



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO



FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA
DIVISIÓN DE POSGRADO

**“DESARROLLO DE UN COMPOSITO BIODEGRADABLE
PARA LA REPARACION DEL CARTILAGO ARTICULAR
DE RODILLA”**

TESIS
PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA

PRESENTA:
Q.F.B. PEREZ REYES JULIO CESAR

ASESOR: DRA. GEORGINA CARBAJAL DE LA TORRE.

CO-ASESOR: M.C. MIGUEL VILLAGÓMEZ GALINDO.

MORELIA, MICHOACAN, JUNIO 2012.

RECONOCIMIENTOS:

*Agradezco al **Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT)** el haberme brindado el apoyo económico para poder llevar a cabo la realización de estos estudios de Maestría.*

*A la **Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo** por su función formadora en sus aulas de capital humano, que constituyen el futuro de México*

*A la **Facultad de Ingeniería Mecánica** por permitirme desarrollarme como profesionalista y lograr una meta más en mi vida.*

*Al **Centro Universitario de Vinculación** de la BUAP por el apoyo para utilizar sus instalaciones para el desarrollo de este proyecto.*

DEDICATORIAS:

A Dios.

Por darme la oportunidad de cumplir un sueño más y por darme lo más valioso que tengo que es la vida.

A mis padres.

Constantino y Judith por apoyarme en mis sueños y motivarme con su ejemplo, por darme su amor y el tiempo que no hemos compartido juntos.

A mis hermanos.

Eloina, Cornelio, Misael y David por las enseñanzas que me han brindado, el apoyo incondicional y las fuerzas para seguir luchando.

A mi novia.

Abisag por su paciencia, comprensión y fuerza para ayudarme a realizar mis metas. Gracias por su gran amor que me ha dado durante este tiempo, ya que se ha convertido en un motor para salir día a día adelante.

AGRADECIMIENTOS:

Al Dr. Efraín Rubio Rosas.

Por todo su apoyo en el conocimiento del tema, asesoramiento, tiempo, además de disponibilidad en todo lo que se necesitaba apoyándome con los equipos que están a su cargo y gracias a todo su equipo humano de trabajo por su gran ayuda.

Al Dr. René Salgado.

Por su asesoramiento, tiempo y conocimiento en el tema, gracias también a su equipo de trabajo.

Al asesor y co-asesor.

Dra. Georgina Carbajal, M.C. Miguel Villagómez, por su apoyo en la realización del presente trabajo.

A los compañeros de la maestría y amigos en general.

Por su apoyo, enseñanza y comprensión en las materias. Por los consejos, ayuda, apoyo y confianza que han compartido en mi vida.

Al Centro Universitario de Vinculación.

Por la importante labor que desempeñan en la interacción con otras Instituciones de Investigación.

A los sinodales.

M.C. Miguel Villagómez, Dra. Georgina Carbajal, Dra. Lada Domratcheva, Dra. Laura A. Ibarra y Dr. Marco A. Espinosa., Por su revisión y valiosos comentarios que me han permitido mejorar el contenido del presente trabajo.

A la Coordinación de la Investigación Científica de la UMSNH.

Por el apoyo al proyecto con nombre “Síntesis y Caracterización Físicoquímica de un Material Composito Biodegradable de Base Polímero/Hidroxiapatita”. Este recurso se destino para el desarrollo del presente trabajo de tesis.

ABSTRACT

Osteoarthritis is a very complex illness of the joints that affects cartilage and subcondral bone. At the last years, researching has been focused in the development and characterization of composite materials, evaluating their structural properties. Some of those composite materials are constituted by organic and inorganic compounds forming hybrids. These materials can improve their properties due to the interaction of reinforcement hard particles in the polymeric matrix. The interest on the composite biomaterials has been increased on the biomedical applications such as tissue regenerating based in synthetic polymers with biodegradable and biocompatible properties whose can be reinforced by calcium phosphates. In this sense, hydroxyapatite $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$ is often used for biological implants due its mineral phase similitude with bone microstructure and tissue compatibility. Similarly, polylactic acid (PLA) is a used polymer for implant applications due physicochemical and biocompatibility properties, and short degradation time also. In order to obtain a composite that can be used as a regenerating material on the osteoarthritis problem, in this work a polylactic/hydroxyapatite hybrid composite was produced by chemical synthesis and characterized by X-ray diffraction, SEM, FT-IR, TGA/DSC techniques and characterized mechanically to the tensile stress.

RESUMEN

La osteoartritis es una enfermedad muy compleja de las articulaciones que afecta el cartílago y el hueso subcondral. En los últimos años, la investigación se ha centrado en el desarrollo y caracterización de materiales compuestos y la evaluación de sus propiedades estructurales. Algunos de los materiales compuestos están constituidos por un compuesto orgánico e inorgánico que forman híbridos. Estos materiales pueden mejorar sus propiedades, debido a la interacción de las partículas duras de refuerzo en la matriz polimérica. El interés sobre los biomateriales compuestos se ha incrementado en las aplicaciones biomédicas tales como la regeneración de tejidos basados en polímeros sintéticos con propiedades biodegradables y biocompatibles que pueden hallarse reforzados por fosfatos de calcio. En este sentido, la hidroxiapatita $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$ a menudo se utiliza para los implantes biológicos debido a su semejanza con la fase mineral, la microestructura del hueso y la compatibilidad con los tejidos. De manera similar, el ácido poliláctico (PLA) es un polímero que se usa para aplicaciones de implante debido a sus propiedades fisicoquímicas, de biocompatibilidad, y también el tiempo corto de degradación. A fin de obtener un compuesto que puede ser utilizado como un material de regeneración en el problema osteoartritis. En este trabajo se desarrolló un composito híbrido de ácido poliláctico/ hidroxiapatita fue por síntesis química y caracterizado por difracción de rayos X, MEB, FT-IR, técnicas TGA / DSC y evaluado mecánicamente al esfuerzo de tensión.

Reconocimientos..... *i*
Dedicatorias..... *ii*
Agradecimientos..... *iii*

INDICE GENERAL

Abstract..... *iv*
Resumen..... *v*
Índice general..... *vi*
Índice de figuras..... *ix*
Índice de tablas..... *xi*
Glosario..... *xiii*
Introducción..... 1
Planteamiento del problema..... 2
Justificación..... 2
Hipótesis..... 3
Objetivos..... 3
Objetivo general..... 3
Objetivos específicos..... 3

Capítulo I

Antecedentes

1.1. Anatomía de la rodilla..... 4
1.1.1. Tejido articular..... 4
1.1.1.1. Cartílago..... 5
a) Condrocitos..... 6
b) Matriz extracelular..... 6
1.1.1.2. Líquido sinovial..... 6
1.2. Lesiones en el cartílago..... 7
1.3. Biomateriales..... 8
1.4. Clasificación de los biomateriales..... 9
1.4.1. Biomateriales Cerámicos..... 11

1.4.1.1. Hidroxiapatita $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	13
1.4.1.2. Propiedades químicas.....	14
1.4.1.3. Propiedades físicas.....	14
1.4.1.4. Propiedades mecánicas.....	15
1.4.1.5. Métodos de síntesis de hidroxiapatita.....	16
1.4.1.6. Método convencional del estado sólido.....	16
1.4.1.7. Método húmedo.....	16
1.4.1.8. Reacciones de precipitación.....	16
1.4.1.9. Precipitación homogénea.....	17
1.4.1.10. Reacciones de hidrólisis.....	17
1.4.1.11. Método hidrotermal.....	17
1.4.1.12. Método Spray pirolisis.....	17
1.4.1.13. Método de Sol-gel.....	18
1.4.1.14. Principales aplicaciones de la hidroxiapatita.....	18
1.4.2. Biomateriales Poliméricos.....	19
1.4.3. Polímeros Biomédicos.....	19
1.4.3.1. Polímeros de aplicaciones médicas.....	20
1.4.3.2. Ácido poliláctico (PLA).....	22
1.4.3.3. Propiedades.....	23
1.4.3.4. Síntesis.....	24
1.4.3.5. Los métodos de síntesis del ácido poliláctico.....	24
1.4.3.6. Aplicaciones.....	25
1.4.3. Compósito.....	26
1.4.3.1. Clasificación de compósitos.....	27
1.4.4. Ensayo de tensión.....	28
1.4.4.1. Esfuerzo y deformación.....	28
Bibliografía.....	29

Capítulo II

Metodología

2.1. Síntesis de Hidroxiapatita a partir de nitrato de calcio y fosfato de diamonio en solución acuosa.....	33
2.2. Polimerización general del Ácido Láctico con catalizador.....	34
2.3. Elaboración de los compositos y de las probetas para evaluar resistencia a la tensión.....	36
2.3.1. Inyección de Plásticos.....	36
2.3.2. Metodología para la elaboración de las probetas.....	38
2.4. Equipos de caracterización.....	40

2.4.1. Difracción de rayos X.....	41
2.4.2. Espectrofotómetro de infrarrojo.....	41
2.4.3. Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).....	42
2.4.4. Análisis Termogravimétrico (TGA) y Calorimetría de barrido diferencial (Differential Scanning Calorimetry o DSC).....	43
2.4.5. Prueba de resistencia al esfuerzo de tensión.....	44
Bibliografía.....	45

Capítulo III

Resultados

3.1. Síntesis de hidroxiapatita a partir de nitrato de calcio y fosfato de diamonio en solución acuosa.....	46
3.2. Polimerización general de los Ácidos Lácticos con catalizador.....	47
3.3. Elaboración del composito y de las probetas para evaluar la resistencia a la microtensión.....	47
3.4. Caracterización fisicoquímica y dinámico mecánico.....	49
3.4.1. Caracterización por Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).....	49
3.4.1.1 Caracterización del ácido L (+) láctico por FT-IR.....	49
3.4.1.2. Caracterización de Hidroxiapatita por FT-IR.....	51
3.4.1.3. Caracterización de la Hidroxiapatita por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	56
3.4.1.4. Caracterización del composito de ácido poliláctico con hidroxiapatita (probetas) por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	59
3.4.1.5. Caracterización por difracción de rayos X de la Hidroxiapatita.....	61
3.4.1.6. Caracterización térmica.....	63
3.4.1.6.1. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....	63
3.5. Evaluación a las pruebas mecánicas.....	66
Bibliografía.....	89

Capítulo IV

Conclusiones, recomendaciones, trabajos a futuro y anexos.

4.1. Discusión de resultados.....	85
4.2. Conclusiones.....	86
4.3. Recomendaciones.....	87
4.4. Trabajos a futuro.....	88
ANEXO.....	90
A.1. ACTIVIDADES COMPLEMENTARIAS.....	98
Bibliografía.....	100

Índice de figuras

	Pág
Figura 1. Vista anterior de la articulación de la rodilla [8].	4
Figura 2. Cartílago articular [12].	5
Figura 3. Estructura del cartílago [14].	6
Figura 4. Estructura de una Hidroxiapatita [30].	14
Figura 5. Poliésteres alifáticos con características degradables [34].	21
Figura 6. Enantiómeros D-lactida y L-lactida [34].	22
Figura 7. Policondensación del ácido D,L-láctico [25].	24
Figura 8. Reacción de polimerización por apertura de anillo (ROP) de la D,L-lactida iniciada por Sn(Oct) ₂ . [25].	25
Figura 9(a, b). Diagrama del equipo experimental	34
Figura 10. Esquema de trabajo general para la polimerización del ácido L (+) láctico.	36
Figura 11. Inyectora marca Atlas, modelo I.MM.	40
Figura 12. Dimensiones de la probeta para llevar a cabo estudios de resistencia a la tensión establecida en la norma ASTM-D-1708 [10].	40
Figura 13. Difractómetro de rayos X para polvos marca Bruker modelo D8 Discover con detector Linxeye.	41
Figura 14. Espectrofotómetro de infrarrojo marca Bruker modelo Vertex 70.	42
Figura 15. Microscopio electrónico de barrido JSM-6610LV.	43
Figura 16. Instrumento marca Netzsch modelo STA 449 F3 Júpiter.	44
Figura 17. Máquina para evaluar la resistencia a la tensión de las probetas, marca SHIMADZU AUTOGRAPH serie AGS-J.	44
Figura 18 (a) y 18 (b). Producto de la reacción acuosa.	46
Figura 19. a) Ácido poliláctico I. b) Ácido poliláctico II. c) Ácido poliláctico III.	47
Figura 20. (a, b, c y d) Probeta de PLA I, PLA II, PLA III y PURASORB® PL 18	49
Figura 21. Espectro de FT-IR de ácido L (+) láctico, observándose sus	50

grupos funcionales importantes.

Figura 22. Espectro de FT-IR de ácido (DL) láctico.	50
Figura 23. Espectro de FT-IR de PURASORB® PL 18, se pueden observar sus grupos funcionales.	51
Figura 24. Espectro de FTIR de muestra de hidroxiapatita sintetizada.	52
Figura 25. Espectro de FT-IR de PLA III, seguimiento de su síntesis a diferentes temperaturas.	53
Figura 26. Espectros de FTIR de PLA I, PLA II, PLA III sintetizado y PLA PL 18 [7].	54
Figura 27. Espectros de FTIR de los compositos PLA I / hidroxiapatita, PLA II / hidroxiapatita en concentración en peso de 90%/10% respectivamente [8].	55
Figura 28. Espectro de FT-IR de ácido (L) láctico, PLA I, Hidroxiapatita y composito 1 de PLA/HA. Se pueden observar sus grupos funcionales importantes [8].	55
Figura 29. Micrografía de la hidroxiapatita a un aumento de 2500 ampliaciones.	57
Figura 30. Micrografía de la hidroxiapatita a un aumento de 1000 ampliaciones.	57
Figura 31. Micrografía de la hidroxiapatita a un aumento de 25000 ampliaciones	58
Figura 32. Espectro de dispersión de energía de rayos X de la hidroxiapatita.	58
Figura 33. Micrografía del composito PLA II/HA a una ampliación de 5000x	60
Figura 34. Micrografía de la matriz polimérica de PLA I / HA a una ampliación de 100x	60
Figura 35. Micrografía de la matriz polimérica a una ampliación de 1000x.	61
Figura 36. DRX de la Hidroxiapatita obtenida por el método de precipitación acuosa	62
Figura 37. Termograma de DSC y TGA del ácido L (+) láctico	63
Figura 38. Termogramas de DSC de los ácido polilácticos sintetizados.	64
Figura 39. Termograma de TGA de los polímeros sintetizados y del ácido (L) láctico.	65
Figura 40. Termograma de DSC y TGA del PURASORB® PL 18	66
Figura 41. Probeta en pinzas de tensiómetro: a) sin fracturar, b) fracturada.	67
Figura 42. Gráfica que muestra las probetas del composito PLA I (90%) / HA (10%).	68
Figura 43. Gráfica que muestra las probetas del composito PLA II (90%) / HA (10%).	69
Figura 44. Gráfica que muestra las probetas del composito PLA III (90%) / HA (10%).	70
Figura 45. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 1-1 (a) y 1-2 (b)	71
Figura 46. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 2-1 (a) y 2-2 (b)	72
Figura 47. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 3-1 (a) y 3-2 (b)	72
Figura 48. Gráfica que muestra las probetas del PL 18 puro.	75

Figura 49. Gráfica que muestra las probetas del composito PL18 (95%) / HA (5%).	76
Figura 50. Gráfica que muestra las probetas del composito PL18 (90%) / HA (10%), probetas 2 y 3 respectivamente.	77
Figura 51. Gráfica que muestra las probetas del composito PL18 (80%) / HA (20%), probetas 4 y 5 respectivamente.	78
Figura 52. Gráfica que muestra las probetas del composito PL18 (70%) / HA (30%), probetas 6 y 7 respectivamente.	79
Figura 53. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 9(a) y 12(b)	80
Figura 54. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 2 (a) y 3 (b)	81
Figura 55. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 4 (a) y 5 (b)	81
Figura 56. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 6 (a) y 7 (b)	82
Figura 57. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 1 (a) y 8 (b)	82
Figura A.1. Interrelación de las propiedades, estructura y método de elaboración [2].	91
Figura A.2. DSC/TGA termograma del L (+) ácido láctico.	92
Figura A.3. Espectro de FT-IR de ácido L (+) láctico.	93
Figura A.4. Interacción de Rayos-X con la estructura cristalina [6].	94
Figura A.5. Difractograma de muestra de hidroxiapatita.	95
Figura A.6. Micrografía de la Hidroxiapatita a un aumento de 25000 ampliaciones	96
Figura A.7. Grafica esfuerzo vs deformación.	97

INDICE DE TABLAS

	<i>Pág.</i>
Tabla 1. Clasificación de los biomateriales de acuerdo a la norma ASTM-F748-82 [27]	10
Tabla 2. Propiedades físicas de la hidroxiapatita [27].	15
Tabla 3. Propiedades mecánicas de la hidroxiapatita [27].	15
Tabla 4. Polímeros para aplicaciones en biomedicina [28].	20
Tabla 5. Propiedades del ácido poliláctico en comparación con otros materiales [45].	23
Tabla 6. Condiciones de trabajo para la síntesis de hidroxiapatita [1].	34
Tabla 7. Resultados obtenidos del comportamiento térmico de los ácidos L (+) lácticos al 98% de pureza marca Sigma.	35
Tabla 8. Condiciones de trabajo para la síntesis de polimerización de los diferentes ácidos polilácticos.	35
Tabla 9. Resultados obtenidos del comportamiento térmico T_g de los polímeros sintetizados.	39

Tabla 10. Condiciones de trabajo para la síntesis de polimerización de los diferentes ácidos polilácticos.	47
Tabla 11. Bandas identificadas por espectroscopía de Infrarrojo (FTIR) de hidroxiapatita [4].	52
Tabla 12. Bandas identificadas por espectroscopía de Infrarrojo (FTIR) de los polímeros PLA I, PLA II, PLA III Y PL 18.	54
Tabla 13. Bandas identificadas por espectroscopía de Infrarrojo (FTIR) de hidroxiapatita, PLA I, composito 1/1 y ácido (L) láctico [8].	56
Tabla 14. Composición química de la muestra de Hidroxiapatita, relación de Ca/P: 1.66.	59
Tabla 15. Parámetros de red y tamaño de cristalita. [4,10]	62
Tabla 16. Resultados obtenidos del comportamiento térmico de los polímeros sintetizados.	64
Tabla 17. Se presenta los datos de los resultados de la evaluación de la resistencia a la tensión de las probetas preparadas, así como de sus valores promedios.	70
Tabla 18. Resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 1-1 y 1-2	71
Tabla 19. Se muestran los resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 2-1 y 2-2.	71
Tabla 20. Se muestran los resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 3-1 y 3-2.	72
Tabla 21. Resultados promedios de Modulo de Young de las probetas PLA I, II Y III.	73
Tabla 22. Se presenta los datos de los resultados de la evaluación de la resistencia a la tensión de las probetas preparadas con el PL 18	79
Tabla 23. Muestran los resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 9 y 12, porcentaje en peso del PL18 de 95% y 5% de hidroxiapatita.	80
Tabla 24. Muestran los resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 2 y 3, porcentaje en peso del PL18 de 90% y 10% de hidroxiapatita.	80
Tabla 25. Muestran los resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 4 y 5 porcentaje en peso del PL18 de 80% y 20% de hidroxiapatita.	81
Tabla 26. Muestran los resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 6 y 7 porcentaje en peso del PL18 de 70% y 30% de hidroxiapatita.	82
Tabla 27. Muestran los resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 1 y 8 de PL 18 puro.	82
Tabla 28. Se muestran los resultados generales promedio que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión del PL 18	83
Tabla A.1. Técnicas de caracterización y propiedades que determinan [1].	91

GLOSARIO

Aneurál: Es un tejido no suministrado por los nervios. Sin una inervación.

Avascular: No está asociado con o suministro por los vasos sanguíneos.

Linfáticos: El sistema linfático está compuesto por ganglios, vasos linfáticos, linfocitos, macrófagos; actuando como filtros, removiendo partículas extrañas.

Aloinjerto: Transferencia de un tejido entre dos individuos de la misma especie pero genéticamente diferentes.

Autoinjerto: Injerto tomado del cuerpo del propio paciente.

Monómero: El monómero (del griego mono, uno y meros, parte) es una molécula de pequeña masa molecular que unida a otros monómeros, a veces cientos o miles, por medio de enlaces químicos, generalmente covalentes, forman macromoléculas llamadas polímeros.

Desbridamiento: Se eliminan los tejidos muertos de la herida, lo cual acelera el proceso de cicatrización, ya que las células nuevas no tienen tiempo de desplazarse debajo del tejido muerto.

Menisectomía: Técnica mediante la cual se repara el menisco o puede que sea removido parcial o totalmente.

Osteonecrosis: Es una enfermedad resultado de la pérdida temporal o permanente de la entrada de sangre en los huesos.

Osteotomía: Es una operación en la que se practican cortes en un hueso, de forma que el cirujano puede efectuar cambios en su posición. Puede practicarse una osteotomía para alargar o acortar una pierna, o para corregir curvaturas o angulaciones de las piernas. También es útil para colocar correctamente los fragmentos de un hueso fracturado.

Composito: Son materiales sintéticos que están mezclados heterogéneamente y que forman un compuesto.

Fosfatos de calcio $Ca_3(PO_4)_2$: Una familia de minerales que contienen iones de calcio (Ca^{2+}) junto con ortofosfatos (PO_4^{3-}), metafosfatos o pirofosfatos ($P_2O_7^{4-}$) y en forma ocasional iones de hidrógeno o hidróxido.

INTRODUCCIÓN

El cartílago articular es el principal elemento biológico de las articulaciones humanas como elemento blando para el funcionamiento de movimiento de carga y como soporte mecánico para las actividades cotidianas. El cartílago tiene dos funciones principales, la distribución de las cargas articuladas en una zona amplia y permitir el movimiento relativo de las superficies opuestas articulados con la mínima fricción y desgaste [1]. Sin embargo, estas funciones se ven afectadas por el sufrimiento y las enfermedades como la osteoartritis. Esta enfermedad es una enfermedad muy compleja que afecta a la articulación compuesta de cartílago, hueso subcondral y como consecuencia a las estructuras articulares [2]. Además, esta enfermedad disminuye la calidad de vida de las personas causándoles problemas físicos y afectando su economía, también provoca altos costos tanto para el individuo y al gobierno, debido a los altos costos de su tratamiento [3]. En este sentido, la aplicación de biomateriales ha sido considerada como una interesante solución para esos problemas. Los materiales compuestos basados en polímeros sintéticos biodegradables y biocompatibles reforzados con fosfatos de calcio representan un mayor potencial de varios procesos de regeneración de tejidos.

Las diversas aplicaciones de los biomateriales se han manifestado de manera significativa debido a la mejora de las propiedades de los materiales que permitan una fácil fabricación, el diseño y la investigación, de acuerdo con los requisitos médicos del área. Una de las condiciones de los biomateriales es la biocompatibilidad, lo que mejora la recepción biológica entre las interacciones biomaterial / tejidos en el cuerpo [4]. El ácido poliláctico es un material interesante, debido a la función de biodegradabilidad para aplicaciones médicas [5]. Este es un polímero a partir del grupo de poliéster, que se obtiene a partir del maíz, remolacha o patata. La hidroxiapatita ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) se ha utilizado ampliamente en sustitución del hueso debido a su excelente biocompatibilidad y su similitud mineralógica [6]. Con el fin de obtener un compuesto que puede ser utilizado como un material de regeneración en el problema de osteoartritis, en este

trabajo se desarrollo un compuesto híbrido de ácido poliláctico (PLA) / hidroxiapatita (HA) (diferentes % en peso), mediante síntesis química [7]. Los materiales compuestos se caracterizaron mediante Difracción de Rayos X, Microscopia Electrónica de Barrido (SEM), Infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR) y las técnicas de análisis Termogravimétrico TGA / DSC.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El cartílago articular tiene una limitada capacidad natural de reparación intrínseca, por lo que los defectos se reparan con tejido extrínseco de neoformación. El tejido de reparación consiste en tejido fibroso o fibrocartílago, el cual es biomecánicamente inferior al cartílago hialino y se deteriora rápidamente cuando se somete a un ejercicio continuo. Sin embargo.

Pocos investigadores han abordado la problemática del cartílago articular, aunque la problemática resulta de interés e importancia médica y de investigación; derivado de esta situación en este proyecto se pretende desarrollar un compuesto biodegradable como propuesta en aplicaciones de reparación del cartílago articular de la rodilla, con la finalidad de dar solución a la problemática de la osteoartritis.

JUSTIFICACIÓN

Actualmente, más de 400 millones de personas a nivel mundial sufren enfermedades de las articulaciones y se espera que este número se eleve a cerca de 570 millones para el 2020.

En México, el problema no es menos importante, estadísticas de instituciones como el Instituto Mexicano del Seguro Social (IMSS) informan de un estimado de 10 millones de personas que padecen diversas enfermedades reumáticas.

Las enfermedades reumáticas más comunes son la artritis reumatoide y la osteoartritis.

El tipo más común de artritis (osteoartritis), aumentó a 27 millones de personas, de una estimación previa de 21 millones. En este trabajo se pretende hacer un composito biodegradable para reparación del cartílago articular de la rodilla, con la finalidad de dar solución a esta problemática.

HIPÓTESIS

“Es posible restaurar el daño del cartílago articular por medio de un composito que ayude a reparar su función”

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Desarrollar un composito (ácido poliláctico/hidroxiapatita) biodegradable para reparación del cartílago articular de la rodilla.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Desarrollar el composito a diferentes porcentajes en sus componentes (polímero/cerámico).
- Evaluar las características fisicoquímicas de los compositos.
- Caracterizar las propiedades mecánicas del composito a elección.

CAPITULO I ANTECEDENTES

1.1. Anatomía de la rodilla

Un conocimiento perfecto de la articulación de la rodilla interesa al médico-práctico, por ser la articulación más expuesta y menos protegida contra las lesiones físicas; razón por la cual experimenta numerosos traumatismos.

La rodilla es la articulación más grande del esqueleto humano; en ella se unen 3 huesos: el extremo inferior del fémur, el extremo superior de la tibia y la rótula (figura 1) [8]. Constituye una articulación de suma importancia para la marcha y la carrera, que soporta todo el peso del cuerpo en el despegue y la recepción de saltos [9-10]. Su mecánica articular resulta muy compleja, pues por un lado ha de poseer una gran estabilidad en extensión completa para soportar el peso corporal sobre un área relativamente pequeña; pero al mismo tiempo debe estar dotada de la movilidad necesaria para la marcha y la carrera y para orientar eficazmente al pie en relación con las irregularidades del terreno [8,11].

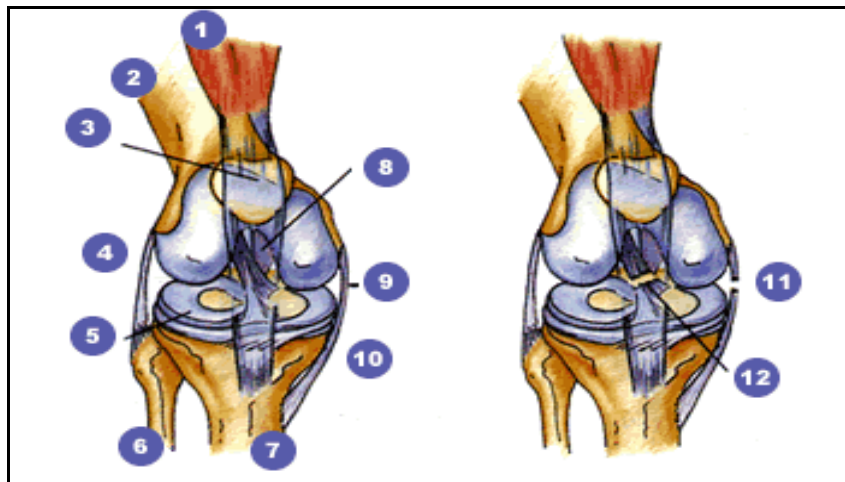


Figura 1. Vista anterior de la articulación de la rodilla
 1.-Cuadriceps (recto femoral), 2.-Fémur, 3.-Rótula, 4.-Lig. Colateral peroneo,
 5.-Menisco lateral, 6.-Peroné, 7.-Tibia, 8.-Lig. Cruzado posterior, 9.-Lig. Colateral tibial. 10.-Lig.
 Cruzado anterior, 11.-Lig. Interno Izquierdo roto, 12.-Lig. Cruzado anterior roto [8].

1.1.1. Tejido articular

El tejido articular está compuesto principalmente por los siguientes elementos: Cartílago y líquido sinovial.

1.1.1.1. Cartílago

El cartílago es un componente muy especial de nuestro organismo, con características únicas que cumple con una variedad de funciones. Existen distintos tipos de cartílagos, el que la mayoría tenemos más presente es el que se encuentra en los extremos de los huesos, donde estos se articulan, llamado cartílago articular. El cartílago articular sano permite la movilidad fluida de nuestras articulaciones sin dolor y con una fricción mínima entre los huesos (figura 2) [12].

Este tejido es avascular, sin inervación y constituido por un solo tipo de células, los condrocitos, dispersos en una matriz extracelular muy abundante. Esta matriz se compone de un gran número de moléculas las principales son los colágenos, cuya red fibrosa provee la resistencia del tejido, y los agreganos, moléculas de gran tamaño cargadas negativamente e hinchadas de agua, contribuyendo a la viscoelasticidad [13-14].

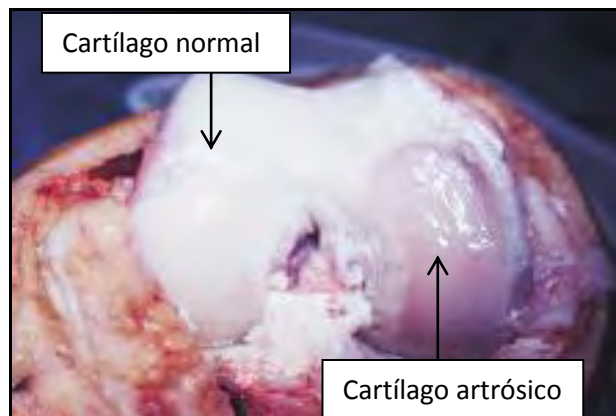


Figura 2. Cartílago articular [12].

El cartílago está formado por los siguientes componentes (figura 3) [14].

- a) Condrocitos
- b) Matriz extracelular.

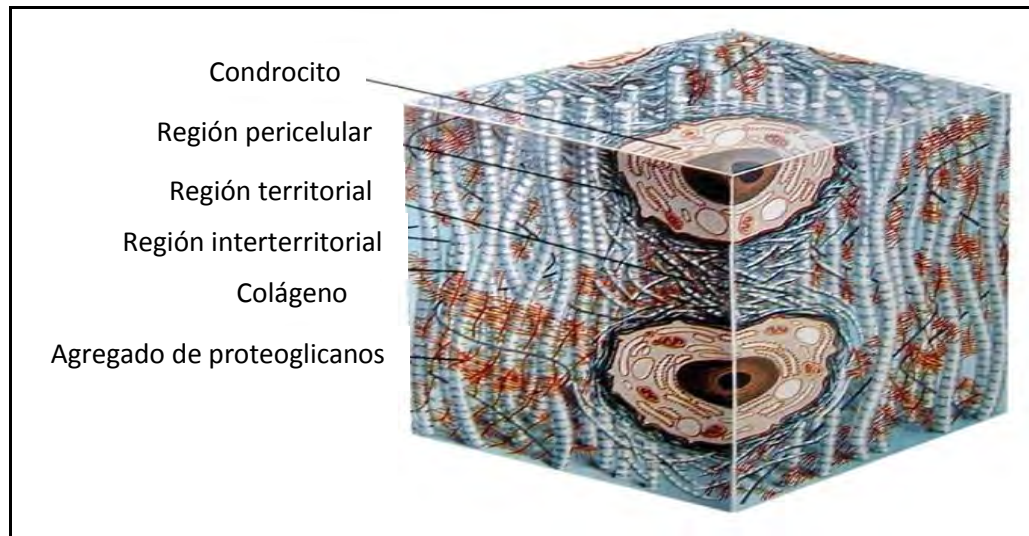


Figura 3. Estructura del cartílago [14].

a) Condrocitos

Los Condrocitos son las células del cartílago y se encuentran en una proporción del 5 - 10%. Los condrocitos reciben sus nutrientes y oxígeno del líquido sinovial por vía de difusión a través de la membrana del cartílago [15-17].

b) Matriz extracelular

Es una red de fibrillas fuertes de colágeno que le dan estructura al cartílago, en donde están inmersas las moléculas de proteoglicanos. La matriz extracelular le confiere sus propiedades mecánicas únicas al cartílago, siendo la más destacada su capacidad de absorción y distribución de las cargas a las que es sometido durante nuestras actividades diarias. La alteración en esta matriz es el inicio de muchas de las lesiones del cartílago articular [17].

1.1.1.2. Líquido sinovial

El líquido sinovial es un líquido viscoso presente en los espacios articulares. Este es un ultrafiltrado (dializado) del plasma de la sangre que se adiciona al fluido producido por la membrana sinovial. Llena la cavidad articular y actúa como lubricante, manteniendo al mínimo la fricción entre los huesos durante el movimiento o mientras se soportan pesos.

El líquido sinovial está compuesto por el ácido hialurónico, lubricina (una glicoproteína lubricante), proteinasa, colagenasa y prostaglandinas [17].

1.2. Lesiones en el cartílago.

Se ha encontrado que las lesiones aisladas y no tratadas del cartílago hialino articular pueden llevar a un daño grande del tejido y concluir fácilmente en el desarrollo de enfermedades degenerativas del tejido cartilaginoso, como es la osteoartritis temprana [18]. Por esta razón, es importante generar estrategias que permitan la reparación de las lesiones del cartílago y se evite también el progreso de estas afecciones [19].

Los métodos utilizados hasta ahora proponen diversas estrategias para la reparación de defectos del tejido cartilaginoso, entre las que cabe resaltar el uso de trasplantes de tejido autólogo (tejido del mismo paciente), heterólogo (tejido de un donante de la misma especie) o xenotrasplantes (tejido de un organismo de una especie diferente a la del receptor).

Sin embargo, no es fácil encontrar donantes compatibles ni obtener un fragmento de tamaño y forma adecuados, lo que dificulta el uso generalizado de estas técnicas. Además, tanto el paciente como el donante se exponen a un alto riesgo de morbilidad e infecciones posteriores a la intervención quirúrgica, lo cual puede causar daño en la articulación afectada [20].

Otro método usado es el implante de cartílago obtenido mediante el cultivo *in vitro* bidimensional, el cual produce una de diferenciación celular, caracterizada por la pérdida de la morfología y el patrón de expresión genética propio del tejido cartilaginoso [21,22]. Los resultados de varios estudios han sugerido que la encapsulación de condrocitos en diferentes biomateriales mantiene el fenotipo cartilaginoso *in vitro* por periodos de tiempo largos. Estos permiten la generación de una matriz extracelular compuesta por colágeno tipo II y agregan, lo que hace de este tejido un sustituto más funcional de cartílago, con ciertas similitudes al encontrado *in vivo* [18,21 ,23].

Con los métodos disponibles en el momento para la reconstrucción de tejidos, la reparación de defectos del tejido cartilaginoso no ha sido alcanzada completamente. Por esta razón, se ha recurrido a la ingeniería de tejidos, que busca el desarrollo de estrategias para obtener sustitutos funcionales de tejido

cartilaginosa, como son los biomateriales con el fin de ofrecer soluciones terapéuticas a pacientes con pérdida o falla de este tipo de tejido.

1.3. Biomateriales

La ciencia de los Biomateriales se considera como uno de los prototipos más característico en el campo de la investigación y un desarrollo interdisciplinario, cuyo crecimiento se ha producido durante las últimas dos décadas.

Dentro de las áreas interdisciplinarias se encuentran la Medicina, Biología, Física, Química e Ingeniería, de tal forma que desde el punto de vista académico se considera a la Biotecnología y la Bioingeniería como dos disciplinas interconectadas estrechamente.

Uno de los principales incentivos en el desarrollo de Ciencia de Biomateriales ha sido la necesidad de encontrar, desarrollar y utilizar materiales biocompatibles.

La finalidad de los Biomateriales es de reparar, restaurar o reemplazar tejidos u órganos humanos que han sufrido daños [24].

Por lo tanto los Biomateriales se pueden definir como “aquellos materiales destinados a estar en contacto con sistemas biológicos con la finalidad de evaluar, aumentar o reemplazar algún tejido, órgano o función del cuerpo” [25].

Otras definiciones consideran que los Biomateriales son: “aquellos materiales inertes utilizados en Medicina para interactuar con los sistemas biológicos” [26].

“El término biomaterial se emplea para designar materiales extraños al receptor, de origen natural o artificial, los cuales son implantados en un organismo vivo (hombre u animal) para restaurar la morfología y /o funciones del tejido u órganos alterados por traumas, malformaciones o enfermedades degenerativas” [25].

Su característica principal es que deben funcionar bajo condiciones biológicas, de temperatura y pH. [25]

1.4. Clasificación de los biomateriales

Existen diferentes clasificaciones de los biomateriales de acuerdo a su importancia:

En el área de la biomedicina los biomateriales, de forma general se clasifican en tres grupos. Teniendo en cuenta el tiempo que debe de mantener su funcionalidad en el cuerpo se dividen en:

1. Materiales de tiempo limitado.
2. Materiales de aplicación temporal o semi-estables y
3. Materiales de aplicación permanente donde se requiera que sean bioestables.

Atendiendo a esta división los Biomateriales según su uso en aparatos y material médico se clasifican de acuerdo a la norma ASTM F-748-82 en:

Aparato externos, son aquellos que están en contacto con las superficies del cuerpo: electrodos, prótesis externas, etc.

Existen los aparatos con comunicación exterior que son los que están en comunicación con canales internos.

Los que tienen comunicación con los tejidos y fluidos con diferentes tiempos de contacto, los llamados de contacto de corto tiempo, con tiempos menores de 30 días y los de tiempo medio con plazos de más de 30 días y los últimos, los que están en contacto con la sangre.

Los aparatos implantados por largos periodos de tiempo, y los que además están en contacto con sangre se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Clasificación de los biomateriales de acuerdo a la norma ASTM- F748-82 [27]

Aparatos	Comunicación exterior	Catéteres urinarios
		Aparatos intrauterinos
		Gastroscópicos colonoscópicos
		Tubo endotraqueal
	Con comunicación con tejidos y fluidos	Instrumentos de biopsias
		Contacto de corto tiempo (< 30 días)
		Contacto de tiempo medio (> 30 días)
	En contacto con la sangre	Indirecta (juegos de administración de sangre)
		Directo corto tiempo (catéter intravenoso)
		Directo largo tiempo (tubo diálisis)
	Implantados largo tiempo	En contacto con el hueso (placas, tornillos, cementos)
		En contacto con tejidos y fluidos tisulares (prótesis, tendinosas, sensores, estimuladores neurales)
	En contacto con sangre	Válvulas cardíacas

Otros autores los clasifican por su origen:

- Naturales: Son materiales complejos como el colágeno, fibras proteicas (seda, lana, cabello, etc.), polisacáridos (algodón y derivados, materiales celulósicos) y tejidos tratados (pericarpio, aloinjertos, etc.).
- Sintéticos: Los biomateriales sintéticos pueden ser los metales, cerámicos o polímeros y han sido denominados por varios autores "Materiales Biomédicos" para diferenciarlos de los Biomateriales de origen natural [24,28].

Entre las sustancias más importantes utilizadas se encuentran los biomateriales sintéticos, los cuales se aplican entre otras, en las especialidades médicas [29].

Los requisitos que debe cumplir un biomaterial se pueden resumir en:

- 1) Ser biocompatible, aceptado por el organismo receptor, y no provocar que éste desarrolle mecanismos de rechazo ante la presencia del biomaterial,
- 2) No ser tóxico, ni carcinógeno,
- 3) Ser químicamente estable, o biodegradable en productos no tóxicos, al menos durante el tiempo programado, ya que hay biomateriales biodegradables y biomateriales permanentes,
- 4) Que la resistencia y propiedades mecánicas, características superficiales, el tiempo de fatiga, y el peso sean los adecuados,
- 5) Su diseño, el tamaño y la forma del implante deben ser los adecuados. A todo ello debe añadirse que el precio debe ser reducido, su fabricación reproducible y su procesamiento fácil para su producción en gran escala [24].

El éxito de un Biomaterial o implante depende en gran medida de tres factores principalmente: La biocompatibilidad del biomaterial, condición física del paciente y la habilidad y tecnología disponible de quien realice el implante [25].

1.4.1. Biomateriales Cerámicos

Los cerámicos de fosfato de calcio son utilizados para fines de reconstrucción, reparación y reemplazo de partes dañadas o enfermas del cuerpo humano son llamados “biocerámicos”.

Las propiedades de más importancia para las aplicaciones médicas son las mecánicas y la composición química que es muy parecida a la del hueso [27].

La utilización de cerámicas de fosfato de calcio, para la reconstrucción ósea se basa en su semejanza estructural respecto a la fase mineral del hueso. A pesar de la alta fragilidad de los materiales cerámicos, algunos de ellos poseen algunas propiedades físicas iguales o mejores que algunas aleaciones metálicas como son: la resistencia al calor, corrosión, desgaste y una gran dureza entre otras [30].

Las cerámicas para aplicaciones médicas se dividen en:

- a) Materiales bioinertes (cerámicas de Al_2O_3 de alta pureza); Estos compuestos presentan muy baja o nula reactividad química. Las primeras cerámicas utilizadas en aplicaciones médicas fueron la alúmina y la zirconía, un rango característico de estos materiales es una cinética de reacción sumamente lenta.
- b) Materiales biodegradables (fosfatos tricálcicos porosos); Estos materiales son los que permiten una respuesta biológica en la interfase, posibilitando la formación de lazos entre el tejido y dicho material. Los cerámicos basados en sales de calcio principalmente compuestos de fosfatos de calcio son interesantes por su inestabilidad para degradarse en ambientes fisiológicos.
- c) Materiales que influyen positivamente en la formación del hueso (cerámicas de fosfato de calcio y algunos vidrios que contienen fosfato de calcio); De los biocerámicos de alta porosidad son empleados para inducir el crecimiento del tejido óseo después del implante, además de regenerar el tejido dañado [24,27].

Así se presentan algunos usos de los fosfatos de calcio en el área de la medicina:

En el campo de la ortopedia:

- Sustitución de hueso perdido por cirugía o trauma
- Cemento adhesivo para cirugía ortopédica
- Promoción de crecimiento a su alrededor.

En el campo de la odontología y la cirugía maxilofacial:

- Base a revestimiento para proteger la pulpa
- Material protector de la pulpa expuesta
- Promotor de la remineralización
- Material de obturación temporal
- Material reconstructor de las crestas alveolares en pacientes desdentados
- Material de obturación de canales radiculares en la endodoncia

- Cementación de pines de retención
- Obturación de bolsas después de extracciones dentarias
- Cementos para fijación de implantes dentales
- Cemento adhesivo
- Material de remineralización y de-sensibilización de raíces dentales expuestas.

En los sistemas biológicos, las apatitas o los fosfatos de calcio de apatitas son el constituyente inorgánico principal del hueso y diente de los vertebrados [27].

Por otra parte las cerámicas de hidroxiapatita, cuando se sinterizan de manera correcta, son materiales sin signos significativos de absorción en aplicaciones en seres vivos [24].

Por ello es el gran interés de los investigadores sobre el desarrollo de la síntesis y caracterización, para la determinación y estudio de sus propiedades fisicoquímicas, ya que la hidroxiapatita es el fosfato de calcio más utilizado en la producción de implantes [27].

1.4.1.1. Hidroxiapatita $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$

El término apatita describe a una familia de compuestos que tienen una estructura similar pero no idéntica composición, con fórmula general: $\text{M}_{10}(\text{RO}_4)_6\text{X}_2$, [27].

Gracias a su excelente biocompatibilidad y a su semejanza química y cristalina con la fase mineral del hueso, los fosfatos de calcio se han usado en medicina desde hace unos 20 años. La hidroxiapatita (HA) es uno de los fosfatos más eficientes, debido a su estabilidad ante cambios de pH, temperatura y composición del fluido fisiológico. La HA puede obtenerse de fuentes naturales o mediante síntesis artificial, preferiblemente de reactivos analíticos como el nitrato de calcio y el fosfato de amonio. La HA obtenida por síntesis artificial tiene la ventaja de ser muy pura y, además, durante el proceso de síntesis se pueden seleccionar la relación Ca/P, el tamaño de grano, la cristalinidad, entre otras características [31].

1.4.1.2. Propiedades químicas

Dentro de sus características están: biocompatibilidad, no toxica, estabilidad química, osteoconducción y bioactividad: tales propiedades hacen al material muy práctico para usos médicos.

De acuerdo a estas características se puede usar como reemplazo de partes de hueso, relleno de cavidades en odontología, recubrimiento de superficies de metales para implantes, refuerzo en materiales compuestos y como liberador de medicamentos entre otros.

La estructura cristalina de la hidroxiapatita es ilustrada en la figura 4.

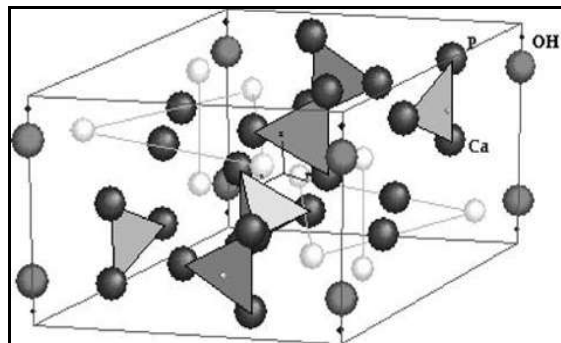


Figura 4. Estructura de una hidroxiapatita [30].

Los parámetros de la celda unitaria de la hidroxiapatita; este fosfato se cristaliza en el sistema hexagonal en donde $a = b = 9.432 \text{ \AA}$, $c = 6.88 \text{ \AA}$ del grupo de simetría $P63/m$. [27,32].

1.4.1.3. Propiedades físicas

Las condiciones de síntesis influyen en las propiedades y características físicas de la hidroxiapatita, estas se presentan en la tabla 2.

Tabla 2. Propiedades físicas de la hidroxiapatita [27].

Propiedades	Valores
Formula teórica	$\text{Ca}_{10} (\text{PO}_4)_6 (\text{OH})_2$
Densidad teórica	3,16 gr/cm ³
Punto de fusión Se vuelve inestable	1650 °C 1350 °C
Grupo espacial Hexagonal Monoclínica	P6 ₃ /m P2 ₁ /b
Parámetros de red	a = b = 9.41 – 9.44 Å c = 6.84 – 6.94 Å
Capacidad calorífica	184.07 cal/K Mol a 298.16 °K 180.16 cal/K Mol a 298.15 °K
Punto de fusión	1614 °C

1.4.1.4. Propiedades mecánicas

En ingeniería se necesita conocer cómo responden los materiales sólidos a fuerzas externas como son la tensión, la compresión, la torsión, la flexión o la cizalladura.

En la tabla 3 se muestran las propiedades mecánicas de la hidroxiapatita.

Tabla 3. Propiedades mecánicas de la hidroxiapatita [27].

Propiedad	Magnitud	Autor
Fuerza de compresión	917 MPa	Jarcho para todos los especímenes cristalinos densos
Fuerza de tensión	196 MPa	Jarcho para todos los especímenes cristalinos densos
Fuerzas de compresión	3000 kg/cm ² (294 MPa)	Kato
Fuerzas de torsión	1500 kg/cm ² (147 MPa)	Kato
Dureza	350 kg/cm ² (3.43 Gpa)	Kato

1.4.1.5. Métodos de síntesis de hidroxiapatita

La hidroxiapatita sintética se ha producido desde los años 60's, por diferentes métodos [24].

1.4.1.6. Método convencional del estado sólido.

Este método se utiliza para obtener polvos cerámicos, normalmente se obtienen con gran tamaño de grano con forma irregular, de composición química heterogénea, debido a la reacción química incompleta. Este método consiste en la síntesis de un compuesto mediante la reacción en estado sólido se debe a las reacciones químicas que ocurren por difusión atómica a temperaturas inferiores a las fusión de los materiales componentes que reaccionan.

1.4.1.7. Método húmedo.

Es el método más frecuente, en el cual se utilizan soluciones acuosas a bajas temperaturas, condiciones de reacción encontradas en cualquier ser viviente, de tal forma mediante el uso de este método se han investigado mecanismos de formación de fosfatos de calcio *in vivo* y *in vitro*. Los polvos del resultado de este método, parecen no ser apropiados como iniciadores de materiales cerámicos, porque ellos son usualmente cristalizados y porosos, con formas irregulares y composición no homogénea, por lo tanto algunos autores lo dividen en:

1.4.1.8. Reacciones de precipitación.

Las reacciones de precipitación son utilizadas para la preparación de partículas de hidroxiapatita. Estas se obtienen de la mezcla de soluciones acuosas de sales de calcio, ácido fosfórico o fosfatos básicos en un rango de pH de 8-10, los precipitados obtenidos son envejecidos a diferentes condiciones. La relación Ca/P, el contenido de agua, impurezas y morfología de las partículas producidas de hidroxiapatita son fuertemente influenciadas por la forma del mezclado de los reactantes y por sus condiciones de envejecimiento, incluyendo temperatura, tiempo y pH. [24].

1.4.1.9. Precipitación homogénea.

Este método es utilizado para la síntesis de partículas puras con morfología controlada. La urea es utilizada como agente de precipitación homogénea para la síntesis de hidroxiapatita.

La hidroxiapatita obtenida por este método son partículas altamente cristalizadas con forma de aguja.

1.4.1.10. Reacciones de hidrólisis.

Partículas de hidroxiapatita puede prepararse por conversión de fosfatos de calcio poco soluble, tal como $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y $\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ en agua debajo de 100°C . La característica de este método es que las partículas obtenidas retienen la forma de las partículas precursoras.

1.4.1.11. Método hidrotermal.

Reacciones de soluciones acuosas bajo condiciones de altas temperaturas y presiones ($>100^\circ\text{C}$, $>1\text{ atm.}$) en un sistema cerrado, son generalmente llamadas reacciones hidrotermales.

El método hidrotermal hace posible preparar polvos bien cristalizados, de composición homogénea, uniforme y fácilmente sinterizables, debido a los efectos de la temperatura y la presión alta en las soluciones acuosas.

1.4.1.12. Método Spray pirolisis.

Partículas esféricas de hidroxiapatita son sinterizadas por spray pirolisis. Las partículas esféricas deseables para adsorbentes en cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC). La disolución de las soluciones atomizadas de nitrato de calcio y $(\text{Ca}(\text{NO}_3)_2)$ y fosfato de diamonio $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ son evaporadas dentro de un horno, para descomponerse a 600°C . Las partículas de hidroxiapatita formadas son aglomerados huecos de finas partículas.

1.4.1.13. Método de Sol-gel.

Las ventajas que ofrece este método, es el uso de bajas temperaturas de síntesis, la alta pureza de las partículas obtenidas, permite el control de la superficie y la interfase. La química del método sol-gel puede rendir monolitos bajo presiones ambientales y obtener compuestos densos o con porosidades controladas, químicamente estables este se inicia realizando una síntesis de una suspensión coloidal de partículas sólidas (sol), y la hidrólisis y condensación de éste sol para formar un material sólido lleno de solvente (gel), el solvente se extrae del gel dejándolo reposar a temperatura ambiente llamado tiempo de envejecimiento y por ultimo al material se le da un tratamiento térmico. [27,33].

1.4.1.14. Principales aplicaciones de la hidroxiapatita.

Los huesos con respecto a la edad, se van deteriorando progresivamente la parte vieja a causa de la pérdida de su densidad y dureza, bajo ciertas condiciones fisiológicas. Por tal motivo se justifica el remplazo de éstos en el cuerpo humano.

Un ejemplo es cuando decrece la fuerza del hueso ocasionada por la baja producción de las células asociadas al crecimiento del hueso “osteoclastos”, dan como resultado que no se lleve a cabo una reparación de alguna microfractura o regeneración de hueso, esta es una de las principales causas por las cuales gente de avanzada edad sufre fracturas en diferentes partes del cuerpo.

El principal desafío que presenta el uso de los cerámicos en el cuerpo es reemplazar hueso deteriorado con un material que pueda funcionar durante los años que le restan de vida a la persona que lo utilice.

Otra aplicación es la de sustituir hueso faltante (operaciones maxilofaciales), por lo cual se han realizado estudios sobre los biocerámicos buscando mejorar su composición y estructura. A partir de la década de los sesentas del siglo XX, fue cuando se comenzó a investigar el uso de la hidroxiapatita como material osteoconductor [34].

La hidroxiapatita es utilizada en el área médica, con diferentes aplicaciones:

- Reparación de defectos óseos
- Preservación del reborde alveolar
- En otorrinolaringología para construir prótesis de oído medio

1.4.2. Biomateriales Poliméricos.

Desde finales del siglo XIX y especialmente a lo largo del siglo XX, han tenido un gran desarrollo en el número y variedad de polímeros, en sus propiedades y aplicaciones, consiguiéndose así, materiales de gran importancia en la ingeniería.

En los últimos años, la creciente demanda de materiales biodegradables para su utilización en la medicina ha incrementado el interés en la síntesis de productos con mejores propiedades.

Actualmente, existen numerosos polímeros utilizados en el campo de biomedicina, algunos de ellos son estables y se utilizan para aplicaciones permanentes, sin embargo, en los últimos años se han ido desarrollando los polímeros biodegradables para aplicaciones temporales. Estos materiales tienen la capacidad de ser compatibles con el tejido y de degradarse cierto tiempo después de ser implantados dando lugar a productos que no son tóxicos y que pueden ser eliminados por el organismo o metabolizados por éste [28].

1.4.3. Polímeros Biomédicos.

La mayoría de los polímeros sintéticos biodegradables contienen enlaces hidrolizables a lo largo de la cadena, los enlaces más frecuentes son del tipo éster, amida, anhídrido. Estos enlaces son susceptibles de hidrólisis, reacción en la que pueden tomar parte microorganismos y enzimas hidrolíticos. Muchos enzimas proteolíticos catalizan específicamente la hidrólisis de los enlaces peptídicos adyacentes a grupos sustituyentes. Se ha encontrado que para mejorar la acción de los enzimas, es conveniente que existan grupos laterales, como los bencílico, fenílico, hidroxílico y carboxílico, que pueden mejorar notablemente la biodegradabilidad [35].

Debido a que las reacciones catalizadas por enzimas tienen lugar en medios acuosos, el carácter hidrofílico-hidrofóbico del polímero afecta a la biodegradabilidad considerablemente. Los estudios realizados indican que ésta aumenta en los polímeros que contienen ambos tipos de segmentos hidrofílicos e hidrofóbicos respecto a aquellos en los que predomina claramente un único tipo. La flexibilidad de la cadena polimérica para poder adaptarse al centro activo de la enzima es otro factor, relacionado con la constitución química, que afecta a la biodegradabilidad [35].

1.4.3.1. Polímeros para aplicaciones médicas.

Los polímeros biomédicos son utilizados ampliamente en medicina y cirugía. En el tratamiento de heridas, la aplicación del biomaterial puede ser a modo de sutura, ligamento artificial o bien como fijador óseo. Los polímeros más comúnmente utilizados se muestran en la tabla 4.

Tabla 4. Polímeros para aplicaciones en biomedicina [28].

Polímeros	Aplicación
Poliétileno	Sustitución de articulaciones
Polipropileno	Suturas quirúrgicas
Politetrafluoroetileno	Injertos vasculares
Poliéster	Injertos vasculares/Suturas quirúrgicas
Poli(vinil alcohol)	Sistema de liberación de fármacos
Poliacrilamida	Diagnósticos
Polisulfona	Membranas para diálisis
Poliuretanos	Sistemas de contacto sanguíneo
Polimetilmetacrilato	Lentes de contacto
Silicona	Ingeniería de tejido/Oftalmología
Poliglicólico	Suturas quirúrgicas/ Cemento óseo

La mayoría de estos polímeros pertenecen a una nueva familia, los llamados poliésteres alifáticos biodegradables; químicamente presentan la repetición de un grupo éster y un grupo alquilo a lo largo de la cadena polimérica. En esta familia se encuentran la poli(ϵ -caprolactona) (PCL), la poliglicolida (PGA) y la poli(D,L-lactida) (PDLLA) (figura 5). Estos poliésteres presentan la propiedad de

degradación y biodegradación debido a que el grupo funcional éster es susceptible de romperse mediante hidrolisis ácida, básica o enzimática

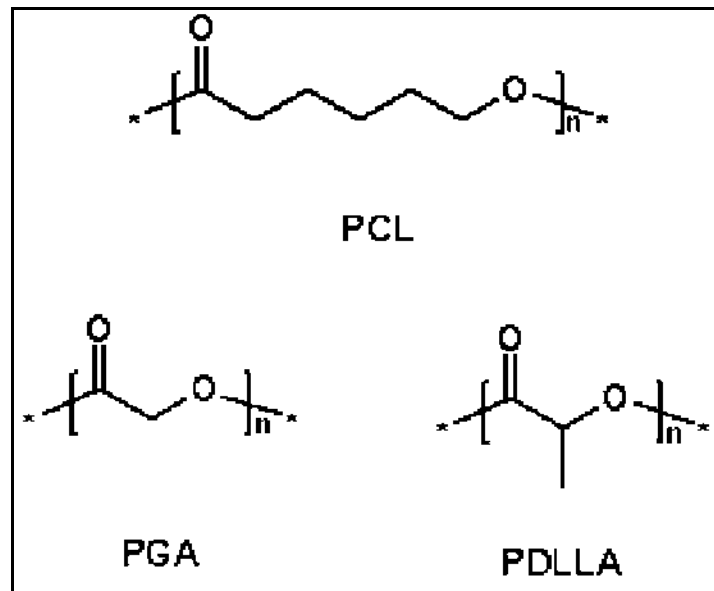


Figura 5. Poliésteres alifáticos con características degradables [34].

Dependiendo del tipo de polímero y la constitución del mismo, estos materiales biodegradables pueden ser creados para proveer el soporte mecánico suficiente durante las primeras etapas de la reparación del hueso, mantener este soporte durante un período determinado y luego degradarse poco a poco.

Los primeros polímeros degradables desarrollados y los más comúnmente utilizados son los obtenidos a partir del ácido poliglicólico (PGA) y del ácido poliláctico (PLA), los cuales han encontrado una multitud de usos en la industria médica, comenzando con las suturas biodegradables que fueron aprobadas en 1960 [37]. Desde entonces numerosos dispositivos basados en PGA y PLA han sido desarrollados, así como también otros materiales, como la polidioxanona, politrimetilen-carbonato en forma de copolímeros y homopolímeros y copolímeros de poli(e-caprolactona), los cuales han sido aceptados como materiales de uso biomédico [38]. Adicionalmente a estos materiales, se encuentran los polianhídridos [39], los polioctoésteres [40] y otros [41,42] que actualmente se encuentran bajo investigación. Una descripción más detallada del polímero obtenido a partir del ácido láctico, el cual es utilizado en este estudio, se da a continuación.

1.4.3.2. Ácido poliláctico (PLA)

El ácido poliláctico (PLA) es un polímero de la familia de los poliésteres que es completamente biodegradable y se obtiene a partir del maíz, remolacha o papa. Tiene las características de una resina plástica y puede inyectarse y termoformarse. Su producción comienza por ejemplo, a partir de almidón de maíz. Mediante un proceso de fermentación se obtiene el ácido láctico o 2-hidroxipropiónico que luego se polimeriza formando cadenas de alto peso molecular [43,44].

El ácido láctico es un compuesto que presenta isomería óptica, es decir, que su imagen real y especular no son superponibles. Pueden por lo tanto considerarse los enantiómeros L y D (figura 6), siendo el primero de ellos el que se presenta en la naturaleza. La combinación de dos unidades de ácido láctico puede dar lugar a tres estereoisómeros del correspondiente diéster cíclico [28].

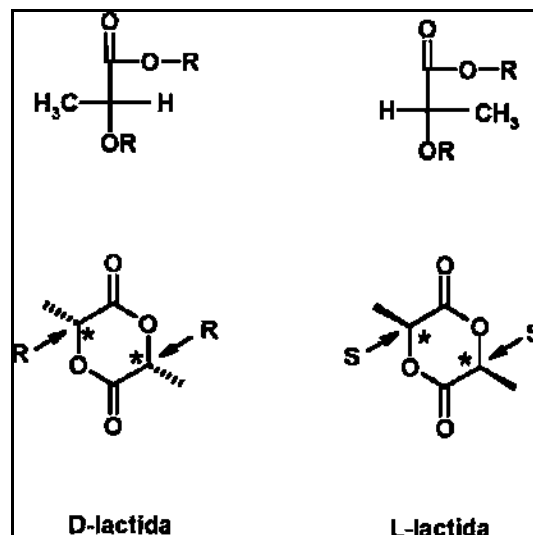


Figura 6. Enantiómeros D-lactida y L-lactida [34].

El isomerismo óptico del ácido láctico tiene una gran influencia sobre el metabolismo del monómero y las propiedades del polímero resultante. Este tipo de isomerismo resulta del hecho de que uno de los átomos de carbono (el centro asimétrico) tiene cuatro grupos que no son idénticos unidos a él y por lo tanto no son superponibles en su imagen especular.

1.4.3.3. Propiedades

Los polímeros pueden ser semicristalinos o amorfos. En los polímeros semicristalinos las cadenas se doblan formando regiones ordenadas más densas llamadas dominios cristalinos. Esto actúa como una especie de enlaces cruzados que confieren al polímero una resistencia a la tracción mayor y un módulo elástico más elevado ya que le provee una mayor rigidez en comparación con el polímero amorfo [45].

Los polímeros derivados de los monómeros D y L del ácido poliláctico son materiales semicristalinos, mientras que el D,L-PLA es siempre amorfo. Las diferencias en cristalinidad de D,L-PLA y L-PLA tienen importantes implicaciones tanto en las propiedades mecánicas como en el tiempo de degradación del polímero.

Tanto las zonas amorfas del D y el L-PLA como el D,L-PLA presentan una T_g (temperatura de transición vítrea) por debajo de la cual el polímero se comporta más como un sólido vítreo y por encima de la cual el polímero tiene un comportamiento de tipo gomoso. Un polímero con una T_g cercana a la temperatura corporal, será más dúctil al ser implantado que a la temperatura ambiente, por lo que la T_g es un parámetro que influye en el comportamiento final del material. Todas estas propiedades pueden afectar tanto las propiedades mecánicas del material como el tiempo de degradación del implante. Aunque las propiedades de estos materiales son altamente dependientes del peso molecular, en general se pueden ilustrar algunas de sus propiedades en la tabla 5:

Tabla 5. Propiedades del ácido poliláctico en comparación con otros materiales [45].

Algunas propiedades del ácido poliláctico en comparación con el acero y el hueso cortical.				
Material	T_m (°C)	T_g (°C)	E (GPa)	Tiempo de degradación (meses).
L-PLA	173-178	60-65	2.7	>24
DL-PLA	Amorfo	55-60	1.9	12-16
Hueso			10-20	
Acero			210	

1.4.3.4. Síntesis

La síntesis del ácido poliláctico fue estudiada por Carothers en 1932 [46]. Aunque el ácido láctico puede ser sintetizado directamente en ácido poliláctico, se puede alcanzar un mayor peso molecular si primero se transforma el ácido en un diéster cíclico conocido como "polilactide". Generalmente se lleva a cabo la polimerización por apertura de anillo del diéster cíclico. Diferentes compuestos metálicos, organometálicos e inorgánicos de Zn y estaño han sido usados como iniciadores [47]. Sin embargo, el tetrafenil de estaño, cloruro estañoso y el octato estañoso son los más efectivos. Entre éstos, el preferido y más usado es el octato estañoso debido a que está aceptado por la FDA (Food and Drug Administration) como un aditivo alimenticio [48,49].

1.4.3.5. Los métodos de síntesis del ácido poliláctico

Esta molécula puede ser sintetizada mediante un proceso de polimerización por condensación (figura 7) de ácido láctico a temperatura no inferior a 120°C, o por debajo de esta temperatura en presencia de catalizadores. Mediante este método, solamente es posible obtener polímeros de bajo peso molecular (PM < 10.000).

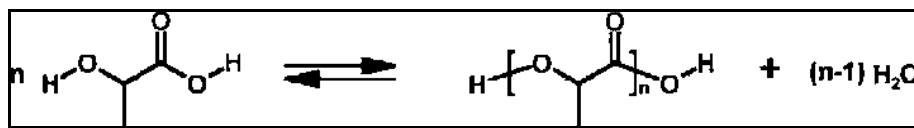


Figura 7. Policondensación del ácido D,L-láctico [25].

Para la obtención de copolímeros de elevado peso molecular, es necesario tener como materiales de partida el dímero cíclico del los respectivos ácidos, en presencia de catalizadores y condiciones controladas de temperatura y presión (figura 8).

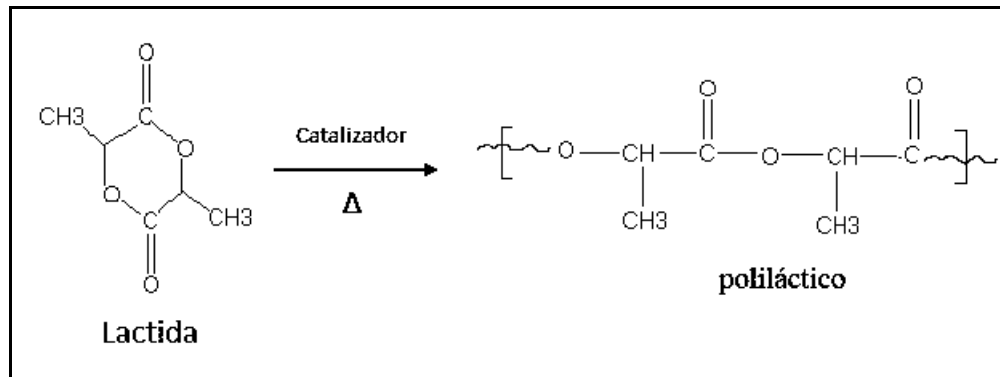


Figura 8. Reacción de polimerización por apertura de anillo (ROP) de la D,L-lactida iniciada por Sn(Oct)₂. [25].

1.4.3.6. Aplicaciones

El PLA es uno de los polímeros aprobados por la FDA desde 1995 [50]. La principal ventaja del PLA y los polímeros degradables sobre los implantes metálicos en ortopedia es que los primeros transfieren las cargas al área dañada a través del tiempo, permitiendo así la reparación de los tejidos y eliminando la necesidad de una segunda operación para retirar el implante. El PLA es actualmente utilizado en aplicaciones que no requieran altas prestaciones mecánicas como clavos para la unión de ligamentos y reparación de meniscos, suturas, tornillos y clavos para la fijación de fracturas y cirugía maxilofacial, liberación de fármacos y stents para cirugía cardiovascular [51,52].

Una de las aplicaciones más recientes del PLA es en el campo de la Ingeniería de Tejidos, la cual se basa en generar tejidos a partir de células del mismo paciente cuyo crecimiento es guiado *in situ* mediante andamios reabsorbibles [53, 54].

El criterio de selección del tipo de PLA dependerá entonces de la aplicación. Así tenemos que, para aplicaciones que requieran mayores prestaciones mecánicas o una degradación del material a largo plazo, la forma semicristalina del PLA (L-PLA) será la indicada. Mientras que para aquellas aplicaciones donde las prestaciones mecánicas no sean lo más importante, pero si una reabsorción a tiempos menores, la forma amorfa del polímero (DL-PLA), será la indicada. También se pueden utilizar los copolímeros de L/DL-PLA para graduar tanto las propiedades mecánicas como la velocidad de degradación.

Este polímero también tiene aplicación médica muy antigua en las suturas que son biodegradables, también ha tenido un crecimiento en aplicaciones que incluyen los dispositivos de fijación ortopédicos, coberturas de heridas, guías nerviosas y venas y arterias artificiales [28].

Entre otras tantas aplicaciones están la de los catéteres antimicrobianos, el cual es un dispositivo de uso médico en forma de tubo hueco muy fino que puede ser introducido dentro de un tejido o vena.

Otra aplicación más utilizada es el transporte de fármacos dentro de un polímero con una liberación de droga controlada por el tiempo de degradación del polímero.

El ácido poliláctico junto con el ácido poliglicólico, son muy utilizados en la preparación de microesferas [5,28], ha sido utilizado como recubrimiento para proteger algún implante, y también lo producen grandes empresas dándole un uso de empaques [5].

La compañía italiana Novamont fabrica el bioplástico Mater-Bi, a partir de almidones de maíz, trigo y patata, que está siendo utilizado en espumas, productos de higiene, juguetes ecológicos como los de la empresa Happy Mais e incluso en llantas de neumático de la empresa Goodyear. BASF ofrece desde hace varios años Ecoflex, un producto basado en almidón de maíz, patata y PLA. La compañía norteamericana NatureWorks, perteneciente a la multinacional Dow Chemicals, es el mayor productor mundial de plásticos biodegradables, como el ácido poliláctico (PLA) extraído de la dextrosa del maíz, un azúcar vegetal sencillo, y que es utilizado en capas de sellado térmico, etiquetas y bolsas de transporte, como alternativa para películas tradicionales como el celofán o para la producción de envases rígidos como botellas.

1.4.3. Compósito

Un compósito es un material compuesto por dos o más fases (en este trabajo por ejemplo; ácido poliláctico/hidroxiapatita), generalmente es un material heterogéneo en el cual una fase actúa para reforzar una segunda fase llamada

matriz. El objetivo es combinar las partículas con la matriz para obtener un material más eficiente para una aplicación destinada [27].

La matriz es la fase continua, rodea a otra fase llamada dispersa la cual es el refuerzo del material compuesto [55]. La matriz rodea, protege y soporta las partículas.

Depende de la matriz la influencia en las propiedades mecánicas de tensión, del esfuerzo cortante y de compresión y también tiene influencia en las condiciones de fabricación.

Existen diferentes tipos de matrices:

- Poliméricas u orgánicas: Termoestables (epoxi, poliésteres insaturados, ésteres vinílicos, fenoles, etc.); Termoplástica (poliésteres saturados, nylon, policarbonato, poliamida), Elastómeros (poliuretanos, siliconas).
- Metálicas (aluminio, titanio, magnesio, níquel, acero inoxidable).
- Cerámicas (alúmina, carburo de silicio, nitruro de silicio).
- Minerales (mortero de cemento, mortero de yeso y barro)

1.4.3.1. Clasificación de compósitos

Los compósitos por la fase dispersa se clasifican en:

- Compuestos particulados: Refuerzo a base de partículas con formas aproximadas a la esférica
- Compuestos laminados: Suelen alternarse las fases componentes en forma laminar, y no siempre con espesores semejantes
- Compuestos fibrosos: Refuerzo a base de fibra, elementos en los que una dimensión predomina predominantemente sobre las otras dos.

Las fibras se orientan de diversas formas:

- De forma unidireccional, fibras largas.
- De forma aleatoria, fibras cortas.
- Con disposición ortogonal, mallas ortogonales.
- En varias capas alternadas [59].

1.4.4. Ensayo de tensión

El ensayo de tensión mide la resistencia de un material a una fuerza estática o gradualmente aplicada. La probeta se coloca en la máquina de pruebas y se le aplica una fuerza F , que se conoce como carga.

1.4.4.1. Esfuerzo y deformación

Para un material dado, los resultados de un solo ensayo son aplicables a todo tamaño y formas de muestras, si se convierte la distancia entre las marcas calibradas en deformación y la fuerza en esfuerzo, estos se definen de la siguiente manera mediante las ecuaciones siguientes;

$$\text{Deformación} = \mathcal{E} = l - l_0 / l_0 \text{ y Deformación porcentual} = (\text{Deformación} \times 100)$$

$$\text{Esfuerzo} = \sigma = F / A_0$$

Donde A_0 es el área original de la sección transversal de la probeta antes de iniciarse el ensayo, l_0 es la distancia original entre marcas calibradas y l es la distancia entre las mismas.

A partir de un ensayo de tensión se puede obtener información relacionada con la resistencia, rigidez y ductilidad de un material.

El módulo de elasticidad o módulo de Young, E , es la pendiente de la curva esfuerzo- deformación en su región elástica [58]. Esta relación es la ley de Hooke:

$$E = \sigma / \mathcal{E}$$

Bibliografía.

- [1] Landínez N.S., Vanegas J.C., Garzón D. A. “Regulación molecular del cartílago articular en función de las cargas mecánicas y el proceso osteoartrótico: una revisión teórica”. Scielo (2008).,p.2,4.
- [2] Sánchez J.C., López D.F., “Fisiología celular de la osteoartritis; el condrocito articular como protagonista”. Latreia vol.24 (2) Junio-Agosto(2011).,p.167-178.
- [3] Trujillo E., “Canales de agua e iones en el cartílago articular”. Servicio de reumatología. Hospital universitario de canarias. La Laguna. Tenerife, España. Revista especializada en reumatología, vol.32(1) (2005).,p.7-13.
- [4] Estupiñán H. A., Peña D. Y., Vásquez C., Laverde D., Lozano L. A., Jaimes J. C. “Efecto de la adición de biovidrio e hidroxiapatita en ácido poli-L-láctico sobre la adsorción superficial de fosfatos”. Avances Inv. en Ing. 12, (2010).,p.1-3.
- [5] López R. A., Galán C., “Polímeros polilácticos – review”. Química de alimentos. Universidad pedagógica y tecnológica de Colombia., Tunja, (2010).,p.3-8.
- [6] Martínez A.B., Carbajal G., Esparza H.E., Torres R.. “Nanohibrido Poliuretano/Hidroxiapatita. Síntesis caracterización y degradación in vitro”. X Congreso Nacional de Microscopia-Morelia (2010)., p.1.
- [7] Estupiñán H.A., Parada, Laverde D., Peña-B. D. Y., Vázquez-Q C. “Obtención de ácido poli-L láctico mediante policondensación con catalizador de Zinc metálico”. Scientia Et Technica, septiembre, año/volumen XIII, número 36 (2007).,p.267-272.
- [8] Nordin-M., Frankel VH. “Basic biomechanics of the musculoskeletal system”. J Biomech (2002) vol. 35(6).,p.872.
- [9] Latarjet M., Ruiz L., “Anatomía humana”, 3 ed. México, D.F. Editorial Médica Panamericana,(1996).,p.16.
- [10] Kuitinen S., Komi PV., Kyrolinen H., “Knee and ankle joint stiffness in sprint running”. MedSci Sports Exerc (2002). vol34(1).,p.166-173.
- [11] Redfern M.S., Cham R., Gielo-Perczak K., Gronqvist R., Hirvonen M., Lanshammar H., “Biomechanics of slips”. Ergonomics (2001) vol. 44(13).,p.1138-1166.
- [12] “Informes del 64th American College of Rheumatology, Philadelphia”, (29 oct.-2 nov.2000), La lettre du Rhumatologue, Searle, Pharmacia, Pfizer.
- [13] J.-Y., Pelletier J.-P., Martel- Pelletier J., Henrotin Y., Crasborn L. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, “Osteoarthritis. Clinical and experimental aspects.Reginster”. (1999).
- [14] BenjaminLoret y Fernando M. F. Simões., “Effects of pH on transport properties of articular cartilages”. Biomech Model Mechanobiol, vol 9, (2010).,p. 45–63.
- [15] Sopena-Juncosa Joaquín J., Poveda José M^a Carrillo, Rubio Zaragoza Mónica, Redondo García José I., Serra Aguado Iván, Soler i Canet Carme. “Estructura y función del cartílago articular”. Revista ARGOS, volumen 52, (2004).,p.24-26
- [16] http://www.traumatologiaveterinaria.com/articuls/docs/cartilago_articular.pdf

- Consultada el 5 de Noviembre del 2010.
- [17] Ladero-Quesada José María. "Parte I: Pruebas complementarias. Capítulo 5 Líquido Sinovial". Manual NORMON (octava edición). http://www.normon.es/media/manual_8/capitulo_05.pdf Manual Normon. Octava edición. Edita: Laboratorios Normon S.A.
- [18] Grunderl, Gaissmaier C, Fritz J., Stoop R., HortschanskyP, Mollenhauer J. and Aichery W. "Bone morphogenetic protein (BMP)-2 enhances the expression of type II collagen and aggrecan in chondrocytes embedded in alginate beads". *OsteoArthritis and Cartilage* (2004),vol. 12.,p.559-567.
- [19] Martin Schaefer D. and Dozin B. "Repair of osteochondral lesions". (2005). Landes Bioscience. Consultado en línea en: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/bookj/bv.fcgi?rid=eurekah>. Marzo 2005.
- [20] Bryant S. J. and Anseth K. S. "The effects of scaffolds thickness on tissue engineered cartilage in photocross linked poly (ethylene oxide) hydrogels". *Biomaterials* (2001),vol. 22.,p619-626.
- [21] Masuda K., Sah R. L., Hejna M. J. and Thonar E. J. M. A. "A novel two-step method for the formation of tissue engineered cartilage by mature bovine chondrocytes: The alginate-recovered-chondrocyte (ARC) method". *J Onhop Res* (2003),p.139-148.
- [22] Gaissmaier C, Fritz J., Krackhardt T, Flesch I., Aicher W. K. and Ashammakhi N. "Effect of human platelet supematant on proliferation and matrix synthesis of human articular chondrocytes in monolayer culture and three-dimensional alginate cultures". *Biomaterials* (2005),p.1953-1960.
- [23] Almqvist K. F., Wang L., Wang J., Baeten D., Comelissen M., Verdonk R., Veys E. M. and Verbruggen G. "Culture of chondrocytes in alginate surrounded by fibrin gel: Characteristics of the cells over a period of eight weeks." *Annals of the Rheumatic Diseases* (2001),p. 781-790.
- [24] Méndez González María M."Desarrollo de la porosidad en hidroxiapatita y en recubrimientos cerámicos para uso ortopédico"., Tesis Doctoral. Instituto Politécnico Nacional. Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada.(2006),p.14-16.
- [25] Joon Bu Park,"Biomaterials Sciencie and Enginieering"., Plemun Press.N.Y.(1984).
- [26] Martinez-Gonzalez J.M., Barona Dorado C, Furio-Bacete V., Baca Pérez Bryan R. y. Donado-Azacarate A., " La hidroxiapatita en el relleno óseo de los defectos óseos"., Julio (1997).; http://www.coem.org/revista/anterior/07_97/articulo.html
- [27] Animas-Torres Ma. Teresa I., "Síntesis y caracterización de hidroxiapatita a partir del Nitrato de Calcio y Fosfato de Amonio"., Tesis de Maestría, Puebla México. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla (2005),p.44 - 50.
- [28] Martínez Palau Meritxell," Síntesis, estructura y aplicaciones de poliésteres secuenciales derivados de ácido glicólico y ω -hidroxiácidos".,Tesis doctoral. Universitat Politècnica de Catalunya con Menció Europea. (2008),p.8-9.
- [29] Ravaglioli A, Krajewski A. *Bioceramics*. Londres: Chapman & Hall, (1992).
- [30] Hench LL. "Bioceramics: From concept to clinic"., *Journal of the American Ceramic Society* (1991), vol. 74(7),p.1487-1510.

- [31] Martínez V. Ana Beatriz, H.E. Esparza-Ponce, G. Carbajal-De la Torre, J. Ortiz-Landeros. "Caracterización estructural y morfológica de Hidroxiapatita nanoestructurada: estudio comparativo de diferentes métodos de síntesis". Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Superficies y Materiales. (Diciembre de 2008).,p.2-4.
- [32] M. E. Londoño A. Echavarría F. De La Calle. "Características cristaloquímicas de la Hidroxiapatita sintética tratada a diferentes temperaturas". Revista EIA, ISSN Número 5(Junio 2006).,p.109-118.
- [33] Monroe E. A.; "New Calcium Phosphates Ceramic for Bone and Tooth Implants", J. Dent. Res., (1971).,p.50-860.
- [34] Barba María Cristina, "Biocompatibilidad de materiales"., Revista Mexicana de Fisica 45 Suplemento 1; junio 1999.,p.105-111.
- [35] Blanco-Ramos María de Guía,"Liberación de Triclosan a partir de hilos de sutura monofilares".,Universitat Politècnica de Catalunya. (2007).
- [36] Baez José E. "Cómo obtener un polímero degradable en el laboratorio: síntesis de la poli (D,L-lactida) y caracterización por RMN 1 H".,Universidad Nacional Autónoma de México.Educ. quím., 21(2), (2010).,p.170-177,
- [37] Elvira C, Gallardo A, San Román J, López BA. "Polímeros biodegradables en medicina: diseño estructural y desarrollo de materiales"., Revista de Plásticos Modernos (1999).,p.77,511.
- [38] Hoffman A. "Synthetic polymeric biomaterials". In: Gebelein GC, editor. Polymeric Materials and Organs. Washington DC. American Chemical Society, (1984).,p.13-29.
- [39] Rosato D. "Polymers, processes and properties of medical plastics including markets and applications". In: Szycher M, editor. Biocompatible polymers, metals and composites. Lancaster,PA. Technomic Publ.Co.Inc, (1983).,p.1019-1067.
- [40] Gilding DK. "Biodegradable polymers for use in surgery-poglycolic/poly(lactic acid) homo-and copolymers"., I. Polymer (1979),vol. 20.,p1459-1464.
- [41] Barrows T. "Degradable implants materials: a review of synthetic absorbable polymers and their applications". Clinical Materials (1986),vol. 1.,p.233-267.
- [42] Dunn RL. "Clinical applications and update on the poly(alpha-hydroxy acids)". In:Hollinger JO, editor. Biomedical applications of synthetic biodegradable polymers. Boca Raton: CRC Press, (1995).,p.17-31.
- [43] R. Auras, B. Harte, S. Selke. "Polylactides. A New Era of Biodegradable Polymers for Packaging Application"., ANTEC (2005).,p.3240-3244.
- [44] J. Lunt, "Large-scale Production, Properties and Commercial Applications o Polylactic". Acid Polymers, Polymer Degradation and Stability, (1998), vol 59, p.145-152.
- [45] Leenslag J.W, Pennings A.J. "Synthesis of High-Molecular-Weight Poly(L-Lactide) Initiated with Tin 2-Ethylhexanoate". Makromolekulare Chemie-Macromolecular Chemistry and Physics (1987).,p. 1809-1814.
- [46] Zwiers R.J.M., Gogolewski S., Pennings A.J. "General Crystallization Behavior of Poly(Llactic Acid) Plla .2. Eutectic Crystallization of Plla". Polymer (1983), vol. 24(2).,p.167-174.

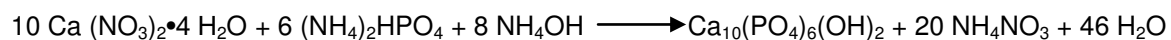
- [47] Greco P., Martuscelli E. "Crystallization and Thermal-Behavior of Poly(D(-)-3- Hydroxybutyrate)-Based Blends". *Polymer* (1989), vol. 30(8),p.1475-1483.
- [48] Eling B., Gogolewski S., Pennings A.J. "Biodegradable Materials of Poly(L-Lactic Acid) .1.Melt-Spun and Solution-Spun Fibers". *Polymer* (1982), vol. 23(11),p.1587-1593.
- [49] Carothers W.H., Dorough G.L., Van-Natta F.J. "Studies of Polymerization and Ring Formation. The Reversible Polymerization of Six-Membered Cyclic Esters". *Journal of the American Chemical Society* (1932),p.761-772.
- [50] Hollinger J.O., Battistone G.C. "Biodegradable Bone Repair Materials - Synthetic-Polymers and Ceramics". *Clinical Orthopaedics and Related Research* (1986),p. 290-305.
- [51] Brady J.M., Cutright D.E., Miller R.A., BATTISTO.G.C., Hunsuck E.E. "Resorption Rate, Route of Elimination, and Ultrastructure of Implant Site of Polylactic Acid in Abdominal-Wall of Rat". *Journal of Biomedical Materials Research* (1973),vol. 7(2),p.155-166.
- [52] The Citric Acid Cycle. www.biocarta.com/pathfiles/KrebPathway.asp . (2004).
- [53] Cohen B., Tasto J. "Meniscal arrow". *Tech Orthop* (1998), vol. 13.p.164-169.
- [54] Ashammakhi N., Suuronen R., Tiainen J., Tormala P., Waris T. "Spotlight on naturally absorbable osteofixation devices". *Journal of Craniofacial Surgery* (2003), vol. 14(2),p.247-259.
- [55] Jiménez López M. Leticia. "Obtención y caracterización de un material compuesto a base cascarilla de café y polipropileno"., Tesis de Licenciatura, Puebla México. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla (2010),p 41-44.
- [56] Askeland Donald R., "Ciencia e ingeniería de los materiales", tercera edición. Editorial International Thomson. (2003),p.65-68,131-133.

CAPITULO II METODOLOGÍA

En el presente capítulo se presenta la metodología que se empleó en la síntesis de hidroxiapatita por vía húmeda, la de los ácidos polilácticos y de los compositos polímero/cerámico, así mismo se describen los equipos de caracterizaciones utilizados para el estudio de la muestra obtenida.

2.1. Síntesis de hidroxiapatita a partir de nitrato de calcio y fosfato de diamonio en solución acuosa

La reacción global que se llevó a cabo en la síntesis de hidroxiapatita fue:



Tomando en cuenta la reacción anterior, se preparó una solución acuosa de nitrato de calcio (0.042 M) a la que se adicionó por goteo y con ayuda de una bureta una solución de fosfato de diamonio (0.025 M) cumpliendo con la reacción estequiométrica Ca/P de 1.67.

De esta forma se obtuvo la muestra; una vez que se vertió por completo el fosfato de diamonio, se fijó el pH a 9.0 respectivamente con hidróxido de amonio. La temperatura de reacción se mantuvo a 90°C por un tiempo de 5 horas en agitación constante [1].

La reacción descrita, se llevó a cabo en un matraz de 3 bocas a baño maría con aceite mineral. En la boca central se le colocó un refrigerante de rosario, con el propósito de condensar el vapor generado por la ebullición. La solución de calcio se colocó en el seno del matraz y la solución de fosfato se dosificó por una de las bocas laterales, después por esta misma se dosificó el hidróxido de amonio y por la otra se monitoreó el pH (ver la figura 9 (a) (b)).

Las condiciones de síntesis son las que se muestran en la tabla 6.

Tabla 6. Condiciones de trabajo para la síntesis de hidroxiapatita [1].

Cantidad de precursores		Control de pH		Temperatura	Tiempo	Agua
Ca(NO ₃) ₂ •4 H ₂ O	(NH ₄) ₂ HPO ₄	NH ₄ OH	pH	° C	(Hrs)	(ml)
10 gr.	3.76 gr.	175 ml	9	90	5	100

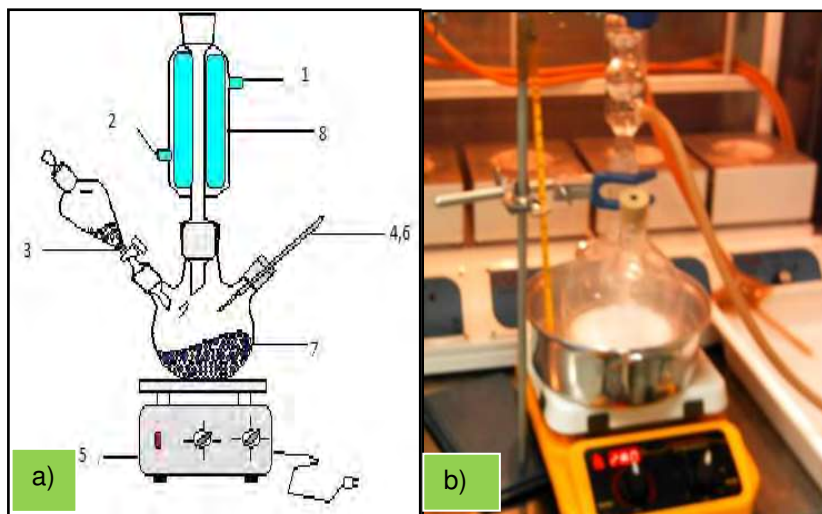


Figura 9 (a). Diagrama del equipo experimental: 1 Salida de agua, 2 entrada de agua de la bomba, 3 entrada para dosificación de reactivos, 4 potenciómetro, 5 parrilla de calentamiento con agitación, 6 termómetro, 7 agitador magnético y refrigerante. 9(b). Refrigerante de rosario tina de agua para reflujo.

Teniendo las condiciones necesarias de temperatura y adicionando los reactivos en forma adecuada se obtuvo un precipitado blanquecino, el cual fue filtrado y lavado con agua desionizada y puesto a secar en un horno a 40 ° C durante 12 horas.

2.2. Polimerización general del Ácido Láctico con catalizador

Para la polimerización de los ácidos L (+) lácticos, previamente se realizaron análisis térmicos, para tener en cuenta su comportamiento térmico que estos presentan así también sus temperaturas de trabajo, estas se muestran en la tabla 7.

Tabla 7. Resultados obtenidos del comportamiento térmico de los ácidos L (+) lácticos al 98% de pureza marca Sigma.

Material	Tg (°C)	Tm (°C)
L(+)Ácido láctico	58.6	174.6

Se colocaron (A) ml de Ácido L (+) Láctico al 98% de pureza marca Sigma, o en su caso de Ácido (D-L) Láctico, según corresponda en el matraz de bola con cuello de 500 ml, con un agitador de teflón, el matraz se coloca a baño maría en aceite de silicón dentro de una cuba que contiene un termómetro para estar monitoreando la temperatura de reacción. Se cuenta también con un refrigerante del rotavapor y condiciones de vacío a 48 cmHg. El contenido del matraz fue calentado a (X) °C durante (H) hora dependiendo del PLA a sinterizar, eliminando agua de la solución y subiendo gradualmente la temperatura un poco más de (Y) °C. Cuando el agua dejó de destilarse, se colocó (B) ml de Octato de Estaño a la muestra como catalizador. Finalmente, la temperatura de condensación se elevó a (Z) °C a una presión de 48 cmHg, seguida de la reacción durante (H₂) horas bajo estas condiciones, para dar como resultado una adecuada polimerización para obtener así los ácidos polilácticos nombrados: PLA I, PLA II y nombrado D-L PLA III. Las condiciones de síntesis se muestran en la tabla 8. [2-7]

Tabla 8. Condiciones de trabajo para la síntesis de polimerización de los diferentes ácidos polilácticos.

Ácido Poliláctico	Precusores		Temperatura de polimerización	Tiempo de polimerización
PLA I	7.89 ml de Ácido L (+) Láctico	0.82 ml de Octato de Estaño	70-170° C	22 horas
PLA II	8 ml de Ácido L (+) Láctico	0.08ml de Octato de Estaño	70-170° C	6 horas
PLA III	89 ml de Ácido (D-L) Láctico	0.89 ml de Octato de Estaño	100-200° C	55 horas

Se montó un dispositivo de destilación como se muestra en la figura 10 para todas las polimerizaciones de los diferentes ácidos lácticos.



Figura 10. Esquema de trabajo general para la polimerización del ácido L (+) láctico. Matraz, rotavapor, bomba de vacío, bomba de agua, termómetro, refrigerante, cuba de agua, parrilla de calentamiento.

Se mantuvieron las condiciones necesarias de temperatura y adicionando el catalizador en una forma adecuada se obtuvieron precipitados blanquecinos, los cuales se pesaron, y fueron puestos a enfriar hasta que se puso sólido.

Al producto obtenido se le realizó la caracterización por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR), utilizando un espectrofotómetro marca Bruker modelo Vertex 70 con accesorio de reflectancia total atenuada (ATR) para verificar la evolución de la polimerización y también se utilizó un equipo marca Netzsch modelo STA 449 F3 Júpiter para un análisis de calorimetría diferencial (DSC/TGA).

2.3. Elaboración de los compositos y de las probetas para evaluar resistencia a la tensión

2.3.1. Inyección de Plásticos.

La inyección, junto con la extrusión, representa el proceso más importante de fabricación de piezas de plástico. Con las máquinas de inyección se pueden

fabricar un producto de peso de unos cuantos miligramos hasta 100 kg, este proceso consiste en hacer pasar a presión el material termoplástico ablandado desde un cilindro caliente a las cavidades huecas de un molde. Después de un periodo de enfriamiento las dos mitades del molde se separan y la pieza formada se sale del molde.

La materia prima normalmente puede transformarse en un producto terminado en un solo paso.

Los plásticos que se transforman por inyección son normalmente termoplásticos como el polietileno, el polipropileno, el poliestireno, la poliamida, etc.

El proceso de inyección presenta las siguientes características distintivas:

- La pieza se obtiene a partir del plástico en una sola etapa,
- Normalmente se requiere poco o ningún trabajo posterior de acabado sobre la pieza,
- El proceso es totalmente automatizable,
- Las condiciones de fabricación son fácilmente reproducibles,
- Las piezas terminadas son de elevada calidad.

La inyección se trata de un proceso discontinuo que consiste en introducir, mediante un sistema hidráulico, una cantidad de material termoplástico en estado fundido dentro de la cavidad del molde relativamente frío. El molde contiene la reproducción en negativa de la pieza a fabricar. Tras un cierto tiempo, solidifica la masa inyectada y la pieza puede extraerse del molde abierto [8].

El proceso se puede dividir en 4 etapas: dosificación, llenado, compactación y enfriamiento.

- a) Dosificación: El material, en forma de grano o polvo, es transportado desde la tolva en dirección al extremo del cilindro, por medio de un husillo que gira dentro del mismo. El movimiento del husillo y las resistencias calefactoras situadas sobre el cilindro de plastificación permiten la fusión y al homogeneización del polímero.
- b) Llenado o inyección: El llenado o inyección consiste en introducir el material termoplástico fundido de la etapa de dosificación dentro de las cavidades

del molde. Al inyectar, el husillo avanza sin rotación, impulsado por el cilindro hidráulico, empujando la masa fundida dosificada a través de una boquilla hacia el interior del molde.

- c) Compactación: Además del volumen exacto para llenar el volumen (llenado volumétrico), debe introducirse una cantidad adicional del material por dos motivos:
- Para que el material a presión dentro del molde no retroceda de nuevo hacia el husillo.
 - Para compensar la contracción del polímero que hace que el material disminuya de dimensión al enfriar.
- d) Enfriamiento: El tiempo de enfriamiento empieza con el llenado y termina con el desmoldeo. Este tiempo se ajusta de tal modo que al final del mismo la pieza deberá tener sólo una temperatura que le permita ser estable en su forma, es decir, que no se deforme en exceso al extraerla del molde [9].

La técnica para la elaboración de los composites fue la de inyección de plásticos que consistió en hacer pasar a presión el material termoplástico ablandado desde un cilindro caliente a las cavidades huecas de un molde. Después de un periodo de enfriamiento las dos mitades del molde se separaron y la pieza formada se sacó del molde. El molde contiene la reproducción en negativa de la pieza a fabricar.

2.3.2. Metodología para la elaboración de las probetas.

Las probetas de PLA I se elaboraron mezclando ácido poliláctico (90%) e hidroxiapatita al (10) % en peso. En una inyectora de plástico de laboratorio con capacidad de un gramo, se fundió el ácido poliláctico durante un minuto a una temperatura de 110 °C y se agregó la hidroxiapatita en polvo dejando mezclarse durante 5 minutos. La mezcla se inyectó a un molde metálico con dimensiones establecidas en la norma ASTM-D-1708 [10], el cual se encontraba a una temperatura de 70 °C. El equipo utilizado para la elaboración de las probetas fue

un equipo inyector marca Atlas, modelo I.MM, con capacidad para un gramo de muestra (figura 11), [10].

Las probetas de PLA II se elaboraron mezclando ácido poliláctico (90%) e hidroxiapatita al (10) % en peso. Se fundió el ácido poliláctico durante un minuto a una temperatura de 135°C y se agregó la hidroxiapatita en polvo dejando mezclarse durante 5 minutos. La mezcla se inyectó en un molde metálico el cual se encontraba a una temperatura de 100°C.

Las probetas de DL PLA III se elaboraron mezclando ácido poliláctico (90%) e hidroxiapatita al (10) % en peso. Se fundió el ácido poliláctico durante un minuto a una temperatura de 100°C y se agregó la hidroxiapatita en polvo dejando mezclarse durante 5 minutos. La mezcla se inyectó a un molde metálico, el cual se encuentra a una temperatura de 70°C.

Las probetas de PURASORB® PL18 se elaboraron mezclando ácido poliláctico PL18 con las concentraciones de 100%, 95%, 90%,80% y 70% e hidroxiapatita al (0%, 5%, 10%, 20% y 30% respectivamente en peso. En una inyectora de plástico de laboratorio con capacidad de un gramo, se fundió el ácido poliláctico PL18 durante un minuto a una temperatura de 190°C y se agregó la hidroxiapatita en polvo dejando mezclarse durante 5 minutos. La mezcla se inyectó a un molde metálico con dimensiones establecidas en la norma ASTM-D-1708, el cual se encontraba a una temperatura de 180°C.

Tabla 9. Resultados obtenidos del comportamiento térmico T_g de los polímeros sintetizados.

Material	T_g (°C)
PLA I	111
PLA II	134
PLA III	98
PL 18	190



Figura 11. Inyectora marca Atlas, modelo I.MM.

Se obtuvieron probetas de ácido poliláctico/hidroxiapatita con las dimensiones que se muestran en la figura 12. Las dimensiones de las muestras son las establecidas por la norma ASTM-D-1708 [10].

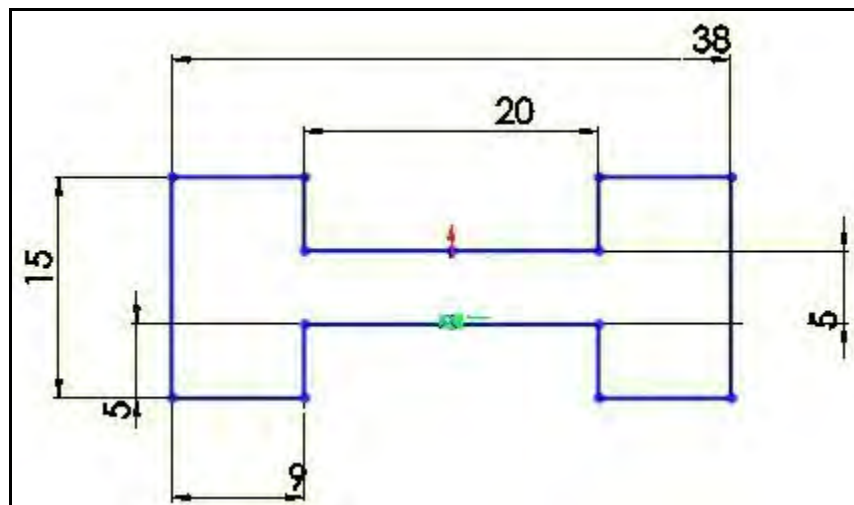


Figura 12. Dimensiones de la probeta para llevar a cabo estudios de resistencia a la tensión establecida en la norma ASTM-D-1708 [10]. Estas medidas están dadas en mm.

2.4. Equipos de caracterización

El material se caracterizó por difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDS), y espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), las

condiciones, características y la forma de operación del equipo se describen a continuación:

2.4.1. Difracción de rayos X.

Las frases cristalinas del material se identificaron por difracción de rayos X, con un difractómetro de rayos X para polvos marca Bruker modelo D8 Discover con detector Linxeye (ver figura 13), a condiciones de 5° a 90° en la escala 2θ .

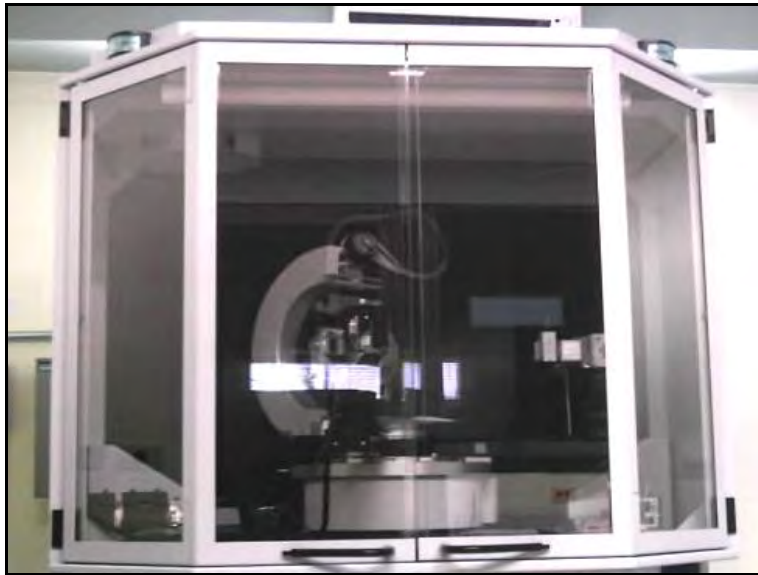


Figura 13. Difractómetro de rayos X para polvos marca Bruker modelo D8 Discover con detector Linxeye.

El material obtenido se molió previamente en un mortero de ágata, se colocó en un portamuestras de plástico con una cavidad cilíndrica, y el polvo se compacta con un vidrio plano, procurando que el polvo quede completamente comprimido lo más uniformemente posible. Se coloca en el difractómetro de polvos de rayos X, para la identificación de las fases que constituyen a la muestra en estudio.

2.4.2. Espectrofotómetro de infrarrojo

La identificación de los grupos funcionales presentes en el material se obtuvo por espectroscopía infrarroja, en el intervalo de infrarrojo medio que va de una longitud de onda de 400 a 4000 cm^{-1} , utilizando un espectrofotómetro marca

Bruker modelo Vertex 70 con accesorio de reflectancia total atenuada (ATR) como se observa en la figura 14.



Figura 14. Espectrofotómetro de infrarrojo marca Bruker modelo Vertex 70.

Después de someter al material obtenido a una molienda en el mortero de ágata, se añadió una pequeña muestra del material obtenido en el portamuestra con una cavidad cilíndrica (de diamante), de un centímetro de diámetro 0.5 cm de profundidad, esta se compacta y se lleva a cabo la lectura en el espectro de infrarrojo por transformada de Fourier.

2.4.3. Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)

Para la caracterización microestructural del material, se utilizó un microscopio Electrónico de Barrido marca Jeol, modelo JSM-6610LV (ver figura 15), equipado con una sonda de dispersión de Energía de Rayos X (EDS), marca Oxford. El análisis elemental se realizó con un voltaje de aceleración de 20 kV. Las muestras fueron previamente fijadas con cinta de grafito. La imagen fue formada con la señal de electrones secundarios y retrodispersados.



Figura 15. Microscopio electrónico de barrido JSM-6610LV.

La preparación de la muestra de hidroxiapatita para su caracterización a través de microscopía electrónica de barrido fue la siguiente: el material obtenido, se molió en un mortero de ágata, hasta obtener partículas lo más pequeñas posibles. Una pequeña cantidad se colocó sobre un cilindro de aluminio, se formó una capa fina sobre este cilindro, se recubrió con oro para hacerla conductora y se introdujo en la cámara de vacío para su análisis.

2.4.4. Análisis Termogravimétrico (TGA) y Calorimetría de barrido diferencial (Differential Scanning Calorimetry) o DSC

Se utilizó un equipo marca Netzsch modelo STA 449 F3 Júpiter (ver figura 16). Se pesaron los crisoles tanto el de referencia como el de la muestra. La cantidad de muestra utilizada fue de 9.9 mg de ácido L (+) Láctico, colocado en el crisol de muestra. La muestra se colocó en el aparato de DSC/TGA y se programó para que realizara incrementos de temperatura de 10 °C/ minuto.



Figura 16. Instrumento marca Netzsch modelo STA 449 F3 Júpiter.

2.4.5. Prueba de resistencia al esfuerzo de tensión.

Para evaluar la resistencia a la tensión de las probetas elaboradas de acuerdo a la norma ASTM-D-1708 [10], se utilizó un equipo de pruebas instrumentales, SHIMADZU AUTOGRAPH serie AGS-J, el cual se ilustra en la figura 17.



Figura 17. Máquina para evaluar la resistencia a la tensión de las probetas, marca SHIMADZU AUTOGRAPH serie AGS-J.

Bibliografía

- [1] Lobato Castañeda José M., "Síntesis de Hidroxiapatita mediante el método de sol-gel y su caracterización por técnicas físicas".(2005).
- [2] Kricheldorf, H.R. and Krieser, I. Makromol.Chem., (1986).,p.187,1861.
- [3] Kurcok, P.,Penczek, J., Franek, J., and Kedlinski, Z., "Macromolecules", (1992).p. 25, 2285.
- [4] Nijenhuis, A.J., Du, Y.J., van Aert, H.A.M., and Bastiaansen, C.," Macromolecules", (1995).p. 28, 2124.
- [5] Sinclair, R.G., U.S. Patent 4,045,418,(1977); Sinclair, R.G., U.S Patent 4,057,537,(1977).
- [6] Feijen, J., J. Appl. Polym. Sci.,vol. 62, (1996).,p.1295.
- [7] Jansson, K., Koskinen, J., and Selin, J.-F., U.S. Patent 6,214,967,(2001).
- [8] Ribes-Greus Amparo, Vilaplana-Domingo Francisco, Contat-Rodrigo Laura."Aspectos fundamentales de los polímeros.Degradación y Reciclaje de plásticos".,Universidad Politécnica de Valencia. Editorial UPV, (2008).,p.150-154.
- [9] Vincent-Vela María C.,Álvarez-Blanco Silvia,Zaragoza-Carbonell José L."Ciencia y Tecnología de los Polímeros"., Universidad Politécnica de Valencia. Editorial UPV (2006).,p.79-83.
- [10] Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics By Use of Microtensile Specimens. ASTM;D1708.

Capítulo III

Resultados

En el presente capítulo se muestran los resultados de la caracterización de las síntesis de los ácidos polilácticos, de la hidroxiapatita, y de los compósitos polímero/cerámicos. Así como sus propiedades mecánicas.

Se realizó la caracterización del ácido L (+) láctico para tomarlo como base, teniendo referencia características importantes como los grupos funcionales y su comportamiento en la polimerización del ácido L (+) láctico, su comportamiento térmico que estos presentan así también sus temperaturas de trabajo de los polímeros sintetizados con diferentes condiciones de trabajo.

También se realizó caracterización de la hidroxiapatita obtenida, en primer lugar para identificar la fase de la hidroxiapatita con la relación porcentual Ca/P de 1.67 en peso atómico, así como también observar si están presentes sus grupos funcionales principales.

3.1. Síntesis de hidroxiapatita a partir de nitrato de calcio y fosfato de diamonio en solución acuosa

En la figura 18 (a) y 18 (b) se muestra el producto obtenido de la reacción, en estas imágenes es posible apreciar partículas blanquecinas y quebradizas que se mantienen en el fondo del matraz como en el fondo del frasco.

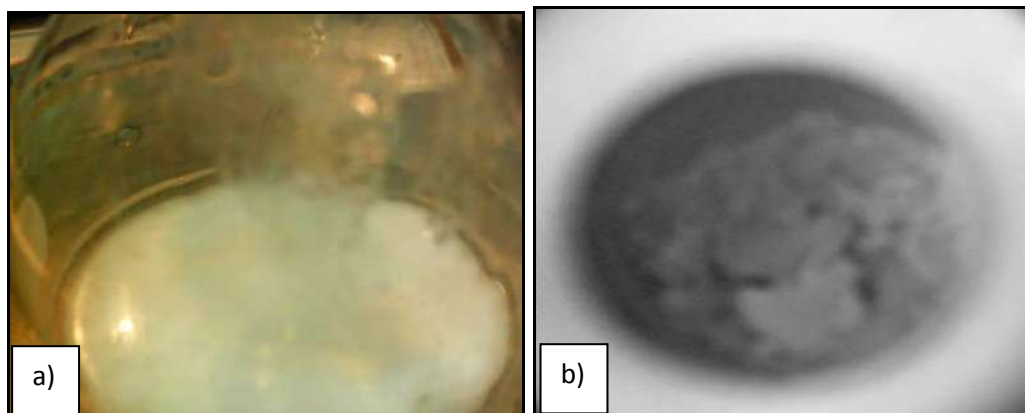


Figura 18 (a) y 18 (b). Producto de la reacción acuosa.

3.2. Polimerización general de los Ácidos Lácticos con catalizador

Se mantuvieron las condiciones necesarias que se muestran en la tabla 10 con respecto a las temperaturas de trabajo y adicionando el catalizador se obtuvieron los polímeros I, II y III, estos se muestran en la figura 19 (a), 19 (b) y 19 (c). Los polímeros I y II son muy parecidos en su textura y color, mientras que el polímero III presenta una textura blanda gomosa y de color amarillo.

Tabla 10. Condiciones de trabajo para la síntesis de polimerización de los diferentes ácidos polilácticos.

Ácido Poliláctico	Precursores		Temperatura de polimerización	Tiempo de polimerización
PLA I	7.89 ml de Ácido L (+) Láctico	0.82 ml de Octato de Estaño	70-170 °C	22 horas
PLA II	8 ml de Ácido L (+) Láctico	0.08ml de Octato de Estaño	70-170 °C	6 horas
PLA III	89 ml de Ácido (D-L) Láctico	0.89 ml de Octato de Estaño	100-200 °C	55 horas

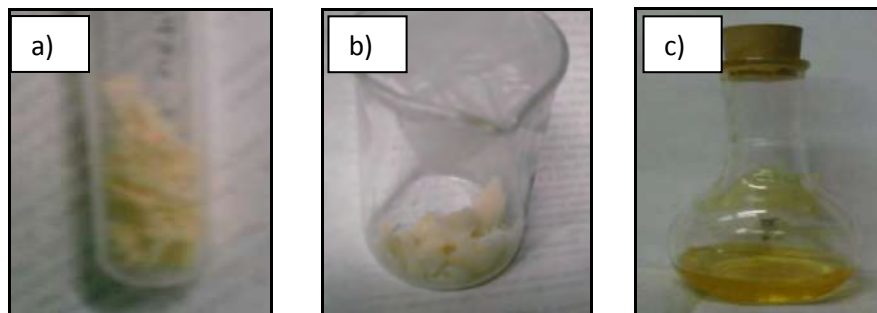


Figura 19. a) Ácido poliláctico I. b) Ácido poliláctico II. c) Ácido poliláctico III.

3.3. Elaboración del compuesto y de las probetas para evaluar la resistencia a la microtensión

Se obtuvieron probetas de ácido poliláctico/hidroxiapatita de los polímeros sintetizados (I, II, III) en una concentración de (90% / 10%) respectivamente en peso, también se realizaron probetas del ácido poliláctico PL 18 con hidroxiapatita, en concentraciones de (100% / 0%), (95% / 5%), (90% / 10%), (80% / 20%) y (70% / 30%), respectivamente en peso, con las dimensiones y forma que se muestran

en la figura 20. Las dimensiones de las muestras son las establecidas por la norma ASTM-D-1708 [1].

Las características de las probetas obtenidas son: Probetas de PLA I, representan un material duro pero frágil al mismo tiempo ya que al sacarlas del molde son muy quebradizas, la distribución de las partículas de hidroxiapatita se observan macroscópicamente., Probetas de PLA II, también son duras, pero un poco más flexibles comparándolas con las probetas de PLA I, la distribución de hidroxiapatita se observó de forma homogénea., Probetas PLA III, este material es muy flexible, consistencia blanda y que se puede deformar con facilidad., Probetas de PL 18, en general todas representaron a un material duro pero más resistente, tanto para sacarlas del molde, como al aplicarles una fuerza ajena a ellas, la distribución de las partículas de hidroxiapatita se observa homogéneamente en todos los cuerpos de las probetas.

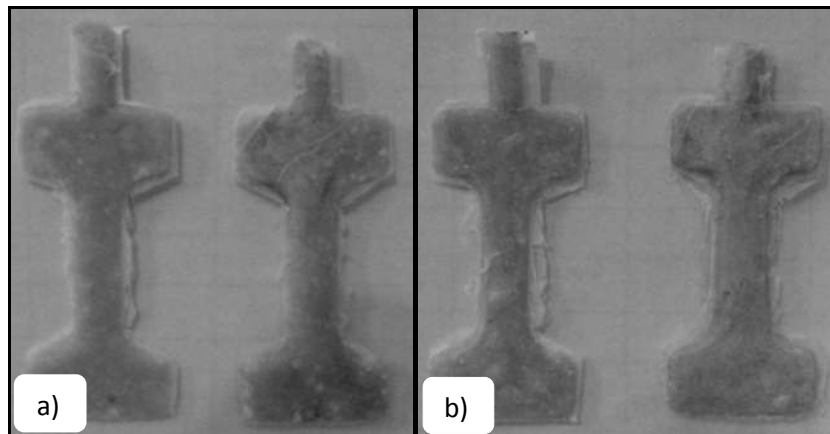




Figura 20. a) Probeta de PLA I, (90% / 10%) hidroxiapatita. b) Probeta de PLA II, (90% / 10%) hidroxiapatita. c) Probeta de PLA III, (90% / 10%) hidroxiapatita. d) Probeta de PURASORB® PL 18. Probetas de compuesto de PLA/HA, a, b, c y d con las medidas de acuerdo a la norma ASTM-D-1708 [1].

3.4. Caracterización fisicoquímica y dinámico mecánico

Los materiales se caracterizaron por Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), Microscopia Electrónica de Barrido (MEB), Espectroscopia de Dispersión de Rayos X (EDS), Difracción de Rayos X (DRX), Análisis de Calorimetría Diferencial (DSC), Análisis Termogravimétrico y Análisis Dinámico Mecánico, todos estos se describen a continuación:

3.4.1. Caracterización por Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

3.4.1.1. Caracterización del ácido L (+) láctico por FT-IR

Se realizó un análisis de espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier al ácido L (+) láctico marca Sigma al 98% tomándolo como base para compararlo con los diferentes ácidos polilácticos sintetizados, este se muestra en la figura 21. Ahí se presenta el espectro de infrarrojo del ácido L (+) láctico, la banda con un máximo en el número de onda 3338 cm^{-1} corresponde al grupo funcional OH. Las bandas presentes en 2991 y 2943 cm^{-1} son asignadas al modo de vibración del enlace C-H. La banda con señal de 1716 cm^{-1} corresponde al enlace C=O del grupo carboxilo y la banda presente en 1097 cm^{-1} es asignada a la vibración del grupo C-O [2].

En la figura 22, se presenta el espectro en el infrarrojo del ácido (DL) láctico, teniéndolo como base para la polimerización del mismo; la banda con un máximo en el número de onda 3382 cm^{-1} corresponde al grupo funcional OH. Las bandas presentes en 2987 y 2941 cm^{-1} son asignadas al modo de vibración del enlace C-H. La banda con señal de 1718 cm^{-1} corresponde al enlace C=O del grupo carboxilo y la banda presente en 1120 cm^{-1} es asignada a la vibración del grupo C-O [3].

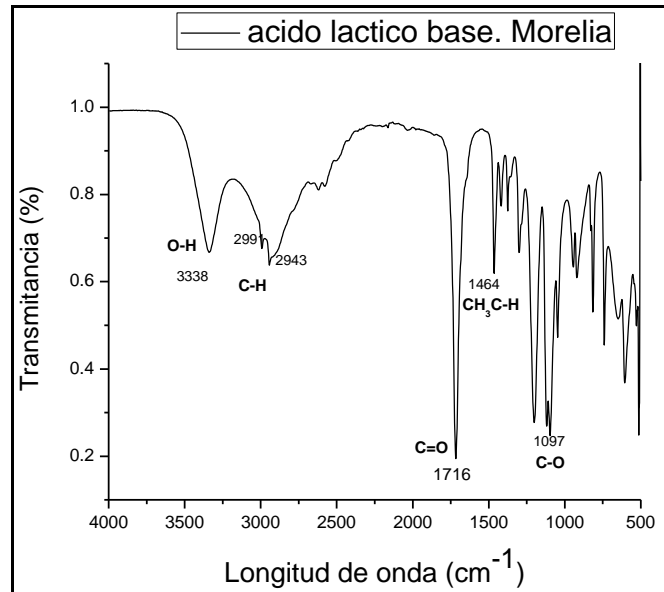


Figura 21. Espectro de FT-IR de ácido L (+) láctico, observándose sus grupos funcionales importantes.

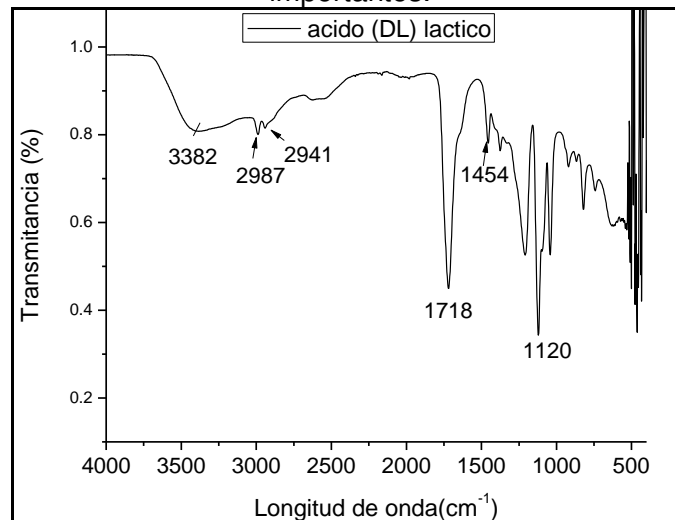


Figura 22. Espectro de FT-IR de ácido (DL) láctico.

El espectro de infrarrojo por transformada de Fourier del polímero PURASORB® PL 18 se observa en la figura 23. Este presenta la banda con un

máximo en el número de onda 3508 cm^{-1} corresponde al grupo funcional OH. La banda presente en el valor de 2999 cm^{-1} es asignada al modo de vibración del enlace C-H. La banda con señal de 1753 cm^{-1} corresponde al enlace C=O del grupo carboxilo y la banda presente en 1086 cm^{-1} es asignada a la vibración del grupo C-O [3].

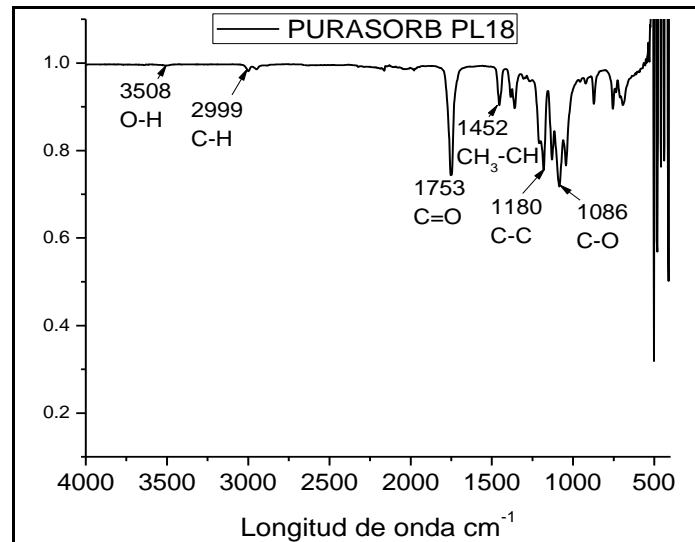


Figura 23. Espectro de FT-IR de PURASORB® PL 18, se pueden observar sus grupos funcionales.

Por espectroscopia en el infrarrojo se pueden analizar sólidos y líquidos con el fin de obtener información de enlaces químicos o grupos funcionales que componen a una muestra, se puede llevar a cabo análisis de polvos, líquido y películas gruesas.

3.4.1.2. Caracterización de hidroxiapatita por FT-IR

Los resultados obtenidos del análisis por espectroscopía de infrarrojo se presentan en la tabla 11. En el espectro se identificaron las bandas correspondientes al grupo (PO_4^{3-}) y grupos OH^- ambos característicos de la hidroxiapatita (HA) estequiométrica. Aunado a esto, se identificaron las bandas pertenecientes al grupo carbonato (CO_3^{2-}) resultados que indican que la hidroxiapatita sintetizada es del grupo B, que se refiere a la carbohidroxiapatita. En las cuales los grupos carbonatos (CO_3^{2-}) se encuentran sustituyendo parcialmente al grupo fosfato en la estructura cristalina.

Tabla 11. Bandas identificadas por espectroscopía de Infrarrojo (FTIR) de hidroxiapatita [4].

Grupo funcional	(FTIR) de hidroxiapatita longitud de onda (cm ⁻¹)
H ₂ O	1641.28
V ₃ (CO ₃ ²⁻)	1421.42
V ₃ (PO ₄ ³⁻)	1022.18
V ₁ (PO ₄ ³⁻)	960.47
V ₂ (CO ₃ ²⁻)	873.68
OH ⁻	628.74
V ₄ (PO ₄ ³⁻)	599.81

En la figura 24 se presenta el espectro de infrarrojo para la muestra obtenida, en éstas se encontraron las siguientes bandas: en 3569 y 629 cm⁻¹ la cual es asignada al grupo OH⁻; otra banda pequeña en 2322 cm⁻¹ es asignada al CO₂ físicamente absorbido o presente en el medio ambiente. Las bandas 2162, 1022, 960,600 y 557 cm⁻¹ son asignadas al grupo funcional PO₄³⁻. Mientras que las bandas en 1421, 874 cm⁻¹ son debidas al grupo CO₃²⁻ [4].

La banda que se encuentra en 1022 cm⁻¹ es la banda que identifica al grupo PO₄³⁻ y por consecuente la hidroxiapatita.

En 1421 cm⁻¹ es una banda de CO₃²⁻ sustituidos en sitios del grupo PO₄³⁻ de la hidroxiapatita, estas no son influenciadas por la absorción de CO₂ [4,5].

Todo este conjunto de grupos funcionales conforman a la hidroxiapatita [5].

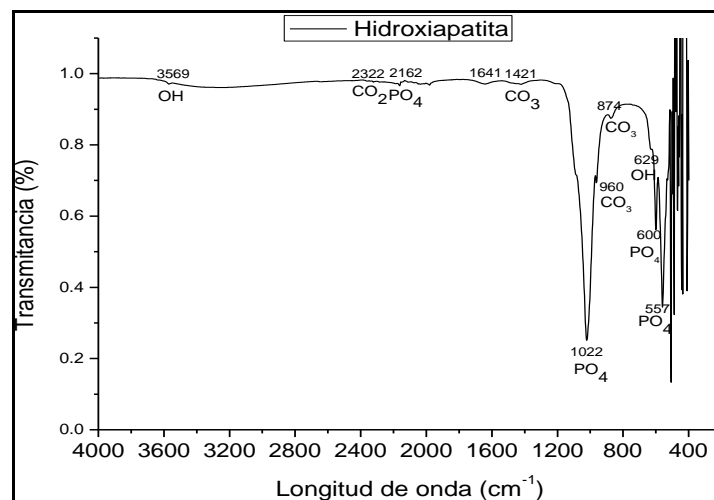


Figura 24. Espectro de FTIR de muestra de hidroxiapatita sintetizada.

Al PLA III se le realizó un seguimiento de polimerización a diferentes temperaturas por medio de un análisis de espectroscopía de infrarrojo, para comparar por medio de sus espectros de infrarrojo si existió alguna variación en las longitudes de onda de las bandas representativas, con el fin de determinar si las variables modificadas durante la polimerización reflejaban algún cambio significativo en la estructura del polímero [2].

Por lo tanto en la figura 25 se observa cómo va evolucionando la reacción de polimerización, en donde disminuye la señal del grupo hidroxilo debido a que el monómero al polimerizarse pierde grupos OH por la reacción de condensación y el grupo carboxilo del ácido es convertido al grupo carbonilo del éster formado [2,6].

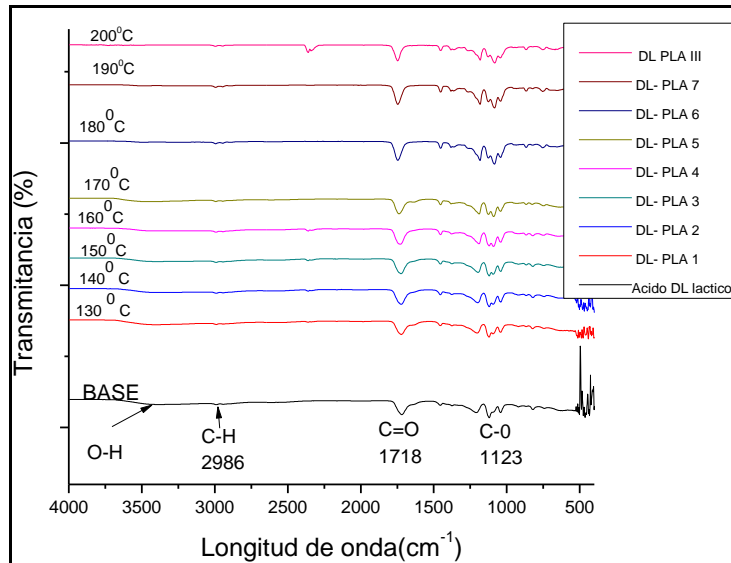


Figura 25. Espectro de FT-IR de PLA III, seguimiento de su síntesis a diferentes temperaturas.

Los resultados de este análisis (figura 25) mostraron que el polímero a diferentes temperaturas presentan las mismas bandas de absorción que el polímero obtenido, lo que evidenció que en su composición final no tiene relevancia alguna la modificación del tiempo de polimerización y el porcentaje de catalizador durante la síntesis.

En la figura 26 se comparan los espectros de infrarrojo de Transformada de Fourier (FTIR) de los materiales poliméricos obtenidos con el espectro para el ácido poliláctico PL 18, pudo comprobarse que los polímeros sintetizados fueron

similares al PL 18 sintetizado por la empresa PURAC debido a la gran similitud de las bandas observadas. Los resultados de sus longitudes de onda con respecto a sus grupos funcionales se muestran en la tabla 12.

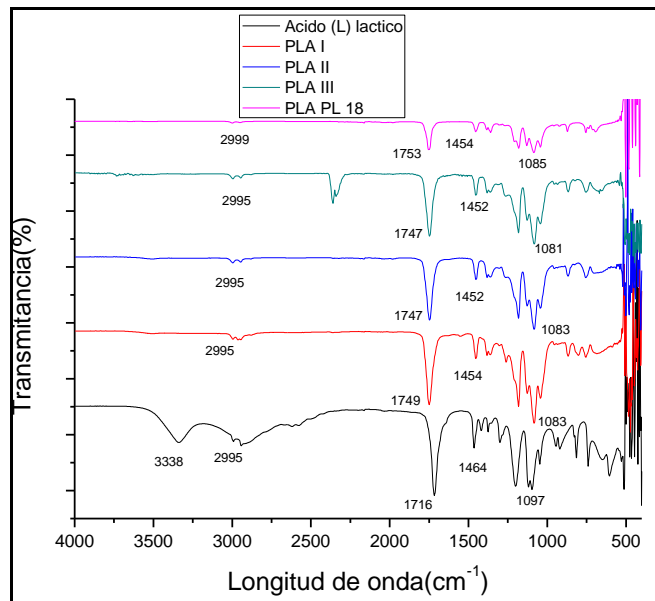


Figura 26. Espectros de FTIR de PLA I, PLA II, PLA III sintetizado y PLA PL 18 [7].

Tabla 12. Bandas identificadas por espectroscopía de Infrarrojo (FTIR) de los polímeros PLA I, PLA II, PLA III Y PL 18.

Grupo funcional	FTIR de polímeros polilácticos, longitud de onda (cm ⁻¹)				
	Ácido (L) láctico	PLA I	PLA II	PLA III	PL 18
O-H	3338	-	-	-	-
C-H	2995	2995	2995	2995	2999
C=O	1716	1749	1747	1747	1753
CH ₃ -CH	1464	1454	1452	1452	1454
C-O	1097	1083	1083	1081	1085

Comparando los espectros de Infrarrojo de Transformada de Fourier (FTIR) de algunos composites obtenidos (1/1 y 2/1), nos podemos dar cuenta que estos son similares entre sí con respecto a las bandas de sus grupos funcionales de importancia. Estos se muestran en el espectro de infrarrojo de la figura 27 [8].

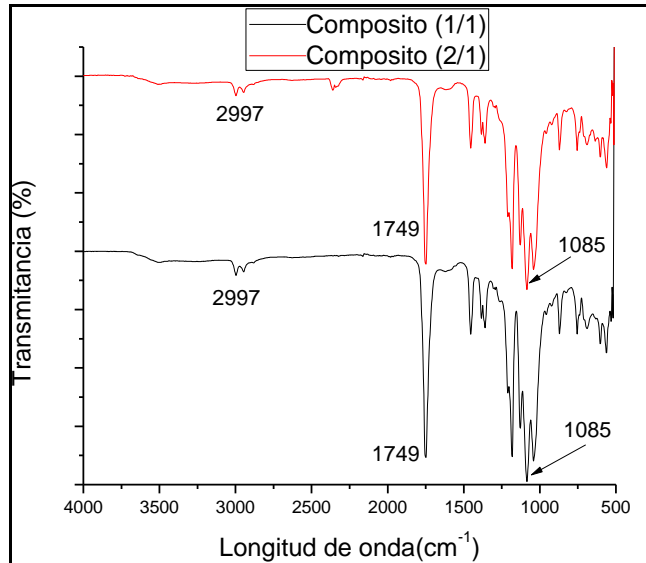


Figura 27. Espectros de FTIR de los compositos 1-1 vs 2-1 de PLA I / hidroxiapatita, PLA II / hidroxiapatita en concentración en peso de 90%/10% respectivamente [8].

EL espectro de Infrarrojo de Transformada de Fourier (FTIR) del composito 1/1, del PLA I, de la hidroxiapatita y del ácido (L) láctico, muestra que la banda principal de sus grupos funcionales de la hidroxiapatita y del ácido (L) láctico, están presentes en el composito, ver figura 28. Los resultados de sus longitudes de onda con respecto a sus grupos funcionales se muestran en la tabla 13 [8].

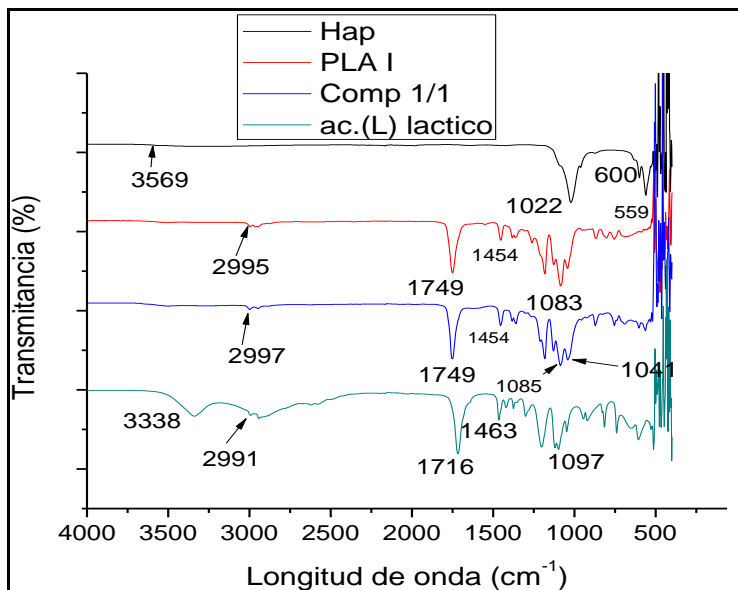


Figura 28. Espectro de FT-IR de ácido (L) láctico, PLA I, Hidroxiapatita y composito 1 de PLA/HA. Se pueden observar sus grupos funcionales importantes [8].

Tabla 13. Bandas identificadas por espectroscopía de Infrarrojo (FTIR) de hidroxiapatita, PLA I, composito 1/1 y ácido (L) láctico [8].

Hidroxiapatita	Posición del pico (cm ⁻¹)	PLA I	Posición del pico (cm ⁻¹)	Composito 1/1	Posición del pico (cm ⁻¹)	Ácido (L) láctico	Posición del pico (cm ⁻¹)
Grupo funcional		Grupo funcional		Grupo funcional		Grupo funcional	
-OH	3569	---		-CH	2997	-OH	3338
-PO ₄	2162	-CH	2995	-C=O	1749	-CH	2991
-PO ₄	1022	-C=O	1747	-CH ₃	1454	-C=O	1716
-PO ₄	600	-CH ₃	1452	-CO	1085	-CH ₃	1465
-PO ₄	559	-CO	1084	- PO ₄	1041	-CO	1095
				-PO ₄	603		

3.4.1.3. Caracterización de la hidroxiapatita por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Para observar con detalle la morfología de la hidroxiapatita, se utilizó la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido.

Los resultados del análisis por microscopía electrónica de barrido son mostrados en la figura 29. De manera general se observa una muestra que corresponde a un polvo de fosfato de calcio. En esta micrografía se pueden observar aglomerados de partículas heterogéneas submicrométricas de forma irregular [4, 9].

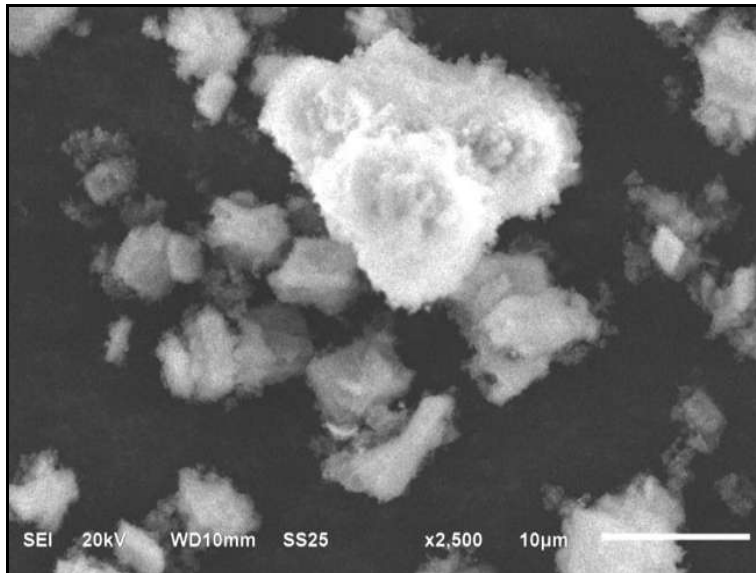


Figura 29. Micrografía de la hidroxiapatita a un aumento de 2500 ampliaciones.

En la figura 30, se pueden observar aglomerados de partículas heterogéneas en donde ninguna llega a tener un tamaño superior de $1\mu\text{m}$.

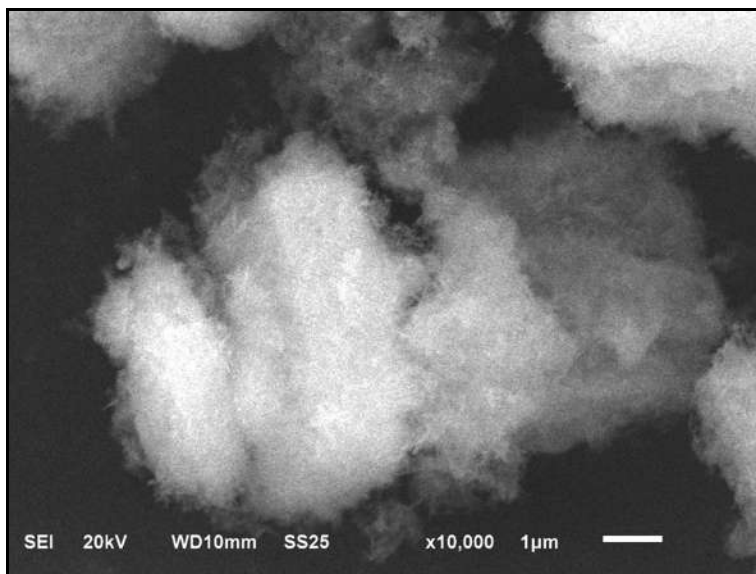


Figura 30. Micrografía de la hidroxiapatita a un aumento de 1000 ampliaciones.

En la figura 31, se puede observar partículas ultrafinas las cuales conforman a su vez aglomerados micrométricos con morfología de fibras en donde ninguna llega a tener un tamaño superior de $1\mu\text{m}$ [9].

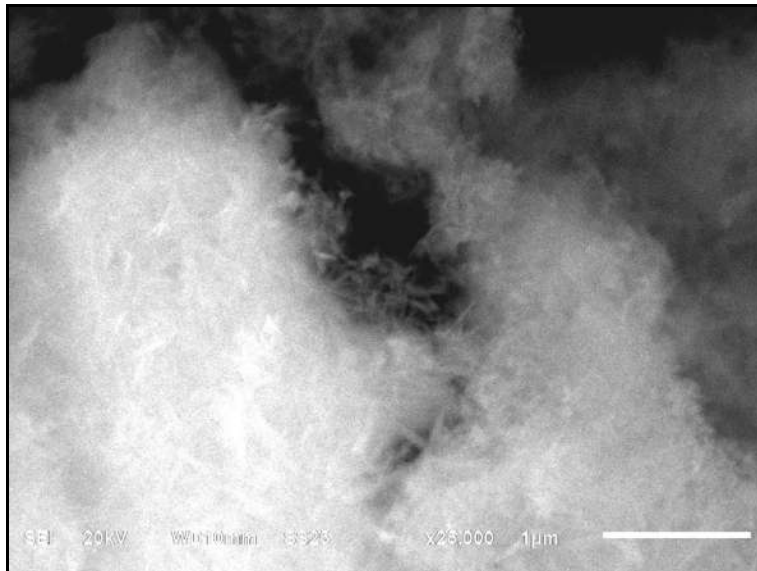


Figura 31. Micrografía de la hidroxiapatita a un aumento de 25000 ampliaciones.

La composición química en % atómico promedio realizado por microanálisis por EDS de esta zona del material es de C: 13.92%, O: 57.93%, P: 10.55%, Ca: 17.61% y con una relación promedio de Ca/P: 1.66 (Ver figura 32 y tabla 14) [4,10].

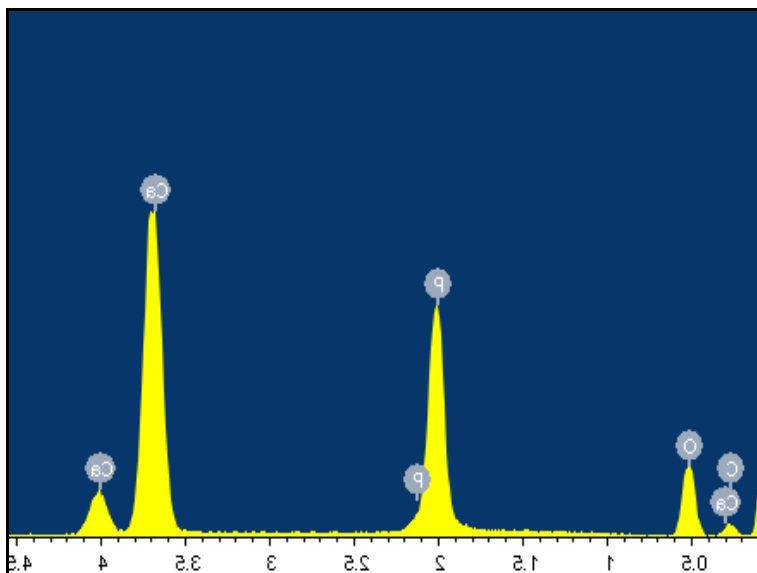


Figura 32. Espectro de dispersión de energía de rayos X de la hidroxiapatita.

Tabla 14. Composición química de la muestra de hidroxiapatita, relación de Ca/P: 1.66.

Elemento	% Peso	% Atómico
C	7.86	13.92
O	43.59	57.93
P	15.36	10.55
Ca	33.19	17.61

3.4.1.4. Caracterización del composito de ácido poliláctico con hidroxiapatita (probetas) por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Para observar con detalle la morfología de la probeta en la sección donde se fracturó, se utilizó la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido marca Jeol, modelo JSM-6610LV.

Los resultados del análisis por microscopía electrónica de barrido son mostrados en la figura 33. De manera general se observa en la fractografía que las partículas de hidroxiapatita fueron uniformemente dispersadas en la matriz polimérica. También se observa en la fractografía, la matriz polimérica de ácido poliláctico y algunas partículas de polvo de tamaño nanométrico que corresponde a un polvo de fosfato de calcio a una ampliación de 5000x. En la figura 34, se puede observar la matriz polimérica de ácido poliláctico con una ampliación de 100x. Estas dos micrografías se correlacionan con los Espectros de Infrarrojos de Transformada de Fourier, en donde también nos indica que la hidroxiapatita esta dispersa en todo el cuerpo de las probetas de los compositos y en estas fractografías se pueden observar dicho relación, en donde la hidroxiapatita esta embebida en la matriz polimérica.

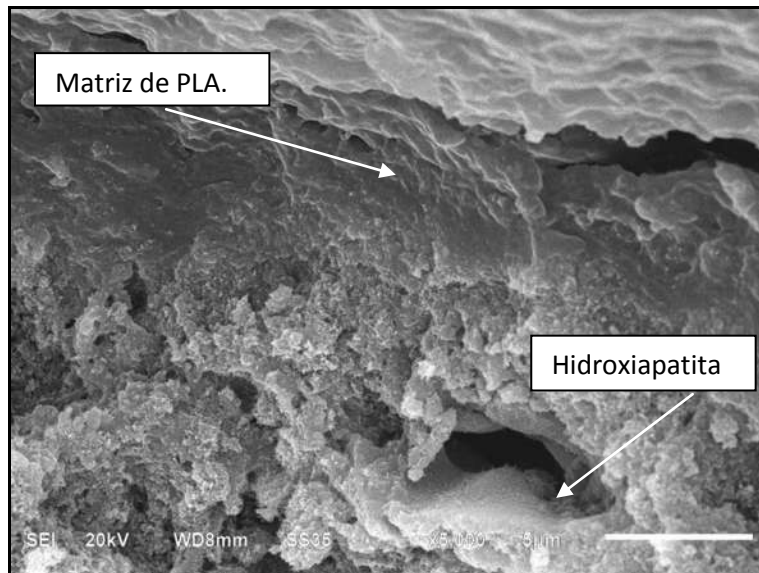


Figura 33. Micrografía del compuesto PLA II/HA a una ampliación de 5000x, se observa la matriz polimérica y algunas partículas de hidroxiapatita.

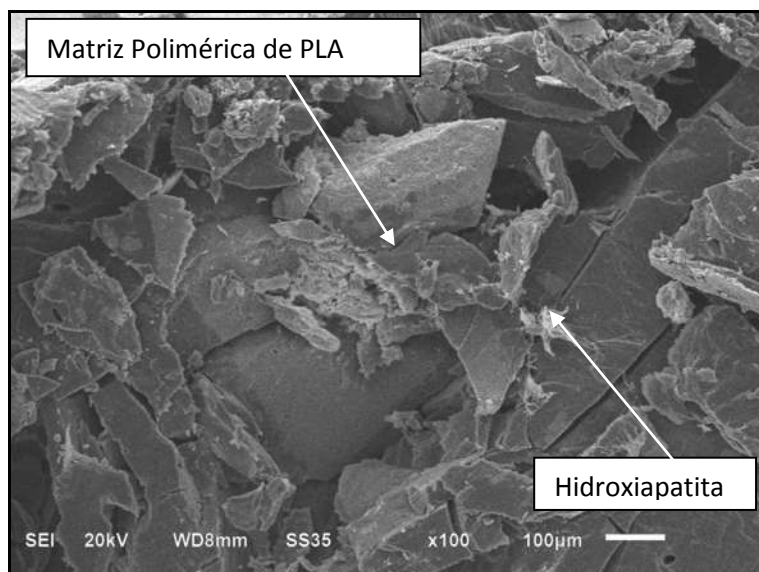


Figura 34. Micrografía de la matriz polimérica de PLA I / HA a una ampliación de 100x.

En la figura 35, se observa la micrografía con una ampliación de 1000x de la matriz polimérica, en donde podemos resaltar que se observan unas zonas de fibras del polímero.

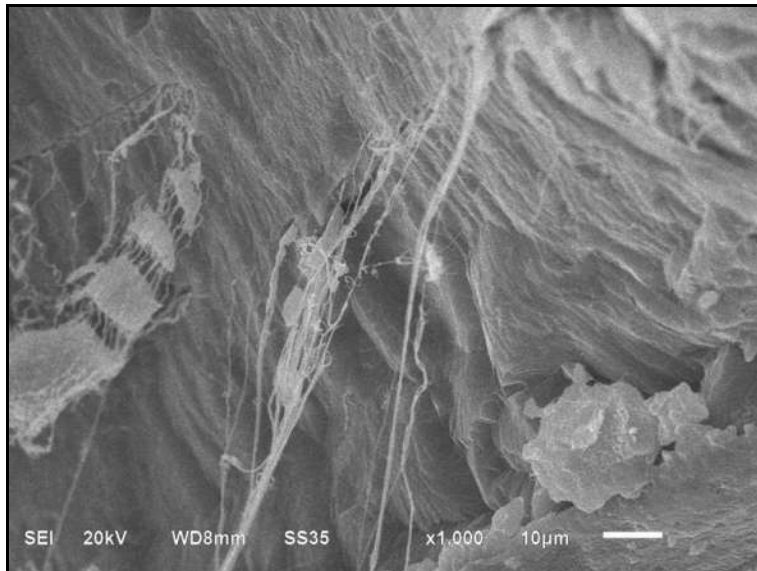


Figura 35. Micrografía de la matriz polimérica a una ampliación de 1000x.

3.4.1.5. Caracterización por difracción de rayos X de la hidroxiapatita

En la figura 36 observamos el difractograma de la muestra correspondiente a la hidroxiapatita sintetizada, en este se observa la presencia única de esta fase.

Las muestras preparadas fueron caracterizadas por difracción de rayos X (DRX) en un difractómetro para polvos marca Bruker modelo D8 Discover, con radiación de $\text{Cu } \alpha(1.5406 \text{ \AA})$ voltaje de 40 Kv, tamaño de paso de 0.03 con una velocidad de barrido de 0.6 segundos, y con detector Linxeye, a condiciones de 10° a 90° en la escala 2θ [4,10].

En la muestra se detecta un pico alrededor de 31.8 en 2θ que corresponde al pico principal para la fase cristalina del fosfato de calcio $[\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2]$.

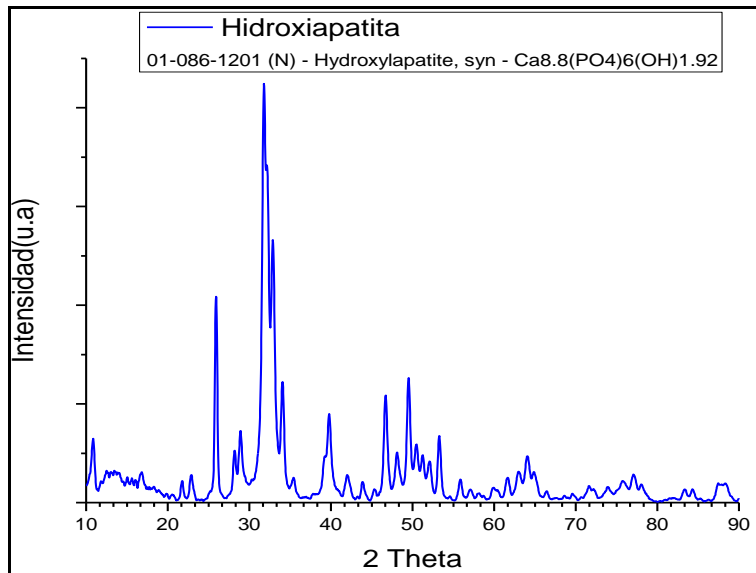


Figura 36. DRX de la Hidroxiapatita obtenida por el método de precipitación acuosa

Mediante esta caracterización, se encontró alta cristalinidad de la hidroxiapatita determinándose los parámetros de red de la celda unitaria hexagonal y tamaño de cristal calculados por la ecuación de Scherer y usando los valores del ancho medio (FWHM) de las reflexiones (002), (300) y (222). Los valores calculados de los parámetros de la celda $a = 0.9435 \text{ nm}$ y $c = 0.6865 \text{ nm}$ (ver tabla 15), estos coinciden con trabajos anteriormente reportados en la literatura [4,10].

Ecuación de Scherer: $D_{hkl} = K\lambda / \Delta(2\theta) \text{ Cos } \theta$

Donde D_{hkl} es la dimensión cristalina; K es la constante de Scherer ($K=0.9$); λ es la longitud de onda, $\lambda = 1540 \text{ \AA}$ y θ es el ángulo de difracción.

Tabla 15. Parámetros de red y tamaño de cristalita [4,10].

Muestra	Relación Ca/P (molar)	Parametros de red (Å)		Tamaño de cristalita (nm)			Relación de tamaños (002)/(300)
		a	c	(002)	(300)	(222)	
HA	1.66	9.435	6.87	29.7	24.5	21.6	1.21

3.4.1.6. Caracterización térmica

3.4.1.6.1. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Se realizó un análisis de calorimetría diferencial (DSC) al ácido L (+) láctico para determinar su punto de fusión y su temperatura de transición vítrea (ver figura 37). Este análisis fue llevado a cabo en un DSC/ TGA marca Netzsch modelo STA 449 F3 Júpiter.

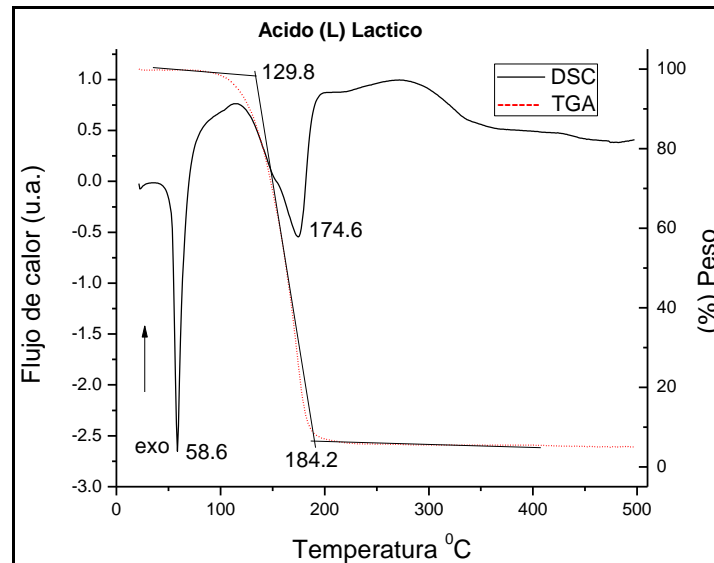


Figura 37. Termograma de DSC y TGA del ácido L (+) láctico.

Se observa en el termograma (figura 37) de calorimetría diferencial que la temperatura de transición vítrea (T_g) es de 58.60 °C y la temperatura de fusión (T_m) es de 174.60 °C del ácido L (+) láctico [6]. Lo que nos indica que la muestra sufrió un par de transformaciones físicas de fase, lo cual por ser una muestra de principio sólida que se transforma a líquida fue necesario un flujo de calor mayor con respecto a un crisol de referencia para así describir un proceso endotérmico.

El termograma se utilizó para determinar los rangos de temperatura de trabajo durante la polimerización del ácido láctico. Este reveló una pérdida de peso del ácido láctico entre 129 y 184 °C y una degradación total del mismo de por encima de los 230 °C, estos resultados ayudaron a consolidar las bases para desarrollar el proceso de obtención propuesto [2].

Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) de los PLAs sintetizados: Las muestras poliméricas se sometieron a análisis de calorimetría diferencial para

determinar su punto de fusión y temperatura de transición vítrea, este análisis fue llevado a cabo con una velocidad de calentamiento de $10^{\circ}\text{C}/\text{minuto}$ en un rango de temperatura de 23 a 400°C , bajo atmosfera de nitrógeno (ver figura 39). En la tabla 16, se muestran los datos térmicos obtenidos de los polímeros sintetizados.

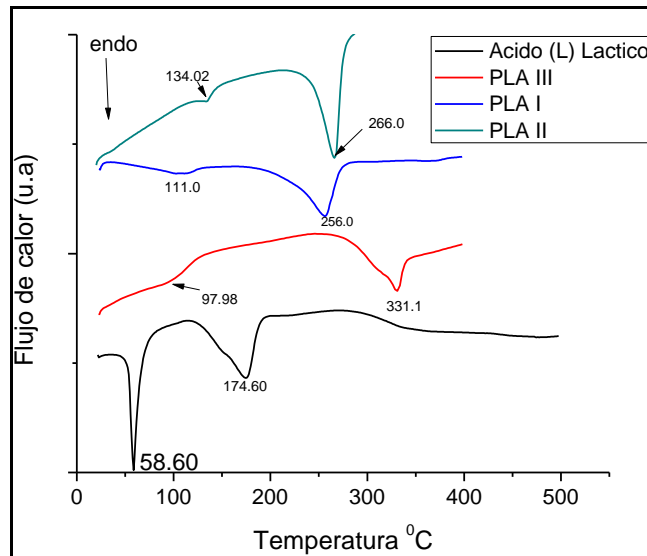


Figura 38. Termogramas de DSC de los ácido polilácticos sintetizados.

Tabla 16. Resultados obtenidos del comportamiento térmico de los polímeros sintetizados.

Material	T_g ($^{\circ}\text{C}$)	T_m ($^{\circ}\text{C}$)	Tiempo de síntesis (horas).
Ácido (L) láctico	58.6	174.6	-----
PLA III	97.98	331.1	55
PLA I	111	256	22
PLA II	134.02	266	6

Teniendo como base las temperaturas de T_g y T_m del ácido L (+) láctico podemos observar los resultados de las diferentes temperaturas de los polímeros sintetizados en donde se observa su comportamiento térmico y el mejoramiento de propiedades térmicas con respecto al tiempo de polimerización. También estas temperaturas térmicas fueron útiles en la elaboración de las probetas, ya que estas temperaturas de T_g se utilizaron para ablandar a los polímeros para así poder agregar el material de refuerzo, en este caso la hidroxiapatita.

Análisis Termogravimétrico (TGA): Por medio de este análisis se detallaron las diferentes zonas de degradación presentes en los diferentes polímeros sintetizados y se compararon sus respectivas temperaturas (ver figura 39) [2,11].

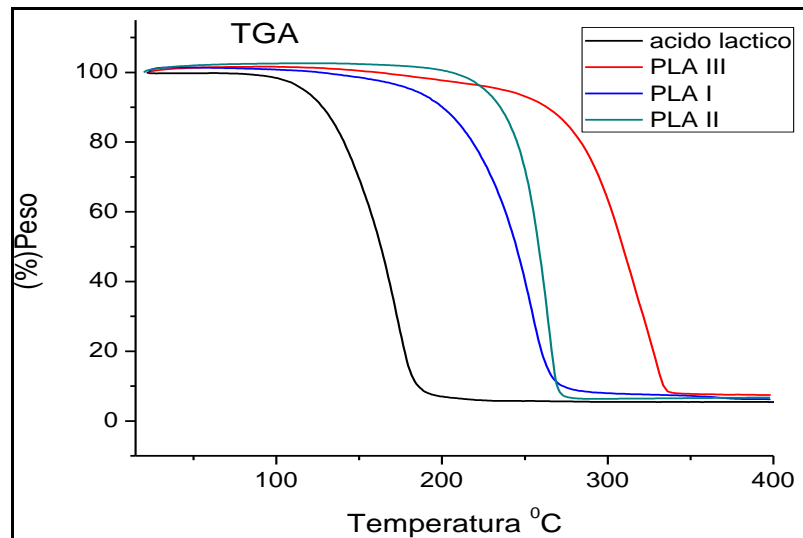


Figura 39. Termograma de TGA de los polímeros sintetizados y del ácido (L) láctico.

Se realizó también un análisis de calorimetría diferencial (DSC) al PURASORB® PL 18 para determinar su punto de fusión y su temperatura de transición vítrea (ver figura 40).

Se observa en el termograma de calorimetría diferencial que la temperatura de transición vítrea (T_g) es de $190.67\text{ }^{\circ}\text{C}$ y la temperatura de fusión (T_m) es de $359.35\text{ }^{\circ}\text{C}$ del PURASORB® PL 18, lo que nos indica que la muestra sufrió transformaciones físicas de fase, lo cual corresponde a que era una muestra de principio sólida que se transforma a líquida para así describir un proceso endotérmico.

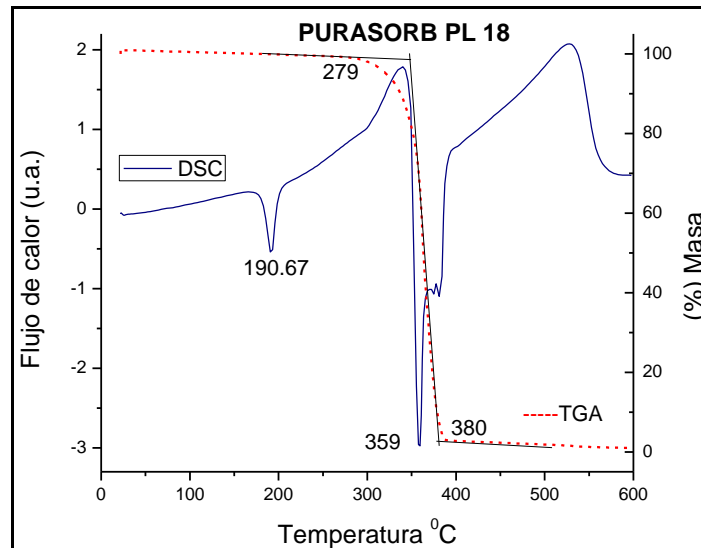


Figura 40. Termograma de DSC y TGA del PURASORB® PL 18.

Este termograma también se utilizó para determinar los rangos aproximados de temperatura de trabajo durante la elaboración del compuesto. Este reveló una pérdida de peso del PURASORB® PL 18 entre aproximadamente 279° y 380 ° C y una degradación total del mismo de por encima de los 400 ° C.

3.5. Evaluación a las pruebas mecánicas.

Para evaluar la resistencia a la tensión de las probetas elaboradas de acuerdo a la norma ASTM-D-1708 [1,12], se utilizó un equipo de pruebas instrumentales, SHIMADZU AUTOGRAPH serie AGS-J.

En la figura 41 se puede apreciar con detalle una probeta sujeta a la prueba de resistencia a la tensión antes y después de llegar a fracturarse (a y b respectivamente).



Figura 41. Probeta en pinzas de tensiómetro: a) sin fracturar, b) fracturada.

Los resultados de las evaluaciones de resistencia al esfuerzo de tensión se presentan a continuación.

Las formulas utilizadas para el cálculo de esfuerzo, deformación (mm) y deformación (%) se muestran a continuación:

$$\text{Deformación} = \mathcal{E} = l - l_0 / l_0 \text{ y Deformación porcentual} = (\text{Deformación} \times 100)$$

$$\text{Esfuerzo} = \sigma = F / A_0$$

Donde A_0 es el área original de la sección transversal de la probeta antes de iniciarse el ensayo, l_0 es la distancia original entre marcas calibradas y l es la distancia entre las mismas..

El modulo de elasticidad o módulo de Young, E , es la pendiente de la curva esfuerzo- deformación en su región elástica.

$$E = \sigma / \mathcal{E}$$

En la figura 42 se muestra la gráfica que corresponde a los resultados de la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas hechas de ácido poliláctico (PLA I) con hidroxiapatita con un porcentaje en peso de 90:10 respectivamente, se observa que la probeta 1-2 es la que presento un esfuerzo máximo de 1.85 MPa a ser deformada por la aplicación de una fuerza a elongación de 0.019 mm, aunque no soporto demasiado esfuerzo fue la que opuso

más resistencia a ser elongada hasta llegar a la fractura, la probeta 1-1 presento un esfuerzo de 1.55 MPa a ser deformada por lo cual presento una elongación de 0.023 mm. Adicionalmente se observa que la probeta 1-2 presento una máxima deformación de 1.99 %, mientras que la probeta 1-1 presento una máxima deformación de 2.33 %.

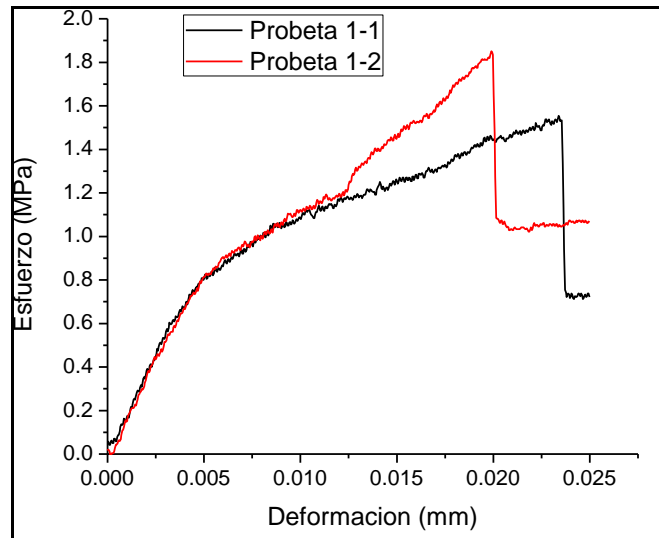


Figura 42. Gráfica que muestra las probetas del compuesto PLA I (90%) / HA (10%).

En la figura 43 se muestra la gráfica de los resultados de la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas hechas de ácido poliláctico (PLA II) con hidroxapatita con un porcentaje en peso de 90:10 respectivamente, se observa que la probeta 2-1 es la que presento un esfuerzo máximo de 2.46 MPa a ser deformada por la aplicación de una fuerza a elongación de 0.010 mm, aunque no soporto demasiado esfuerzo fue la que opuso más resistencia a ser elongada hasta llegar a la fractura, la probeta 2-2 presento un esfuerzo de 0.58 MPa a ser deformada por lo cual presento una elongación de 0.075 mm., esto se puede deber a que en la probeta 2-2 pudo tener un defecto en el cuerpo de la probeta que no se observa a simple vista, lo que ocasiono que presentara una fractura a un menor esfuerzo aplicado. Adicionalmente se aprecia que los valores de la probeta 2-1 presento una máxima deformación de 10.14%, mientras que la probeta 2-2 presento una máxima deformación de 7.54%.

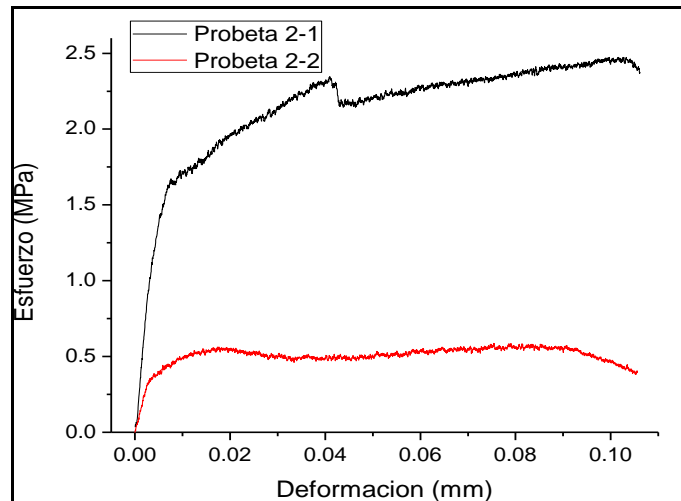


Figura 43. Gráfica que muestra las probetas del compuesto PLA II (90%) / HA (10%).

En la figura 44 se muestra la gráfica que corresponde a los resultados de la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas hechas de ácido DL-DL-poliláctico (PLA III) con hidroxapatita con un porcentaje en peso de 90:10 respectivamente, se observa que la probeta 3-2 es la que presentó un esfuerzo máximo de 0.292 MPa a ser deformada por la aplicación de una fuerza de elongación de 0.039 mm, aunque no soportó demasiado esfuerzo esta fue la que opuso más resistencia a ser elongada hasta llegar a la fractura, la probeta 3-1 presentó un esfuerzo de 0.126 MPa a ser deformada por lo cual presentó una elongación de 0.294 mm. Se puede observar que en la curva la probeta 3-2 presenta una caída de esfuerzo después del punto de fluencia en su zona plástica a valores negativos; esto se puede deber a que el material al ser muy blando, después de resistir un cierto esfuerzo pudo relajarse y sin la aplicación de una fuerza, este mismo siguió deformándose. Adicionalmente se observa que los valores de la probeta 3-1 presentaron una máxima deformación de 29.44 %, mientras que la probeta 3-2 presentó una máxima deformación de 3.92 %.

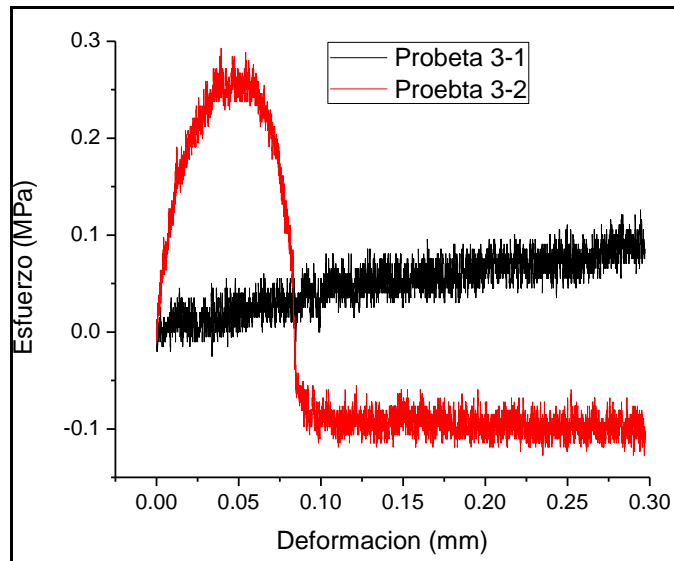


Figura 44. Gráfica que muestra las probetas del compuesto PLA III (90%) / HA (10%).

Tabla 17. Se presenta los datos de los resultados de la evaluación de la resistencia a la tensión de las probetas preparadas, así como de sus valores promedios.

Muestra	Esfuerzo σ (MPa)	Deformación ϵ (mm)	Deformación (%)
Probeta 1-1	1.55	0.023	2.33
Probeta 1-2	1.85	0.019	1.99
Promedio	1.7	0.021	2.16
Probeta 2-1	2.46	0.01	10.14
Probeta 2-2	0.58	0.075	7.54
Promedio	1.52	0.0425	8.84
Probeta 3-1	0.126	0.294	29.44
probeta 3-2	0.292	0.039	3.92
Promedio	0.209	0.1665	16.68

Se realizaron 3 análisis estadístico de regresión lineal simple a cada probeta de PLA I, PLA II y PLA III, para poder obtener el módulo de elasticidad, los resultados se muestran a continuación en la tabla 18, 19 Y 20 con concentración de PLA 90% y hidroxiapatita 10%.

Tabla 18. Resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 1-1 y 1-2

Esfuerzo vs Deformación	Modulo de Young (MPa)	Desviación estándar (±)
Probeta 1-1	1.73	0.086
Probeta 1-2	1.75	0.054

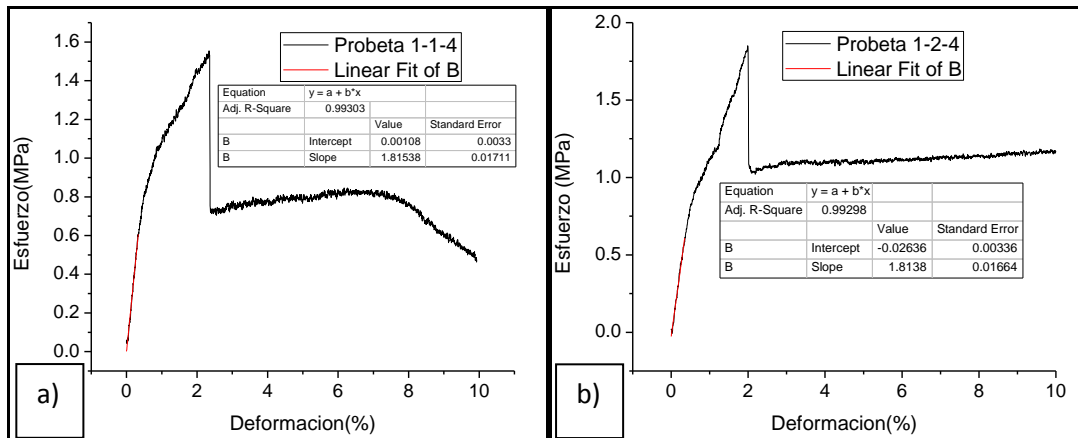


Figura 45. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 1-1 (a) y 1-2 (b), se realizó una regresión lineal para obtener así la pendiente en la parte proporcional esfuerzo-deformación de las gráficas.

Tabla 19. Se muestran los resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 2-1 y 2-2.

Esfuerzo (MPa) vs Deformación (%)	Modulo de Young (MPa)	Desviación estándar (±)
Probeta 2-1	3.55	0.0961
Probeta 2-2	1.24	0.0098

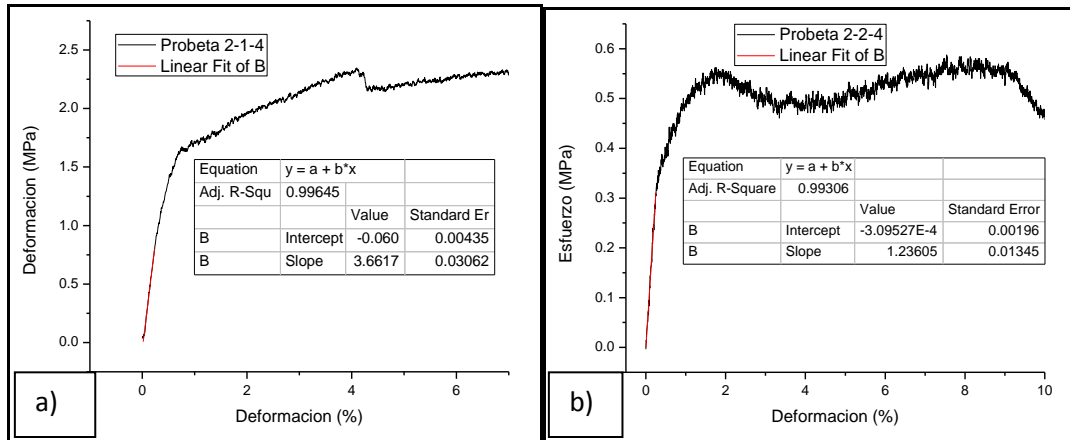


Figura 46. Se muestran los gráficos para obtener el módulo elástico de las probetas 2-1 (a) y 2-2 (b), se realizó una regresión lineal para obtener así la pendiente en la parte proporcional esfuerzo-deformación de las gráficas.

Tabla 20. Se muestran los resultados que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 3-1 y 3-2.

Esfuerzo vs Deformación	Modulo de Young (MPa)	Desviación estándar (±)
Probeta 3-1	0.002	0.0001
Probeta 3-2	0.1042	0.0062

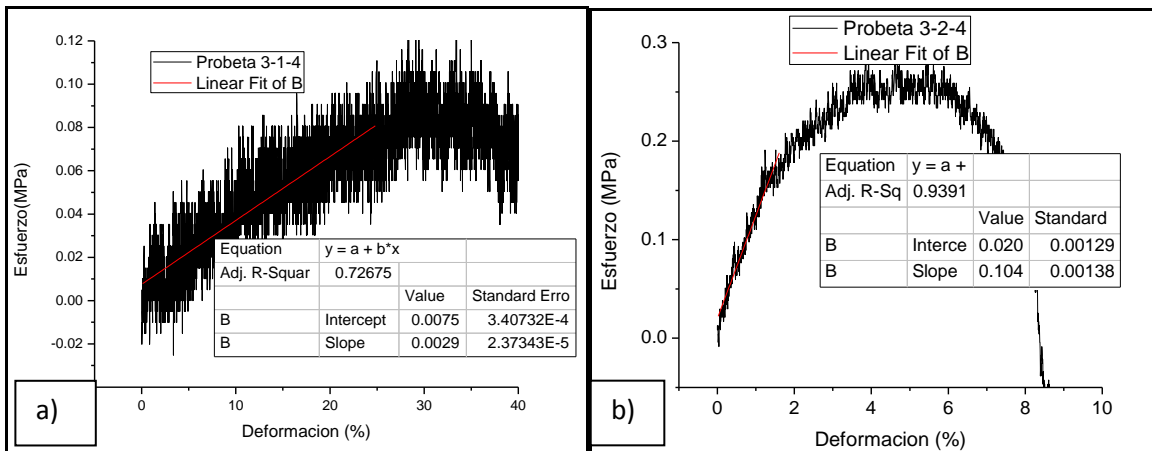


Figura 47. Se muestran los gráficos para obtener el módulo elástico de las probetas 3-1 (a) y 3-2 (b), se realizó una regresión lineal para obtener así la pendiente en la parte proporcional esfuerzo-deformación de las gráficas.

Tabla 21. Resultados promedios de Modulo de Young de las probetas PLA I, II Y III.

Esfuerzo vs Deformación	Modulo de Young (MPa)	Desviación estándar (\pm)
Probeta 1-1	1.73	0.086
Probeta 1-2	1.75	0.054
Promedio	1.74	0.07
Probeta 2-1	3.55	0.0961
Probeta 2-2	1.24	0.0098
Promedio	2.395	0.05295
Probeta 3-1	0.002	0.0001
Probeta 3-2	0.1042	0.0062
Promedio	0.0531	0.00315

De los materiales PLA I, PLA II Y PLA III, el que presenta mejores propiedades mecánicas al esfuerzo de tensión es el material PLA II, debido a que presenta un modulo de Young de 2.39 MPa, siguiéndole el PLA I con un modulo de Young de 1.74 MPa y por último el PLA III con un modulo de Young de 0.05 MPa. La pureza de la materia prima, influye para la polimerización, además de su estequiometria, ya que el PLA I y PLA II se utilizo el monómero (L), mientras que el PLA III era la mezcla racémica de ambos monómeros (L-D), el grado de cristalinidad también tiene un papel importante en las propiedades mecánicas del los PLAs sintetizados, el PLA II presenta una T_g mayor (ver tabla 16), siguiéndole el PLA I y por último el PLA III, de esta manera los polímeros presentaron sus mejores propiedades mecánicas debido a que presentan un mayor orden en su cadena polimérica y se ve reflejado en una mayor T_g , al presentar el PLA II un mayor grado de cristalinidad es también el que presenta una mayor resistencia a ser deformado por una fuerza externa. Por el contrario el PLA III es el que presentó un grado de cristalinidad menor, por tal motivo su T_g en el termograma fue el que presentó el menor valor de temperatura, o en otra palabras es el que presenta una T_g más cercana a la temperatura ambiente lo que nos indicó que este material es el menos ordenado en su cadena polimérica y por tal motivo el presento el menor esfuerzo a ser deformado. Correlacionando estos resultados por medio de la técnica de infrarrojo por transformada de Fourier figura 26 podemos observar que las vibraciones de los grupos funcionales importantes

(C=O) son menores en el PLA II comparando con el PLA I, lo que da como resultado unas mejores propiedades mecánicas ya que los enlaces que se formaron en la polimerización son más estables y por lo tanto se formó un enlace más fuerte molecularmente hablando y estos presentan una mayor oposición a que una fuerza externa los deforme, sin embargo en estos mismos resultados (figura 26), se observa que el polímero PLA III presentó unas vibraciones similares al PLA II, lo cual sugiere que presente similares propiedades mecánicas, sin embargo el PLA III presentó el menor módulo de Young debido a que es la matriz es más amorfa (de acuerdo a los resultados de DSC de la figura 38), por ser el dímero D-L ácido poliláctico (ver tabla 16) y en el infrarrojo (figura 26), presentó una contaminación (alrededor de 2300 cm^{-1}), de oxígeno en el ambiente al momento de realizar el análisis.

Las aportaciones de las micrografías nos indican también esta relación ya que se observa que en la micrografía (figura 33) Las partículas de hidroxiapatita están completamente dispersas en la matriz polimérica, están son polvos finos que en la fractografía se observan más homogéneamente distribuidas, mientras tanto en la fractografía (figura 34) se observa al compuesto de PLA I/HA, en donde se observó que las partículas están presentes en toda matriz polimérica pero las partículas formaron aglomerados en forma de grumos por lo cual se determina que esto influyó en la resistencia que opuso a ser deformada. Debido a esto el compuesto con partículas más pequeñas de hidroxiapatita presentes en la matriz polimérica presenta mejores propiedades mecánicas.

En contraste las probetas de PLA I, exhibieron un promedio de un esfuerzo máximo de 1.7 MPa, sin embargo fueron las que soportaron una deformación menor de 0.021 mm (2.16%) presentando un comportamiento de un material con fractura frágil.

Las probetas de PLA II exhibieron un promedio de un esfuerzo máximo de 1.52 MPa con una deformación de 0.0425 mm (8.84%) de deformación por lo que presenta un comportamiento de un material con fractura dúctil.

Las probetas de PLA III exhibieron un promedio de un esfuerzo máximo de 0.209 MPa con una deformación de 0.1665 (16.68%) de deformación por lo que presenta un comportamiento de un material elástico.

Los resultados de resistencia al esfuerzo de tensión para las probetas del polímero PLA 18 se muestran a continuación:

En la figura 48 se muestra la gráfica que corresponde a los resultados de la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas hechas de PL 18 puros (probeta 1, probeta 8), se observa que la probeta 8 es la que presentó un esfuerzo máximo de 19.57 MPa a ser deformada por la aplicación de una fuerza a elongación de 0.035 mm, aunque no soportó demasiado esfuerzo fue la que opuso más resistencia a ser elongada hasta llegar a la fractura, la probeta 1 presentó un esfuerzo de 19.56 MPa a ser deformada por lo cual presentó una elongación de 0.034 mm. Adicionalmente se observa que la probeta 8 presentó una máxima deformación de 3.52 %, y la probeta 1 presenta una máxima deformación de 3.44%.

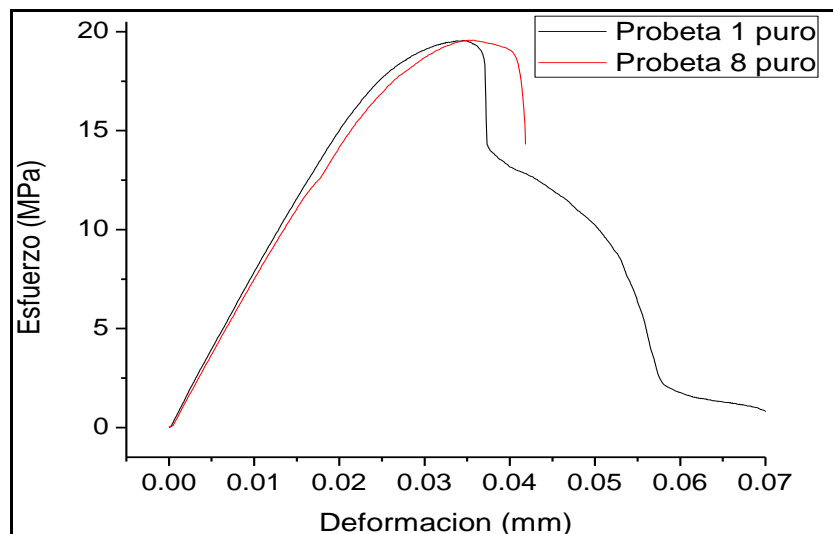


Figura 48. Gráfica que muestra las probetas del PL 18 puro.

En la figura 49 se muestra la gráfica que corresponde a los resultados de la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas hechas de PL 18 con hidroxiapatita en una relación de 95:5% respectivamente (probetas 9 y 12), se observa que la probeta 9 es la que presentó un esfuerzo máximo de 16.82 MPa a ser deformada por la aplicación de una fuerza a elongación de 0.037 mm, aunque

no soporto demasiado esfuerzo fue la que opuso más resistencia a ser elongada hasta llegar a la fractura mientras que la probeta 12 presento un esfuerzo de 10.93 MPa a ser deformada por lo cual presento una elongación de 0.024 mm. Adicionalmente se observa que la probeta 9 presento una máxima deformación de 3.71 %, mientras que la probeta 12 presento una máxima deformación de 2.4 %.

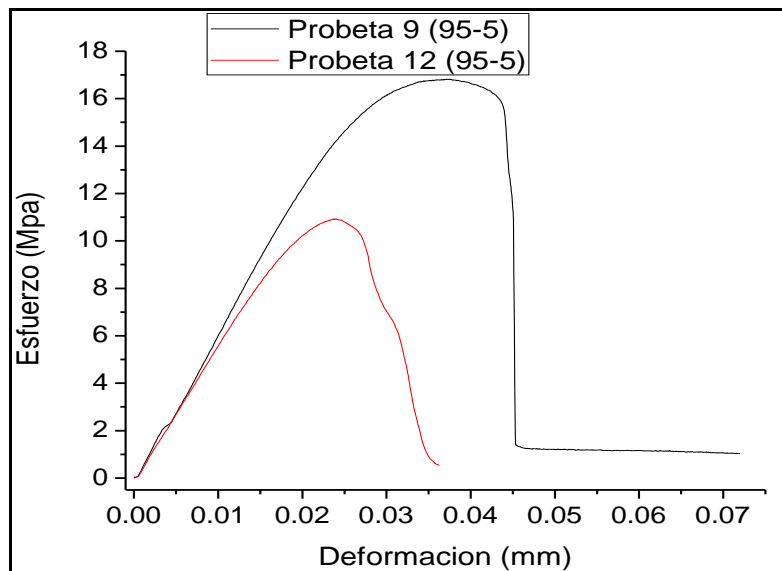


Figura 49. Gráfica que muestra las probetas del compuesto PL18 (95%) / HA (5%).

En la figura 50 se muestra la gráfica que corresponde a los resultados de la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas hechas de PL 18 con hidroxiapatita en una relación de 90:10% respectivamente (probetas 2 y 3), se observa que la probeta 3 es la que presento un esfuerzo máximo de 30.88 MPa a ser deformada por la aplicación de una fuerza a elongación de 0.034 mm, aunque no soporto demasiado esfuerzo fue la que opuso más resistencia a ser elongada hasta llegar a la fractura mientras que la probeta 2 presento una máxima deformación de 14.61 MPa a ser deformada por lo cual presento una elongación de 0.044 mm. Adicionalmente se observa que la probeta 2 presento una máxima deformación de 4.41 %, mientras que la probeta 3 presento una máxima deformación de 3.43 %.

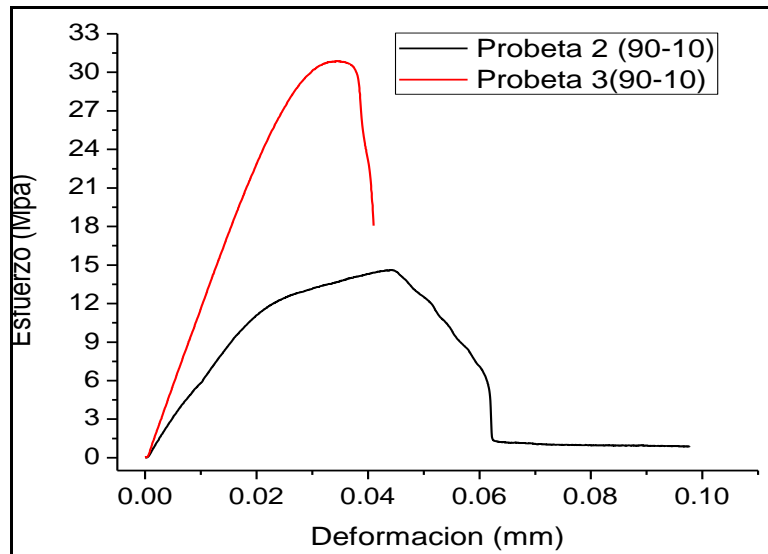


Figura 50. Gráfica que muestra las probetas del compuesto PL18 (90%) / HA (10%), probetas 2 y 3 respectivamente.

En la figura 51 se muestra la gráfica que corresponde a los resultados de la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas hechas de PL 18 con hidroxiapatita en una relación de 80:20% respectivamente (probetas 4 y 5), se observa que la probeta 4 es la que presentó un esfuerzo máximo de 20.62 MPa a ser deformada por la aplicación de una fuerza a elongación de 0.022 mm, aunque no soportó demasiado esfuerzo fue la que opuso más resistencia a ser elongada hasta llegar a la fractura, mientras que la probeta 5 presentó una máxima deformación de 16.34 MPa a ser deformada por lo cual presentó una elongación de 0.016 mm. Adicionalmente se observa que la probeta 4 presentó una máxima deformación de 2.26 %, mientras que la probeta 5 presentó una máxima deformación de 1.61 %.

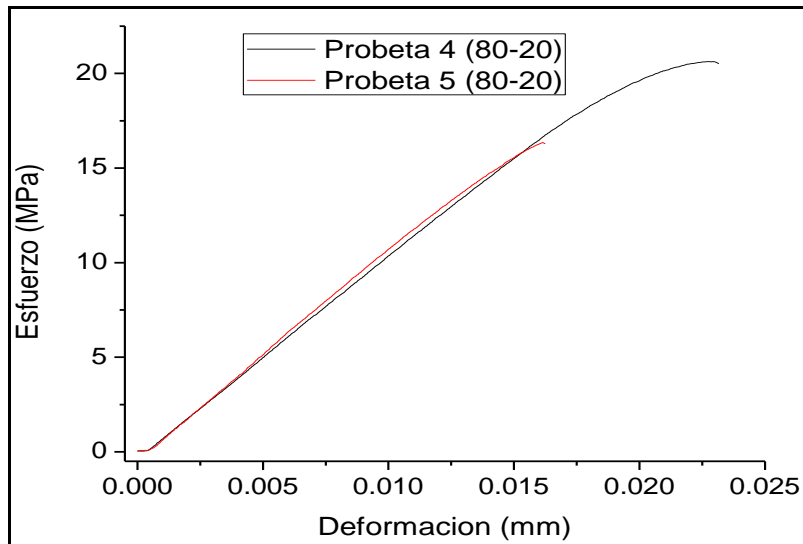


Figura 51. Gráfica que muestra las probetas del compuesto PL18 (80%) / HA (20%), probetas 4 y 5 respectivamente.

En la figura 52 se muestra la gráfica que corresponde a los resultados de la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas hechas de PL 18 con hidroxiapatita en una relación de 70:30% respectivamente (probetas 6 y 7), se observa que la probeta 6 es la que presentó un esfuerzo máximo de 16.74 MPa a ser deformada por la aplicación de una fuerza a elongación de 0.03 mm, aunque no soportó demasiado esfuerzo fue la que opuso más resistencia a ser elongada hasta llegar a la fractura, mientras que la probeta 7 presentó una máxima deformación de 11.24 a ser deformada por lo cual presentó una elongación de 0.021 mm. Adicionalmente se observa que la probeta 6 presentó una máxima deformación de 3.02 %, mientras que la probeta 7 presentó una máxima deformación de 2.13 %.

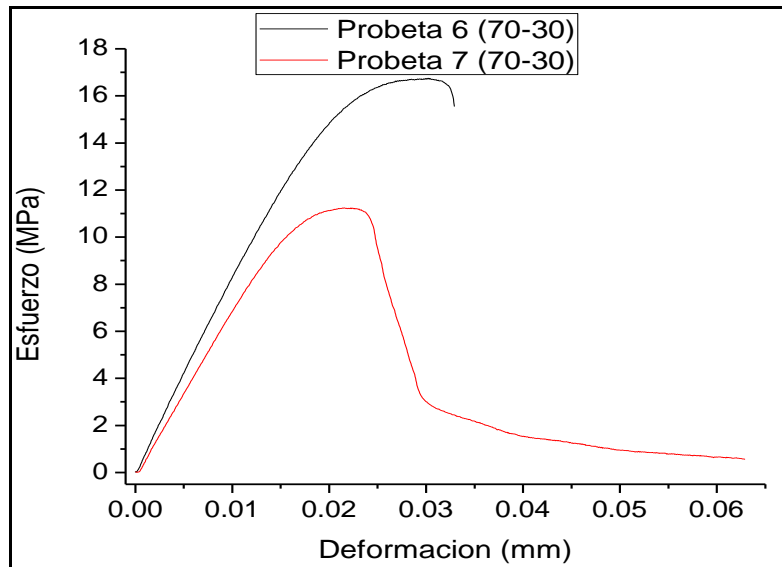


Figura 52. Gráfica que muestra las probetas del compuesto PL18 (70%) / HA (30%), probetas 6 y 7 respectivamente.

Tabla 22. Se presenta los datos de los resultados de la evaluación de la resistencia a la tensión de las probetas preparadas con el PL 18, así como de sus valores promedios.

Muestra composito	Esfuerzo σ (MPa)	Deformación ϵ (mm)	Deformación (%)
Probeta 1-Puro	19.567	0.0344	3.44
Probeta 8-Puro	19.57	0.0352	3.52
Promedio	19.568	0.0348	3.48
Probeta 9 (95-5)	16.826	0.0371	3.71
Probeta 12 (95-5)	10.93	0.024	2.4
Promedio	13.878	0.03055	3.055
Probeta 2 (90-10)	14.617	0.0441	4.41
Probeta 3 (90-10)	30.883	0.034	3.43
Promedio	22.75	0.03905	3.92
Probeta 4 (80-20)	20.624	0.0226	2.26
Probeta 5 (80-20)	16.345	0.0161	1.61
Promedio	18.4845	0.01935	1.935
Probeta 6 (70-30)	16.74	0.03	3.02
Probeta 7 (70-30)	11.24	0.021	2.13
Promedio	13.99	0.0255	2.575

Se realizaron 4 análisis estadístico de regresión lineal simple a cada probeta (PL 18/ hidroxiapatita) de diferente concentración para poder obtener el

modulo de elasticidad, los resultados de las probetas 9 y 12 se muestran a continuación en la tabla 23.

Tabla 23. Muestran los resultados promedios que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 9 y 12, porcentaje en peso del PL18 de 95% y 5% de hidroxiapatita.

Muestra (PLA/HA) composito	Modulo de Young E (MPa)	Desviación estándar (±)
Promedio Probeta 9 (95-5)	6.3275	0.01052
Promedio Probeta 12 (95-5)	5.6585	0.00602
Promedio	5.993	0.00827

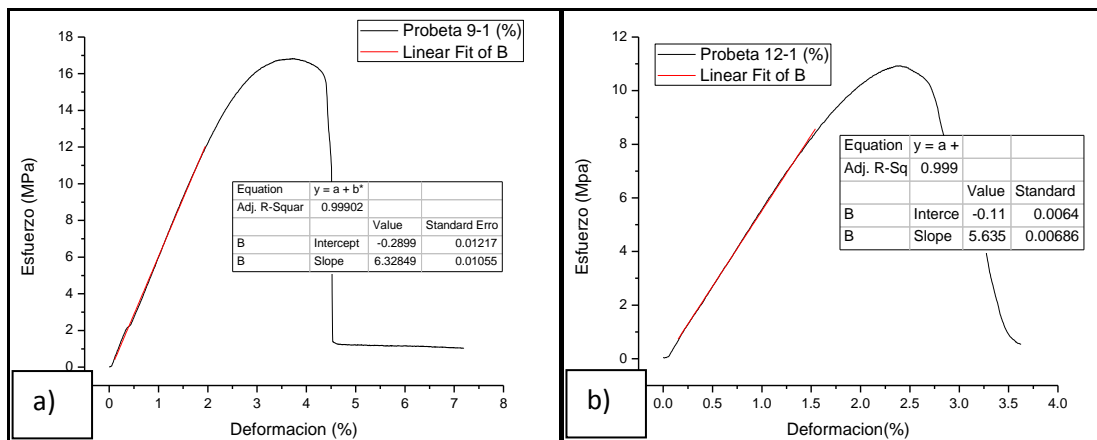


Figura 53. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 9 (a) y 12 (b), se realizó una regresión lineal para obtener así la pendiente en la parte proporcional esfuerzo-deformación de las gráficas.

Tabla 24. Muestran los resultados promedios que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 2 y 3, porcentaje en peso del PL18 de 90% y 10% de hidroxiapatita.

Muestra (PLA/HA) composito	Modulo de Young E (MPa)	Desviación estándar (±)
Promedio Probeta 2 (90-10)	5.791	0.01334
Promedio Probeta 3 (90-10)	11.6715	0.014675
Promedio	8.73125	0.0140075

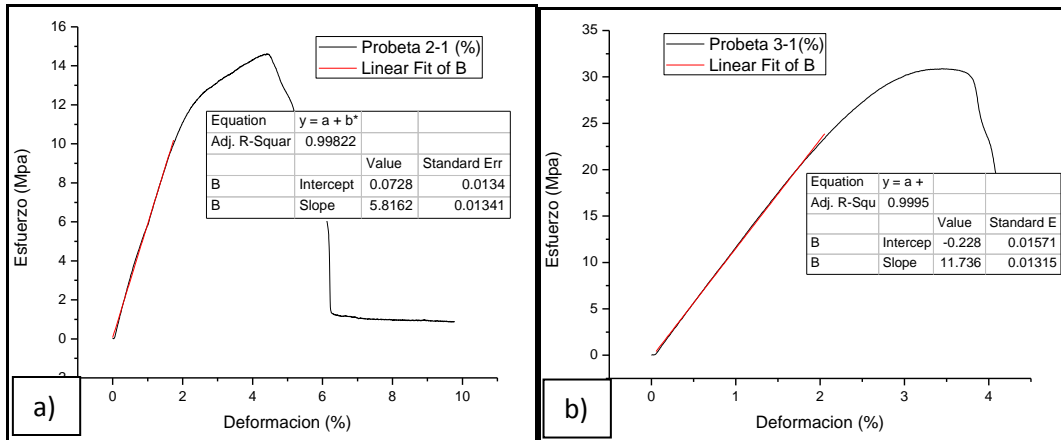


Figura 54. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 2 (a) y 3 (b), se realizó una regresión lineal para obtener así la pendiente en la parte proporcional esfuerzo-deformación de las gráficas.

Tabla 25. Muestran los resultados promedios que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 4 y 5 porcentaje en peso del PL18 de 80% y 20% de hidroxiapatita.

Muestra (PLA/HA) compuesto	Modulo de Young E (MPa)	Desviación estándar (±)
Promedio Probeta 4 (80-20)	10.6445	0.00631
Promedio Probeta 5 (80-20)	11.137	0.011915
Promedio	10.89075	0.0091125

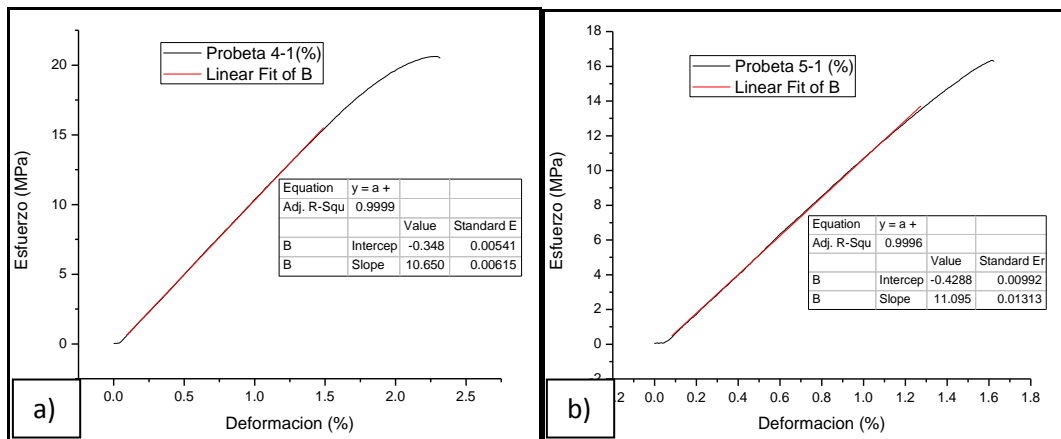


Figura 55. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 4 (a) y 5 (b), se realizó una regresión lineal para obtener así la pendiente en la parte proporcional esfuerzo-deformación de las gráficas.

Tabla 26. Muestran los resultados promedios que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 6 y 7 porcentaje en peso del PL18 de 70% y 30% de hidroxiapatita.

Muestra (PLA/HA) composito	Modulo de Young E (MPa)	Desviación estándar (±)
Promedio Probeta 6 (70-30)	7.941	0.017335
Promedio Probeta 7 (70-30)	6.991	0.008085
Promedio	7.466	0.01271

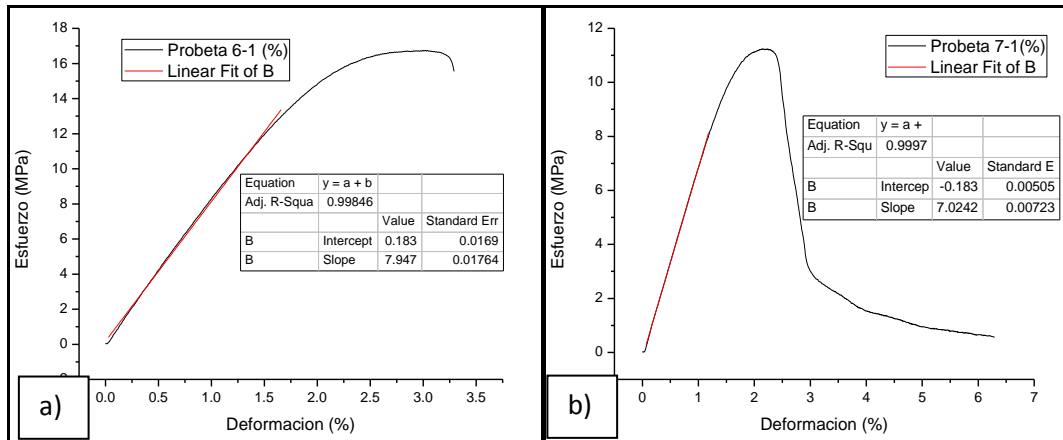


Figura 56. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 6 (a) y 7 (b), se realizó una regresión lineal para obtener así la pendiente en la parte proporcional esfuerzo-deformación de las gráficas.

Tabla 27. Muestran los resultados promedio que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 1 y 8 de PL 18 puro.

Muestra (PLA) composito	Modulo de Young E (MPa)	Desviación estándar (±)
Promedio Probeta 1 (puro)	7.493	0.012495
Promedio Probeta 8 (puro)	7.287	0.0154
Promedio	7.39	0.0139475

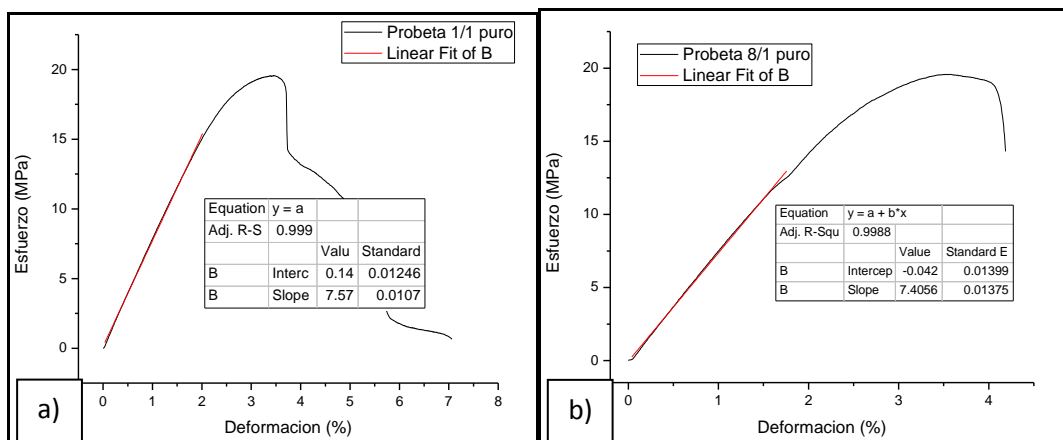


Figura 57. Se muestran los gráficos para obtener el modulo elástico de las probetas 1 (a) y 8 (b), se realizó una regresión lineal para obtener así la pendiente en la parte proporcional esfuerzo-deformación de las gráficas.

Tabla 28. Se muestran los resultados generales promedio que se obtuvieron para la prueba de resistencia al esfuerzo de tensión a las probetas 1 y 8 del PL 18 puro, probetas 9, 12 de concentración de PL 18 (95%) y hidroxiapatita (5%), probetas 2, 3 de concentración de PL 18 (90%) y hidroxiapatita (10%), probetas 4, 5 de concentración de PL 18 (80%) y hidroxiapatita (20%), probetas 6, 7 de concentración de PL 18 (70%) y (30%) de hidroxiapatita.

Tabla 28. Resultados promedios de Modulo de Young del PL 18.

Composito	Promedio	Promedio
Esfuerzo vs Deformación	Modulo de Young (MPa)	Desviación estándar (\pm)
Probeta PL 18: 1,8 (Puro)	7.39	0.167
Probeta: 9,12 (95-5)	5.993	0.322
Probeta:2,3 (90-10)	8.731	3.395
Probeta: 4,5 (80-20)	10.89	0.286
Probeta:6,7 (70-30)	7.466	0.549

Del material PLA PL 18 probetas 1, 8 (puro), 9,12 (95%-5%), 2, 3 (90%-10%), 4, 5 (80%-20%), 6, 7 (70%-30%), la que presenta mejores propiedades mecánicas al esfuerzo de tensión es el material que tiene la concentración de (80%-20%) polímero/cerámico, ya que presenta un modulo de Young de 10.89 MPa, consecutivamente la concentración de (90%-10%), con un modulo de Young de 8.73 MPa, siguiéndole la concentración de (70%-30%) con un modulo de Young de 7.46 MPa, después tenemos que el PLA PL 18 puro presento un modulo de Young de 7.39 MPa y por último el que presentó las propiedades mecánicas más pobres es la concentración de (95%-5%) con un módulo de Young de 5.99 MPa.

Más sin en cambio las probetas 2, 3 (90%-10%) fueron las que presentaron un promedio de esfuerzo máximo de 22.75 MPa, presentando una deformación de 0.039 mm ó 3.92%.

Consecutivamente las probetas de PLA PL 18 puro con un promedio de máximo esfuerzo de 19.568 MPa y una deformación de 0.034 mm ó 3.48%.

Le siguen las probetas 4, 5 (80%-20%) con un promedio de máximo esfuerzo de 18.48 MPa y una deformación de 0.019 mm ó 1.93 %.

Después las probetas 6, 7 (70%-30%) con un promedio de un máximo esfuerzo de 13.99 MPa y una deformación de 0.025 mm ó 2.57%.

Y por último las probetas con concentraciones 9,12 (95%-5%) con un promedio de un máximo esfuerzo de 13.87 MPa y una deformación de 0.030 mm ó 3.05%.

CAPITULO IV

DISCUSIÓN DE RESULTADOS, CONCLUSIONES, RECOMENDACIONES, TRABAJOS A FUTURO Y ANEXOS.

4.1. Discusión de resultados.

El análisis de EDS de la muestra de hidroxiapatita, nos revela la composición de la misma que esta formada de Ca, P, O y C., con una relación de Ca/P de 1.66, adicionalmente se observo alta pureza en estos compuestos ya que no hay trazas detectables de otros iones. La presencia de contenidos de C y O indica que se obtuvo una hidroxiapatita carbonatada por la presencia de este oxígeno proveniente del ambiente.

De acuerdo a los resultados obtenidos por DRX se identificó la presencia de una sola fase cristalina correspondiente a la hidroxiapatita (forma hexagonal P63/m). En el difractograma correspondiente se observa el pico principal de la fase de fosfato de calcio en 30.5 en 2θ .

Las probetas elaboradas con PLA I Y PLA II (90%) e hidroxiapatita (10%) respectivamente en peso, las hechas con PLA II presentaron un 15% de aumento a la prueba de resistencia a la tensión comparándola con el valor obtenido del modulo de Young de estos PLA puros con un valor de 2.06 MPa, por lo cual la probeta con mejores propiedades mecánicas son las elaboradas con el polímero PLA II ya que presentan mejor modulo de Young, esto se debe al refuerzo que se le añadió con las partículas de hidroxiapatita.

Los resultados de las evaluaciones de resistencia a la tensión uniaxial sobre las probetas compuestas de ácido poliláctico-hidroxiapatita en función del porcentaje de concentración de hidroxiapatita en la probeta indican que:

Las probetas hechas con 80% PL 18 y 20%, hidroxiapatita en peso respectivamente, presentan un 47% más con respecto a su modulo de Young de 10.89 MPa comparándola con el valor obtenido del modulo de Young (MPa) del PL 18 puro con un valor de 10.89 MPa. Por lo cual se puede observar que estas probetas con estas concentraciones antes mencionadas es la que presenta mejores propiedades mecánicas para poder ser utilizada, debido a que al realizar el composito se crea un refuerzo por la unión de la matriz polimérica con las

partículas de cerámica mejorando así las propiedades mecánicas al esfuerzo de tensión. Las partículas incluidas en la matriz ayudan a soportar mayor esfuerzo a la deformación al aplicarle una fuerza a las probetas con la concentración antes mencionada.

En contraste las probetas con la concentración de 95% PL 18 y 5% hidroxiapatita en peso presentan un 19% menor de valor de su módulo de Young comparándolo con el valor del módulo de Young del PL18 puro. Esto puede explicarse debido a que posiblemente la concentración de la hidroxiapatita no es la adecuada con respecto a la concentración de la matriz.

4.2. Conclusiones

Como conclusiones derivadas del presente trabajo de tesis, se pueden citar:

- ✓ Se obtuvo la fase de hidroxiapatita a bajas temperaturas en solución acuosa.
- ✓ La polimerización del PLA III reveló que la reacción final no tiene relevancia con respecto al tiempo de polimerización y la concentración empleada del catalizador, químicamente contiene los mismos grupos funcionales que los otros polímeros sintetizados a diferentes concentraciones del catalizador y distinto tiempo de polimerización.
- ✓ De acuerdo a los resultados obtenidos mediante la caracterización por microscopía electrónica de barrido de los materiales compuestos se concluye que las partículas de hidroxiapatita se incorporan en una forma dispersa uniformemente distribuidas en la matriz polimérica.
- ✓ Los análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido del ácido (L) láctico y de los ácidos polilácticos sintetizados mostraron que se mejoran las propiedades térmicas de los polímeros sintetizados en función del tiempo de polimerización.
- ✓ La estequiometría de la materia base influyó en las propiedades mecánicas debido a que el monómero (L) presentó mejores propiedades mecánicas promovido por un mayor ordenamiento molecular que el monómero (L-D).

- ✓ El grado de pureza de la materia base si influye para las pruebas mecánicas, polimerización, además de su estequiometría ya que el monómero L presenta mayor ordenamiento en su molécula, ya que el PLA I y PLA II se utilizó el monómero (L), mientras que el PLA III era la mezcla racémica de ambos monómeros (L-D).
- ✓ Se concluye que del material PLA PL 18 las probetas que presentan mejores propiedades mecánicas al esfuerzo de tensión es el material que tiene la concentración de (80%-20%) polímero/cerámico, consecutivamente la concentración de (90%-10%), siguiéndole la concentración (70%-30%), después el PLA PL 18 puro y por último el que presentó las propiedades mecánicas más pobres es la concentración de (95%-5%).
- ✓ El comportamiento mecánico depende de:
 - Directamente de la concentración de hidroxiapatita en el compuesto, mayor concentración de hidroxiapatita, mejores propiedades mecánicas (hasta un valor de concentración deseable.).
 - Tiempo de polimerización, influye inversamente en las propiedades mecánicas, a mayor tiempo de polimerización las propiedades mecánicas son más pobres.
 - Y la temperatura de polimerización influye indirectamente en las propiedades mecánicas ya que el mejor grado de ordenamiento cristalino que presenta el polímero (PLA II).se llevo a cabo a bajas temperaturas des síntesis, al aumentar la Tg, este aumenta su cristalinidad y por lo tanto aumenta su módulo de elasticidad.

4.3. Recomendaciones

- ✓ Es necesario mantener las condiciones de temperatura constantes, síntesis de los materiales y tener en cuenta el tiempo de polimerización.
- ✓ Realizarles más caracterizaciones mecánicas al material, como propiedades mecánicas de compresión de corte y de desgaste cíclico.

- ✓ Se recomienda utilizar la metodología de mezclado por solvente, para realizar el composito para observar la formación de un fuerte enlace químico entre el polímero-cerámico.

4.4. Trabajos a futuro

- ✓ Realizar una caracterización mecánica más detallada a los materiales (propiedades mecánicas de compresión, corte ó cizalla, técnica de mojado por gota, desgaste cíclico, etc.).
- ✓ Realizar las caracterizaciones necesarias al material y conociendo las necesidades fisiológicas y mecánicas a donde se requiera implantar, se puede utilizar este material para la elaboración de un andamio.
- ✓ Realizar estudios de degradación en solución fisiológica simulada *in vitro*.
- ✓ Realizar otras técnicas de síntesis de los materiales base para comparar los resultados de este trabajo. Por ejemplo para la elaboración de la hidroxiapatita se puede utilizar la metodología de síntesis de precipitación homogénea para obtener partículas puras altamente cristalizadas con morfología controlada, otro forma de síntesis seria por el método de Sol-gel, la ventaja que ofrece este método, es el uso de bajas temperaturas de síntesis y obtener compuestos densos o con porosidades controladas, químicamente estables.
- ✓ El ácido poliláctico también se puede sintetizar por medio de la reacción de apertura de anillo de la lactida para así obtener un polímero de alto peso molecular. Por lo consiguiente caracterizar estos materiales y observar sus propiedades fisicoquímicas del estos materiales y comparar los resultados con este trabajo.
- ✓ Realizar estudios de citotoxicidad en cultivos celulares para observar el comportamiento del biomaterial con la línea celular correspondiente a estudio y evaluar su comportamiento toxico frente a estas. Así como, estudios con modelos animales, para evaluar la respuesta inmunológica.
- ✓ Elaboración de sistemas poliméricos para la liberación controlada de fármacos, teniendo un uso potencial en la medicina.

Bibliografía

- [1] "Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics By Use of Microtensile Specimens". ASTM; D-1708 (2002).
- [2] Estupiñan Hugo A., Carolina P. Diana., "Obtención de ácido L-poliláctico mediante policondensación con catalizador de zinc metálico", *Scientia et Technica* año XIII, No 36, Septiembre. Universidad Tecnológica de Pereira.,(2007).p.3 – 4.
- [3] Ribeiro Clarisse, Sencadas Vitor, Costa Carlos M., Gómez Ribelles José L. and Lanceros-Méndez Senentxu. "Tailoring the morphology and crystallinity of poly(L-lactide acid) electrospun membranes", *Sci. Technol. Adv. Mater.* 12.,(2011). p.8-9.
- [4] Martínez V. Ana B., Esparza-Ponce H.E., "Caracterización estructural y morfológica de Hidroxiapatita nanoestructurada: estudio comparativo de diferentes métodos de síntesis"., *Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Superficies y Materiales*. Diciembre del 2008., (2008).p.2 – 4.
- [5] Rangel Norma A., De Alva Hugo E., Jorge Romero; Rivera José L., "Síntesis y caracterización de materiales reforzados (composites) de poliuretano poroso/Hidroxiapatita"., *Revista Iberoamericana de Polímeros*. Marzo de 2007. (2007). p.5 – 7.
- [6] Perales-Castro M.E., Torres-Huerta A.M., Flores-Vela A.I., "Síntesis de polímeros biodegradables: Ácido Poliláctico.",*Congreso Nacional de Microscopia(X Morelia Michoacán México(2010).*, p.2.
- [7] Hoffman A, "Synthetic polymeric biomaterials"., In: Gebelein GC, editor. *Polymeric Materials and Organs*. Washington DC.American Chemical Society. (2001)., p. 13-29.
- [8] Ignjatovic Nenad, Uskokovic Dragan."Synthesis hydroxyapatite/poly lactide composite biomaterial"., *Applied surface science*.Institute of Science of the Serbian Academy of Sciences and Arts, K.Mihailova 35/4, 11000 Belgrade, Serbia and Montenegro Available online 28 July (2004).,p.1-6.
- [9] Hernández Rivera M. Á., Vázquez Rodríguez J. M., López Rodríguez A. S. Sifuentes Gallardo Pio., "Hidroxiapatita sintética obtenida por la ruta de precipitación de soluciones acuosas"., *Memorias de semana de divulgación y video científico, Universidad Juárez Autónoma de Tabasco* (2007).,p.344-349.
- [10] Londoño Marta E., Echavarría Alejandro., De La Calle Francenich., "Características cristaloquímicas de la hidroxiapatita sintética tratada a diferentes temperaturas"., *Revista EIA, ISSN, número 5* (2006).,p.1-10.
- [11] Kesenci Kemal, Fambri Luca, Migliaresi Claudio and Pcl Skcin Erhan., "Preparation and properties of poly(L-lactide)/hydroxyapatite composites"., *J. Biomater. Sci. Polymer* , Vol. 11, No. 6. (2000)., p.7 – 10.
- [12] Jiménez López M. Leticia.,"Obtención y caracterización de un material compuesto a base cascarilla de café y polipropileno"., *Tesis de Licenciatura, Puebla México. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla*. (2010)., p. 41- 44.

ANEXO

A. Técnicas de caracterización.

La química de estado sólido, se ocupa de la síntesis, estructura, propiedades y aplicaciones de materiales sólidos. La mayoría de los materiales normalmente son inorgánicos, pero no exclusivamente. Los metales pueden ser incluidos durante la consideración de estructuras cristalinas y relacionadas a áreas tales como defecto de cristal, fases de transición y diagramas de fase. Algunos sólidos orgánicos son también estudiados en los casos en donde estos exhiben propiedades físicas interesantes como por ejemplo conductividad eléctrica y donde las reacciones de sólidos orgánicos son tema de control químico. Algunos minerales también son incluidos y son ejemplo de sólidos inorgánicos que están presentes en la naturaleza. Los materiales de estudio son usualmente cristalinos, de tal manera algunos de los aspectos de los cristales son muy relevantes para la química del estado sólido.

Una gran mayoría de sólidos inorgánicos son no-moleculares y sus estructuras son determinadas por la manera en las cuales los iones o átomos son empacados en un arreglo de tres dimensiones.

Todos los sólidos tienen defectos que tienen una gran influencia sobre las propiedades como conductividad eléctrica, propiedades mecánicas y sus características de reactividad química.

Los sólidos pueden ser preparados en diferentes formas tales como se requieran, estas pueden ser; cristales sencillos, polvos, piezas sólidas, etc., [1].

Gracias al conocimiento de la estructura cristalina, la ciencia de materiales avanzó notablemente.

Mediante el uso de un método de elaboración adecuado y el conocimiento de la estructura y las propiedades, en principio, es posible elaborar materiales hechos a la medida de nuestras necesidades, en la figura A.1 se presenta la interrelación mencionada.

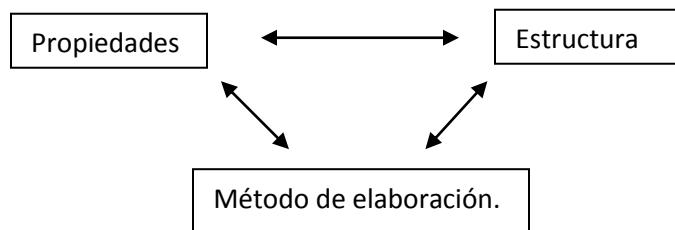


Figura A.1. Interrelación de las propiedades, estructura y método de elaboración [2].

El diseño de materiales depende de la habilidad para combinar estos tres aspectos [2].

Existen diferentes técnicas de caracterización de los diferentes materiales, lo más importante es saber la información que se quiere obtener, para así, saber que técnica utilizar. En la tabla A.1, se indican algunas de esas técnicas y las características que determinan.

Tabla A.1. Técnicas de caracterización y propiedades que determinan [1].

Técnica	Característica a determinar										
	Tipo de enlace	Estructura electrónica	Análisis elemental	Textura policristalina	Estructura de superficie	Defectos de cristal	Estructura local, CN, etc.	Estructura de cristal	Celda unitaria, grupo espacial	Amorfo o cristalino	Identificación de fase
Difracción de Rayos-X	x			x		x	x	x	x	x	x
Microscopía y difracción electrónica			x	x	x	x		x	x	x	x
Difracción neutrón						x		x	x	x	x
Microscopía óptica				x	x	x				x	x
Espectroscopía infrarroja	x		x		x		x				x
Espectroscopía visual, UV	x	x	x			x	x				
Espectroscopía ESR, NMR	x	x	x			x	x				x
Espectroscopía electrónica ESCA, XPS, UPS, AES	x	x	x		x	x	x				
Espectroscopía Rayos-X, XRF, AEFS, EXAFS	x	x	x		x	x	x				
Espectroscopía Mössbauer	x		x				x				

En el presente anexo se hablara de las técnicas empleadas para la caracterización de los productos de síntesis obtenidos.

Análisis Termogravimétrico (TGA/DSC)

Con esta técnica se analiza la estabilidad térmica, transiciones de fase, entalpías y proceso de fusión de materiales sólidos orgánicos, cerámicos,

polímeros y metales. Figura A.2. Cuando son expuestos a calentamientos o enfriamientos controlados, se obtienen las temperaturas a las cuales ocurren las transformaciones que experimenta la muestra, en función del tiempo o de la temperatura y el registro de los cambios de la masa de las muestras sometidas a calentamiento. Además esta técnica permite caracterizar muestras en un rango de 25°C hasta 1550°C [3].

La técnica que mide una propiedad física de un sistema (sustancia o un material) en función de la temperatura mientras se le somete a un programa de temperatura controlado.

Los efectos del calor sobre los materiales pueden ser varios y producir cambios en muchas de sus propiedades. En el análisis térmico, los cambios de peso configuran la base de la termogravimetría (TG), mientras que la medida de los cambios de energía constituye la base del análisis térmico diferencial (ATD) y de la calorimetría diferencial de barrido (DSC) [3,4].

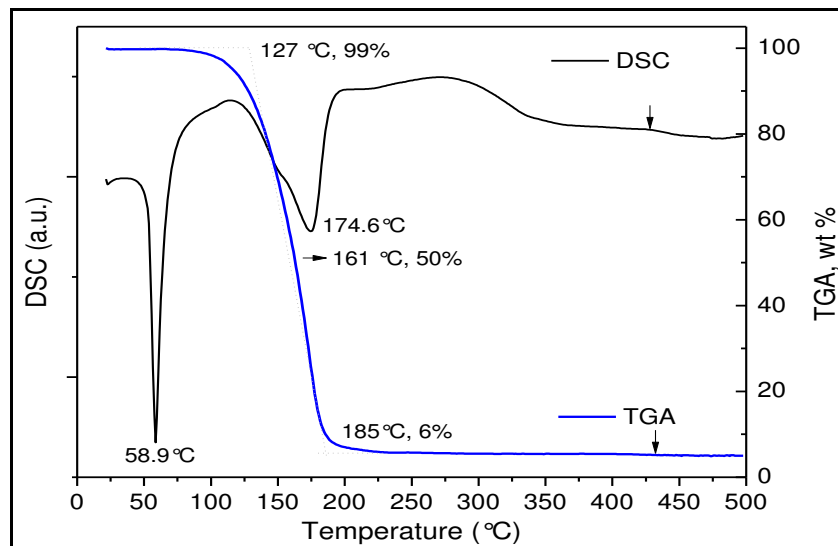


Figura A.2. DSC/TGA termograma del L (+) ácido láctico.

Espectroscopia de Infrarrojo (FT-IR)

Por espectroscopia en el infrarrojo se pueden analizar sólidos y líquidos con el fin de obtener información de enlaces químicos o grupos funcionales que componen a una muestra, se puede llevar a cabo análisis de polvos, líquido y películas gruesas. Figura A.3. El equipo cuenta con una celda de reacción que

permite hacer análisis de muestras en fase gaseosa, solventes, alcoholes, productos de reacción, oxidación, estudios de productos de reacción. Esta técnica cubre la región del infrarrojo desde 50 cm^{-1} a $15,500 \text{ cm}^{-1}$.

Las técnicas de espectroscópicas se fundamentan en la interacción de la materia con la radiación. Esta interacción involucra procesos como la absorción o la difusión. Cuando la molécula absorbe o emite un fotón, su estado energético cambia, y este cambio se manifiesta como un cambio en la energía traslacional de la molécula y como consecuencia un cambio en su estado electrónico, vibracional o rotacional. Los estados energéticos de las moléculas están cuantizados, consecuentemente, los procesos de absorción y emisión sólo pueden darse a determinadas frecuencias de los fotones. Además, el conjunto de frecuencias a las que se producen estos procesos es propio de cada molécula, lo que constituye una huella dactilar para cada molécula en su espectro de absorción/emisión [5].

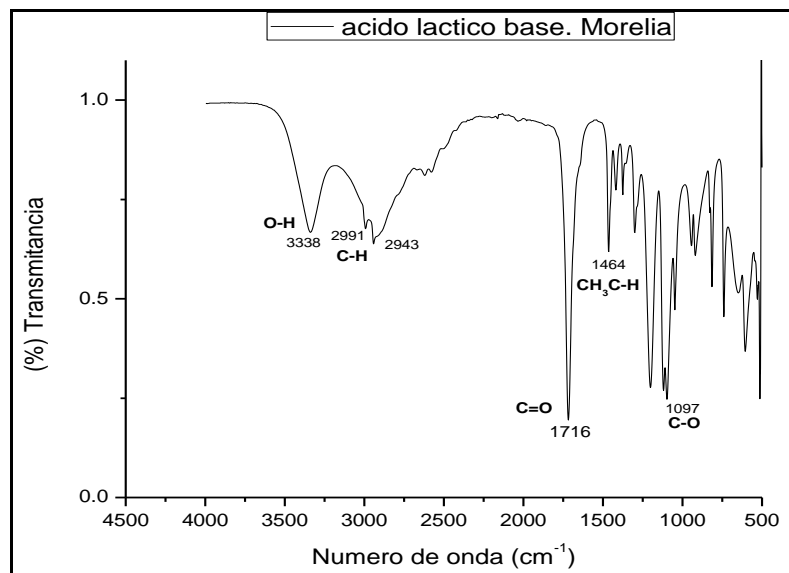


Figura A.3. Espectro de FT-IR de ácido L (+) láctico.

Difracción de rayos-X (DRX).

Técnica que permite identificar estructuras cristalinas (cementos, minerales fármacos cristalinos metales y cerámicos en general), análisis de fases, medición de esfuerzos y textura de materiales sólidos cristalinos y amorfos, por otra parte determina parámetros de celda unidad, sistema cristalino y grupo espacial de diversos materiales.

Para aplicar esta técnica se utiliza radiación X, definida por su banda de frecuencias, que está comprendida entre la de la radiación ultravioleta y la de los rayos γ . Este tipo de radiación se produce cuando una partícula de masa pequeña pero altamente energética (con una elevada energía cinética), incide en un elemento material. La colisión produce una perturbación en la materia y parte de la energía se dedica a producir radiación X [6].

Los rayos X interactúan en forma específica con los electrones de las sustancias cristalinas, lo que nos permite, después de realizar algunos cálculos, contar prácticamente con una fotografía de las moléculas o los iones y su arreglo cristalino. Figura A.4.

El fenómeno de la difracción de los rayos X por la densidad electrónica, que es en realidad lo que sucede.

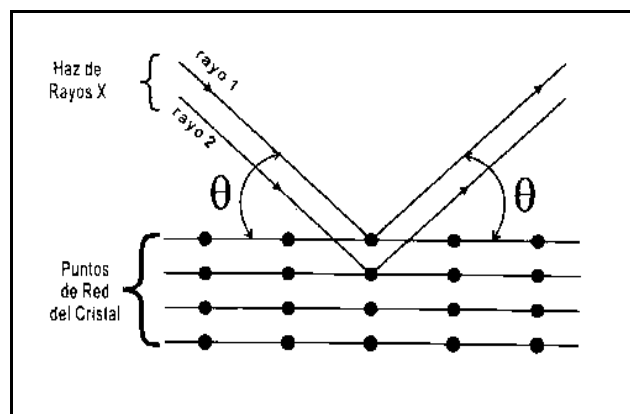


Figura A.4. Interacción de Rayos-X con la estructura cristalina [6].

La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos X es la identificación cualitativa de la composición mineralógica de una muestra cristalina. La difracción está basada en las interferencias ópticas que se producen cuando la radiación monocromática atraviesa una rendija de espesor comparable a la longitud de la onda de radiación. Este fenómeno de la difracción ocurre siempre que una onda encuentra un conjunto de objetos dispersados en un espacio. Algo muy importante es que la longitud de onda de la radiación incidente debe ser del mismo orden de magnitud que la distancia entre los centros de dispersión. La difracción es debida fundamentalmente a ciertas relaciones de fase entre 2 o más ondas, que provienen de la diferencia entre los distintos caminos que recorrieron y que implican un cambio en la amplitud de las ondas difractadas. Figura A.5 [7].

La direcciones de difracción están determinadas por la Ley de Bragg ($n\lambda = 2d \sin \theta$) y por tanto sólo depende del aspecto (estructura cristalina) y el tamaño de la celda unidad del cristal, por lo que midiendo las direcciones de los haces difractados por un cristal, sólo podemos conocer el aspecto y tamaño de la celda unidad. La intensidades de los haces difractados están determinados por las posiciones de los átomos dentro de la celda unidad, por lo que se tienen que medir las intensidades si queremos obtener cualquier información sobre las posiciones atómicas.

Esta técnica de caracterización nos proporciona una información estructural muy detallada de estructuras epiaxiales. Es una técnica no destructiva, analiza grandes áreas de la muestra, hasta una penetración de 10 mm., pero al mismo tiempo nos da información a escala atómica [7].

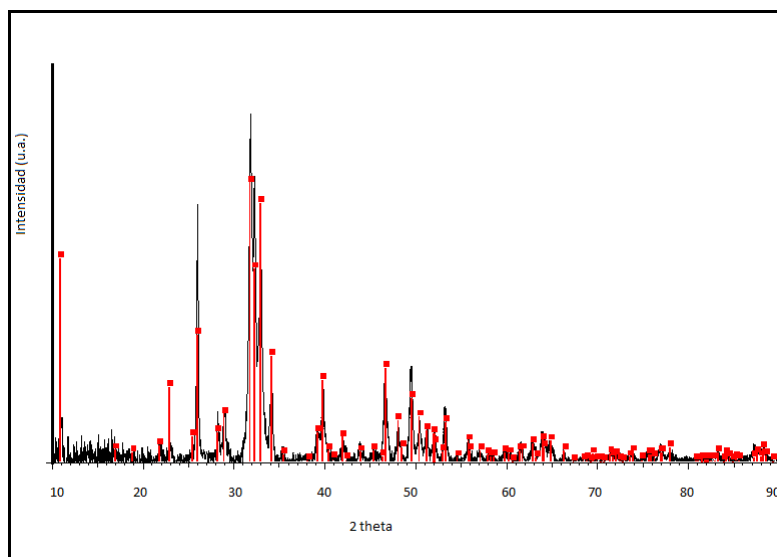


Figura A.5. Difractograma de muestra de hidroxiapatita.

Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

Es una técnica por la cual se obtiene información de la morfología (hasta 3×10^5 aumentos) de muestras sólidas y biológicas, debido a la capacidad de trabajar a un bajo vacío. Figura A.6. El microscopio tiene acoplado la técnica de espectroscopia de dispersión de energía de rayos X lo que permite llevar a cabo al mismo tiempo análisis químico elemental puntual y por zona de las muestras que están bajo observación. Par estudios térmicos especializados se puede acoplar

una platina de enfriamiento y calentamiento, con un rango de trabajo de -25°C a 1250°C [1].

Este crea una imagen ampliada de la superficie de un objeto. El SEM explora la superficie de la imagen punto por punto, al contrario que el TEM, que examina una gran parte de la muestra cada vez. Su funcionamiento se basa en recorrer la muestra con un haz muy concentrado de electrones, de forma parecida al barrido de un haz de electrones por la pantalla de una televisión. Los electrones del haz pueden dispersarse de la muestra o provocar la aparición de electrones secundarios. Los electrones perdidos y los secundarios son recogidos y contados por un dispositivo electrónico situado a los lados del espécimen. Cada punto leído de la muestra corresponde a un píxel en un monitor de televisión. Cuanto mayor sea el número de electrones contados por el dispositivo, mayor será el brillo del píxel en la pantalla. A medida que el haz de electrones barre la muestra, se presenta toda la imagen de la misma en el monitor. Los microscopios electrónicos de barrido pueden ampliar los objetos 200.000 veces o más. Este tipo de microscopio es muy útil porque, produce imágenes tridimensionales realistas de la superficie del objeto.

El microscopio electrónico de barrido tiene la capacidad para análisis de muestras no conductoras que incluyen, entre otras: cerámicos, plásticos, fibras, etc. [1].

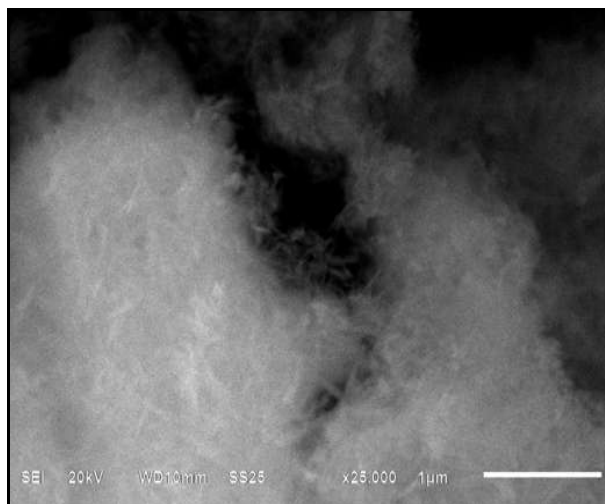


Figura A.6. Micrografía de la hidroxiapatita a un aumento de 25000 ampliaciones

Propiedades Mecánicas.

Una máquina de ensayos universales se opera en el modo tracción y compresión para obtener las curvas tensión-deformación.

Este método de ensayo tiene por objeto definir las operaciones necesarias para determinar las propiedades mecánicas de los materiales a ensayar mediante tracción en Máquina de Ensayos Universal [8].

Las máquinas para ensayos universales, integran un sistema informatizado de control directo innovador. La idea consiste en utilizar al máximo las prestaciones de los microordenadores. Todas las funciones de control, adquisición y tratamiento de datos las realiza por completo el programa, a través de una interfase específica.

El programa, de fácil utilización, permite: asegurar todas las funciones de control estático y dinámico; crear programas de ensayos específicos, y obtener las curvas y los resultados de los cálculos seleccionados. Figura A.7 [9].

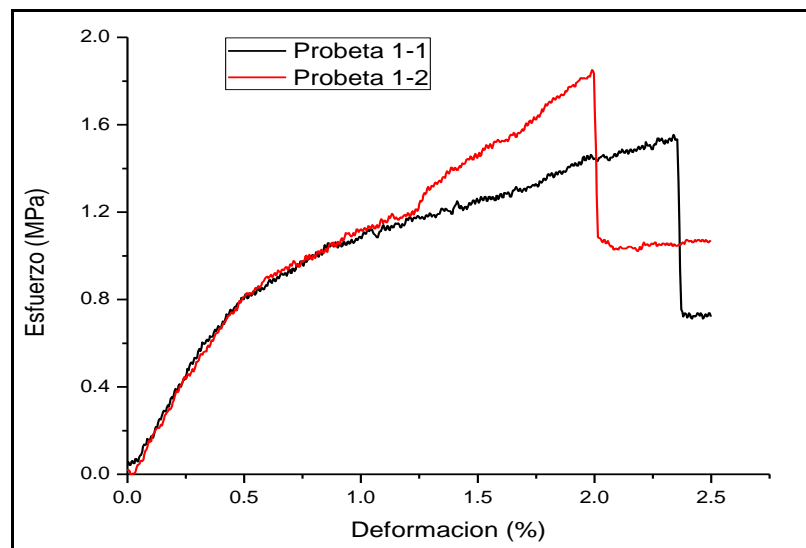



Figura A.7. Gráfica esfuerzo vs deformación.


A.1. ACTIVIDADES COMPLEMENTARIAS



SYNTHESIS OF BIODEGRADABLE COMPOSITES FOR THE REPAIR OF ARTICULAR CARTILAGE OF THE KNEE

J.C. Pérez-Reyes^{1*}, G. Carbajal de la Torre¹, M.A. Espinosa-Medina¹, L.A. Ibarra-Bracamontes¹, M. Villagómez-Galindo¹, E. Rubio-Rosas².

1. Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Santiago Tapia 403, Colonia Centro, C.P. 58000, Morelia, Michoacán, México. 2. Centro de Vinculación, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, BUAP, Puebla, Pue., 72570, MEXICO. E-mail: *j_c_ago@hotmail.com, *gginacarbajal@gmail.com



ABSTRACT

In Mexico there are no data on the incidence, prevalence and economic impact of joint injuries and osteoarthritis. The problem of the articular cartilage is his limited intrinsic repair natural ability, for that reason the defects are repaired with newly formed tissue extrinsic. The repair tissue consists of fibrous fibrocartilage, which is biomechanically inferior to hyaline cartilage and deteriorates rapidly when subjected to a continuous exercise.

In this area, few researchers in Mexico have addressed the problem of articular cartilage. In this work, the synthesis and properties of a functional composite for repairment of articular cartilage of the knee are presented, with the aim of solving the problem of osteoarthritis.

The composite was synthesized from hydroxyapatite (HA) powders and poly lactic acid (PLA). The PLA was made in a rotary equipment using tin octate as catalyst. The specimens used for tensile test were prepared by mixing PLA (90 % wt) and HA (10% wt) respectively, in a plastic injection equipment with capacity of one gram. The characterization of the composite was made by scanning electron microscopy (SEM) and infrared spectroscopy.

INTRODUCTION


The calcium phosphate most commonly used in implants is the hydroxyapatite (Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂), this because of its similarity to the mineral phase of bone as it forms a direct connection with the tissue.

The Polylactic acid (PLA) because it has excellent physical and chemical properties and good compatibility with tissues, has also been chosen for its period of biodegradation in the human body.

All this in order to provide a solution to the problems present in osteoarthritis, a common cause of pain and disability, especially in older people.

EXPERIMENTAL

The synthesis of PLA (polylactic acid) was performed by the polycondensation technique [1,2].



The synthesis of hydroxyapatite (HA) [3], from the coprecipitation technique was performed from solutions of:

$$10 \text{ Ca} (\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O} + 6 (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 + 8 \text{ NH}_4\text{OH} \rightarrow \text{Ca}_{10} (\text{PO}_4)_6 (\text{OH})_2 + 20 \text{ NH}_4\text{NO}_3 + 46 \text{ H}_2\text{O}$$


To prepare the composite of polylactic acid and HA was carried out by mixing polylactic acid (90%) and HA (10%) respectively by weight. The specimens were prepared having the hybrid mixture in a plastic injector laboratory, which is injected into a metal mold with dimensions established in ASTM-D-638-03, which is at a temperature 70 °C [4].

The samples were characterized using Fourier transform infrared (FTIR), and phase identification was carried out directly using X-ray diffractometer (XRD), and examined with scanning electron microscopy [5,6].

CONCLUSIONS

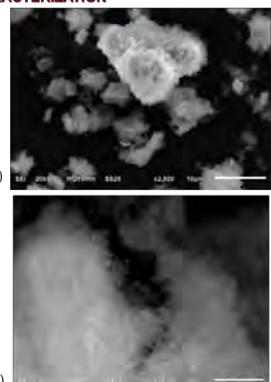
The results of this study showed the production of low-temperature phase HA, nano crystalline powders consisting of agglomerates present in submicron irregular morphology. The FTIR analysis revealed the acquisition of materials such as hydroxyapatite, acid (L) polylactic and composite PLLA / HA weight ratios of 90% / 10% respectively. It can be seen in the micrographs that the hydroxyapatite is distributed on acid (L) polylactic shaped particles.

CHARACTERIZATION

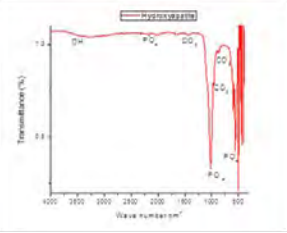


Composite specimens of PLA / HA with a weight percentage of 90% / 10% respectively.

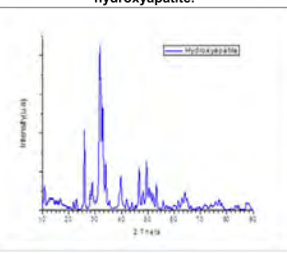
Measures According to ASTM standard D 638-03



SEM micrographs of synthesized hydroxyapatite powders. a) The imagen shows heterogeneous submicron particle agglomerates of irregular shape, b) ultrafine particles are observed morphology of fibers.

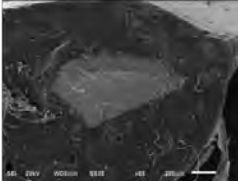


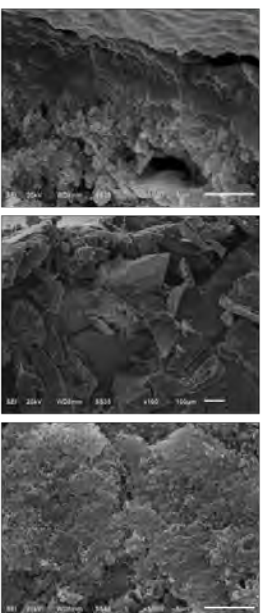
Infrared spectra pattern of synthesized hydroxyapatite.



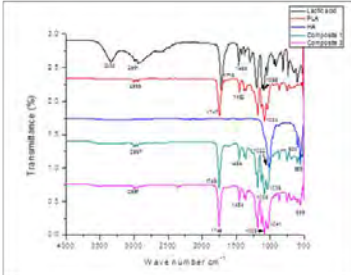
X-ray powder diffraction pattern of synthesized hydroxyapatite .

Composite with 10 wt% HA and 90% polylactic acid





Representative SEM micrographs of PLA/HA composites. The images showed that the distribution of bioceramic granules was not completely homogeneous.



Spectra of acid L (+) lactic, L-PLA synthesized HA, composite 1 and composite 3.

Acid L (+) lactic	Peak Position (cm ⁻¹)	HA	Peak Position (cm ⁻¹)	Composite 1	Peak Position (cm ⁻¹)	Composite 3	Peak Position (cm ⁻¹)
OH	3338	OH	3368	OH	2987	OH	2997
CH	2902	CH	2965	CH	1746	CH	1746
C=O	1774	C=O	1747	PO ₄	1464	PO ₄	1464
CH	1467	CH	1452	PO ₄	1085	PO ₄	1085
CO	1095	CO	1084	PO ₄	877	PO ₄	877
				PO ₄	601	PO ₄	599

References

- H.A Estupiñan, D.C. Parada, D. Laverde, D. Y. Peña-B. C. Vázquez-Q. Preparation of poly-L lactic acid by polycondensation catalyst of zinc. Scientia Et Technica, septiembre, año/volumen XIII, número 36 (2007) 267-272.
- Michael Mang. "Polylactic acid): Performance Materials from Renewable Resources," NPE 2000 Conference, Chicago, 2 Junio 2000.
- M.T.I. Animas. Synthesis and characterization of hydroxyapatite from calcium nitrate and ammonium phosphate (Tesis de maestría), Puebla México. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, (2005). 41-46.
- Hoffman A. Synthetic polymeric biomaterials, In: Gebelien GC, editor. Polymeric Materials and Organs. Washington DC: American Chemical Society (2001)13-29
- M.A. Hernández, J. M Vázquez, A. S. López, P. Sifuentes, M.G. Garriga, y L.L. Díaz. Synthetic hydroxyapatite obtained by the route of precipitation from aqueous solutions.
- C. A. Martinez, P. Garcia, A. Martinez, J. Romero. Preparation and characterization of a composite poly (urethane) / hydroxyapatite by phase separation. Biomecánica, vol. 9 (1), (2001) 2-3.

Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 1376 © 2012 Materials Research Society
DOI: 10.1557/opl.2012.278

Synthesis of Biodegradable Composite for Knee Cartilage Prosthesis Joint

J.C. Pérez-Reyes¹, G. Carbajal-De la Torre^{1,*}, M. A. Espinosa-Medina¹, L. A. Ibarra-Bracamontes¹, M. Villagómez-Galindo¹, E. Rubio-Rosas². ¹ Facultad de Ingeniería Mecánica, UMSNH, Morelia Mich., 58000, México. ² Centro Universitario de Vinculación, BUAP. Puebla Pue., 72570, México.

* Corresponding author: e-mail: georginacar@gmail.com

ABSTRACT

Osteoarthritis is a very complex illness of the joints that affects cartilage and subcondral bone. At the last years, researching has been focused in the development and characterization of composite materials, evaluating their structural properties. Some of those composite materials are constituted by organic and inorganic compounds forming hybrids. These materials can improve their properties due to the interaction of reinforcement hard particles in the polymeric matrix. The interest on the composite biomaterials has been increased on the biomedical applications such as tissue regenerating based in synthetic polymers with biodegradable and biocompatible properties whose can be reinforced by calcium phosphates. In this sense, hydroxyapatite [$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$] is often used for biological implants due its mineral phase similitude with bone microstructure and tissue compatibility. Similarly, polylactic acid (PLA) is a used polymer for implant applications due physicochemical and biocompatibility properties, and short degradation time also. In order to obtain a composite that can be used as a regenerating material on the osteoarthritis problem, in this work a (90/10 wt.%) polylactic/hydroxyapatite hybrid composite was produced by chemical synthesis and characterized by X-ray diffraction, SEM, FT-IR and TGA/DSC techniques.

Keywords: Polymer, Powder, Composite, Differential Thermal Analysis, Microstructure.

INTRODUCTION

Articulating cartilage is the principal biological element of human articulations as soft element for movement functioning and as charging mechanic support for quotidian activities. The cartilage has two principal functions; distributing articulate charges in a wide area and to permit relative movement of articulate opposite surfaces with minimum friction and wear [1]. However, those functions are affected by suffering and illnesses as the osteoarthritis. This illness is a very complex articulating disease that affects cartilage, subcondral bone and articulating structures as consequence [2]. In addition, this disease decrease the quality of life of the people causing physical problems and affecting the economy of both that also causing high cost for both individual and government due to the high costs of their treatment [3]. In this sense, biomaterials application has been considered as an interesting solution for those problems. Composite materials based in biodegradable and biocompatible synthetic polymers reinforced with calcium phosphates represent a higher potential for several tissue regeneration processes. The many applications of biomaterials have been manifested significantly due to the improvement of the properties of those materials permitting an easy manufacturing, designing, and researching, according with the medical area requirements. One condition for the

Bibliografía

- [1] Animas-Torres Ma. Teresa I., "Síntesis y caracterización de hidroxiapatita a partir del Nitrato de Calcio y Fosfato de Amonio"., Tesis de Maestría, Puebla Pué. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla (2005).,p.44 - 50.
- [2] La Cristalografía y la Ciencia de Materiales. Consultado el 15 de Febrero del 2012, Instituto de Investigaciones en Materiales UNAM, (2002). Pagina web:
<http://www.smcr.fisica.unam.mx/8temasutiles/articulosutiles/Crist%20y%20Ciencia%20de%20Mats.pdf>
- [3] Stanley R. Sandler, Wolf Kro, Jo-Anne Bonesteel, Eli M. Pearce, "Polimer Synthesis and Caracterización a Laboratory Manual"., Editorial Academic Press. (1998)., p.198-202.
- [4] Navarro-Toro Melba E."Desarrollo y caracterización de materiales biodegradables para regeneración ósea"., Tesis de doctorado., Universitat Politècnica de Catalunya, departament de Ciència dels materials i Enginyeria Metal·lúrgica. Abril (2005).,p.127-129.
- [5] Jiménez-López M. Leticia, "Obtención y caracterización de un material compuesto a base cascarilla de café y polipropileno"., Tesis de Licenciatura, Puebla Pué., Benemérita Universidad Autónoma de Puebla (2010).,p. 41-44.
- [6] Askeland Donald R., "Ciencia e ingeniería de los materiales", tercera edición. Editorial International Thomson. (2003).,p.65-68,131-133.
- [7] Vergara-Camacho Fernando, Marinez-Cervantes Norma J.,"Apuntes de Ciencias de los Materiales II", Instituto Politécnico Nacional, ESIME Azcapotzalco. (2008).,p.32-42.
- [8] "Determinación de la resistencia a la tracción". Obtenida el 2 de Enero 2011 de <http://www.matematicasyoesia.com.es/metodos/melweb13.htm>
- [9] Cáceres Sánchez Daniel. "Estudio de las propiedades mecánicas en monocristales y láminas delgadas de MgO mediante la técnica de nanoindentación"., Tesis doctoral. Universidad Autónoma de Madrid. Facultad de Ciencias. Mayo 2002. p.57-64.