Doctoral, Instituto Politécnico Nacional, México, Distrito Federal, 2006.
- [53] Yeso Supremo San Luis. <http://www.usg.com.mx>.
- [54] Sigma-Aldrich México. <http://www.sigmaaldrich.com/mexico>.
- [55] Saggio-Woyansky J, Scoott CE, Minner WP. Processing of porous ceramics. *American Ceramic Society*, 71(11), 1992; p. 1674-1682.
- [56] ASTM, 2005. C1273-05 Standard Test Method for Tensile Strength of Monolithic Advance Ceramics at Ambient Temperature. ASTM International.
- [57] ASTM C1424-04, Standard Test Method for Monotonic Compressive Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. ASTM International.

- [58] ASTM, 2002. C1161-02c Standard Test Method for Flexural Strength of Advance Ceramics at Ambient Temperature. ASTM International.
- [59] ANSYS Release 11.0, ANSYS Release 11.0 Multiphysics. ANSYS Release 11.0 Documentacion. ANSYS, Inc., 2007.
- [60] Gibson LJ, Ashby MF. Cellular Solids: structure and properties. Pergamon Press, Oxford, 1988.



# Apéndice

## Código de programación para estructuras porosas

El siguiente código de programación fue desarrollado en el programa de simulación ANSYS® para simular estructuras porosas, este código en particular fue para validar el módulo de elasticidad de los resultados experimentales (ver figura 5.7a de la sección 5.2.2). Para las demás estructura que se analizaron numéricamente se desarrollo un código similar.

```
!*****INICIO*****
/BATCH
/COM,ANSYS RELEASE 11.0  UP20070125   10:58:11  08/05/2012
/input,menust,tmp,",,,,,,,,,,,,,1
/GRA,POWER
/GST,ON
/PLO,INFO,3
/GRO,CURL,ON
/CPLANE,1
/REPLOT,RESIZE
WPSTYLE,,,,,,,,,0
!*
/NOPR
/PMETH,OFF,0
KEYW,PR_SET,1
KEYW,PR_STRUC,1
KEYW,PR_THERM,0
KEYW,PR_FLUID,0
KEYW,PR_ELMAG,0
KEYW,MAGNOD,0
KEYW,MAGEDG,0
KEYW,MAGHFE,0
KEYW,MAGELC,0
KEYW,PR_MULT1,0
KEYW,PR_CFD,0
/GO
!*
/COM,
/COM,Preferences for GUI filtering have been set to display:
/COM, Structural
!*
/PREP7
!*
ET,1,SOLID186
```

```

MPTEMP,,,,,,,,
MPTEMP,1,0
MPDATA,EX,1,,2.01E-4
MPDATA,PRXY,1,,0.3
MPTEMP,,,,,,,,
MPTEMP,1,0
MPDE,EX,1
MPDE,PRXY,1
MPDATA,EX,1,,0.000201
MPDATA,PRXY,1,,0.3
!*****GEOMETRIA*****
BLOCK,0,5,0,3,0,5,
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
BLOCK,0.76,2.12,-0.5,4,0.76,2.12,
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
BLOCK,0.76,2.12,-0.5,4,2.88,4.24,
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
BLOCK,2.88,4.24,-0.5,4,2.88,4.24,
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
BLOCK,2.88,4.24,-0.5,4,0.76,2.12,
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
/PNUM,KP,0
/PNUM,LINE,0
/PNUM,AREA,0
/PNUM,VOLU,1
/PNUM,NODE,0
/PNUM,TABN,0
/PNUM,SVAL,0
/NUMBER,0
!*
/PNUM,ELEM,0
/REPLOT
!*
FLST,3,4,6,ORDE,2
FITEM,3,2
FITEM,3,-5
VSBV, 1,P51X
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST

```

```

/USER, 1
/VIEW, 1, 0.319210777703 , 0.892305417890 , 0.319210777703
/REPLO
/VIEW, 1, -0.135941680108 , 0.978536380668 , -0.154875470356
/ANG, 1, 175.912894343
/REPLO
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
BLOCK,-0.5,6,0.82,2.18,0.76,2.12,
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
/REPLO
/VIEW, 1, -0.154158956067 , 0.881176557499 , 0.446948420714
/ANG, 1, -49.0566482299
/REPLO
/VIEW, 1, 0.196899157687 , 0.873795133126 , 0.444649060527
/ANG, 1, -10.8324060595
/REPLO
/VIEW, 1, -0.295510200026 , 0.952065704543 , 0.790228822155E-01
/ANG, 1, -107.949420308
/REPLO
/VIEW, 1, 0.401874229327E-01, 0.975220191412 , 0.217555853289
/ANG, 1, -24.5576335622
/REPLO
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
BLOCK,-0.5,6,0.82,2.18,2.88,4.24,
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
vlist, all
/PNUM,KP,0
/PNUM,LINE,0
/PNUM,AREA,0
/PNUM,VOLU,1
/PNUM,NODE,0
/PNUM,TABN,0
/PNUM,SVAL,0
/NUMBER,0
!*
/PNUM,ELEM,0
/REPLOT
!*
FLST,3,2,6,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
VSBV, 6,P51X

```

```

/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
vlist, all
BLOCK,0.76,2.12,0.82,2.18,-0.5,6,
BLOCK,2.88,4.24,0.82,2.18,-0.5,6,
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
vlist, all
FLST,3,2,6,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
VSBV, 3,P51X
/VIEW, 1, 0.589045337617 , 0.258736768364 , 0.765559191002
/ANG, 1, -2.48976035655
/REPLO
/VIEW, 1, 0.681689298334 , 0.763238059561E-01, 0.727649900146
/ANG, 1, -1.61955559742
/REPLO
/VIEW,1,1,1,1
/ANG,1
/REP,FAST
!*****MALLADO*****
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
!*
CM,_Y,VOLU
VSEL, , , 4
CM,_Y1,VOLU
CHKMSH,'VOLU'
CMSEL,S,_Y
!*
VMESH,_Y1
!*
CMDELE,_Y
CMDELE,_Y1
CMDELE,_Y2
!*
NLIST,ALL, , ,XYZ,NODE,NODE,NODE
SMRT,6
SMRT,5
SMRT,4
SMRT,3
SMRT,2
CM,_Y,VOLU
VSEL, , , 4
CM,_Y1,VOLU
CHKMSH,'VOLU'
CMSEL,S,_Y

```

```

!*
VCLEAR,_Y1
VMESH,_Y1
!*
CMDELE,_Y
CMDELE,_Y1
CMDELE,_Y2
!*
elist,all,,0,0
NLIST,ALL, , ,XYZ,NODE,NODE,NODE
elist,all,,0,0
SMRT,1
CM,_Y,VOLU
VSEL, , , 4
CM,_Y1,VOLU
CHKMSH,'VOLU'
CMSEL,S,_Y
!*
VCLEAR,_Y1
VMESH,_Y1
!*
CMDELE,_Y
CMDELE,_Y1
CMDELE,_Y2
!*
/REPLOT,RESIZE
!***** APLICACION DE LAS CARGAS *****
NPLT
VPLT
NSEL,S,LOC,Y,3
NPLT
FLST,2,465,1,ORDE,58
FITEM,2,1
FITEM,2,3
FITEM,2,7
FITEM,2,-8
FITEM,2,10
FITEM,2,12
FITEM,2,18
FITEM,2,20
FITEM,2,26
FITEM,2,28
FITEM,2,34
FITEM,2,36
FITEM,2,43
FITEM,2,-44
FITEM,2,49
FITEM,2,-50
FITEM,2,55
FITEM,2,-56

```

```
FITEM,2,61
FITEM,2,-62
FITEM,2,118
FITEM,2,-138
FITEM,2,207
FITEM,2,-227
FITEM,2,283
FITEM,2,-324
FITEM,2,375
FITEM,2,-379
FITEM,2,390
FITEM,2,-394
FITEM,2,400
FITEM,2,-404
FITEM,2,415
FITEM,2,-419
FITEM,2,425
FITEM,2,-429
FITEM,2,435
FITEM,2,-439
FITEM,2,445
FITEM,2,-449
FITEM,2,460
FITEM,2,-469
FITEM,2,475
FITEM,2,-479
FITEM,2,485
FITEM,2,-489
FITEM,2,500
FITEM,2,-504
FITEM,2,510
FITEM,2,-514
FITEM,2,525
FITEM,2,-529
FITEM,2,535
FITEM,2,-539
FITEM,2,550
FITEM,2,-554
FITEM,2,1896
FITEM,2,-2176
!*
/GO
D,P51X,,-0.003, , , ,UY, , , ,
ALLSEL,ALL
NPLT
NSEL,S,LOC,Y,0
NPLT
FLST,2,1,1,ORDE,1
FITEM,2,6
!*
```

```
/GO
D,P51X, ,0, , , ,UX,UZ, , , ,
FLST,2,1,1,ORDE,1
FITEM,2,5
!*
/GO
D,P51X, ,0, , , ,UZ, , , , ,
FLST,2,1,1,ORDE,1
FITEM,2,4
!*
/GO
D,P51X, ,0, , , ,UX, , , , ,
FLST,2,469,1,ORDE,49
FITEM,2,2
FITEM,2,4
FITEM,2,-6
FITEM,2,14
FITEM,2,16
FITEM,2,22
FITEM,2,24
FITEM,2,30
FITEM,2,32
FITEM,2,41
FITEM,2,-42
FITEM,2,45
FITEM,2,-46
FITEM,2,51
FITEM,2,-52
FITEM,2,57
FITEM,2,-58
FITEM,2,63
FITEM,2,-64
FITEM,2,152
FITEM,2,-193
FITEM,2,241
FITEM,2,-282
FITEM,2,380
FITEM,2,-384
FITEM,2,395
FITEM,2,-399
FITEM,2,405
FITEM,2,-414
FITEM,2,430
FITEM,2,-434
FITEM,2,440
FITEM,2,-444
FITEM,2,450
FITEM,2,-459
FITEM,2,470
FITEM,2,-474
```

```
FITEM,2,480
FITEM,2,-484
FITEM,2,490
FITEM,2,-499
FITEM,2,515
FITEM,2,-519
FITEM,2,530
FITEM,2,-534
FITEM,2,540
FITEM,2,-549
FITEM,2,1202
FITEM,2,-1486
!*
/GO
D,P51X, ,0, , , ,UY, , , ,
ALLSEL,ALL
NPLLOT
VPLOT
!*****SOLUCION*****
FINISH
/SOL
/STATUS,SOLU
SOLVE
!*****POSTPROCESAMIENTO*****
!FIN DEL PROGRAMA_____
```