

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS DE CARBÓN VÍTREO
RETICULADO DE BAJO COSTO PARA APLICACIONES BIOMÉDICAS A
PARTIR DE SACAROSA Y MATERIALES POLIMÉRICOS RECICLABLES**

**MAYRA ALEJANDRA BAYONA BECERRA
SILVIA NATHALIA CRUZ ORELLANA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIA FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2017

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS DE CARBÓN VÍTREO
RETICULADO DE BAJO COSTO PARA APLICACIONES BIOMÉDICAS A
PARTIR DE SACAROSA Y MATERIALES POLIMÉRICOS RECICLABLES**

**MAYRA ALEJANDRA BAYONA BECERRA
SILVIA NATHALIA CRUZ ORELLANA**

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar por el título de
Ingeniera Química**

Directoras:

**DRA. ELCY MARÍA CÓRDOBA TUTA
DRA. VIVIANA RAQUEL GÜIZA ARGÜELLO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIA FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2017

DEDICATORIA

A Dios, por todo lo que me ha dado y siempre velar por mí.

A mis padres, mis primeros guías en la vida porque este documento refleja años de educación y esfuerzos que sin ellos no hubiese sido posible. A mi papá por estar siempre ahí y a la hora que sea, a mi mamá por enseñarme que todo es posible.

A mis nonos, Miguel, Américo, Natividad y Nieves por consentirme, amarme y cuidarme desde el cielo o la tierra.

A mi hermano, por su constante apoyo y compañía.

A mis amigos, por los buenos momentos vividos.

Silvia Cruz Orellana

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por permitirnos realizar este proyecto.

A la Universidad Industrial de Santander, por todo el crecimiento intelectual y personal brindado durante todos los años de permanencia en esta alma máter.

Dra. Viviana Raquel Güiza Argüello, por su constante guía y dedicación lo cual permitió la elaboración de este proyecto.

Dra. Elcy María Córdoba Tuta, por facilitarnos las herramientas necesarias para la elaboración del mismo.

Ing. Guillermo Acero Medina, por su amable disposición y paciencia.

Técnicos de planta de aceros, Mario, Ambrosio y Oscar por su colaboración.

Al Laboratorio en Ciencia de Superficies, por los servicios brindados.

Al Grupo de Investigación en Polímeros, por la elaboración de los análisis termogravimétricos.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	15
1. METODOLOGÍA	20
1.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	21
1.2 PROTOCOLO PARA LA PREPARACIÓN DE LA RESINA PRECURSORA DE CARBÓN.....	21
1.3 DESARROLLO DE LA TÉCNICA DE IMPREGNACIÓN.....	21
1.4 FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS OBTENIDAS	22
1.4.1 Difracción de Rayos X (DRX).....	22
1.4.2 Espectroscopia Fotoelectrónica de rayos X (XPS).....	22
1.4.3 Espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR).....	23
1.4.4 Análisis Termogavimétrico (TGA).	23
1.5 EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DEL CATALIZADOR	23
1.6 EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA DE CARBONIZACIÓN	23
2. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	24
2.1 PROTOCOLO PARA LA PREPARACIÓN DE UNA RESINA PRECURSORA DE CARBÓN A PARTIR DE SACAROSA Y ÁCIDO NÍTRICO	24
2.2 DESARROLLO DE UNA TÉCNICA DE IMPREGNACIÓN DE LA PLANTILLA POLIMÉRICA DE SACRIFICIO UTILIZANDO ESPUMAS DE CELULOSA RECICLADAS	28
2.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS DE CARBÓN VÍTREO OBTENIDAS: PROPIEDADES MECÁNICAS, MORFOLÓGICAS Y ESTRUCTURALES	31
2.3.1 FT-IR.....	31
2.3.2 DRX.	32

2.3.3 XPS.....	33
2.3.4 SEM	34
2.3.5 TGA.....	35
2.4 EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DEL CATALIZADOR Y LA TEMPERATURA DE CARBONIZACIÓN EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS ESPUMAS RESULTANTES.....	36
3. CONCLUSIONES	40
4. RECOMENDACIONES.....	41
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	42
BIBLIOGRAFIA.....	48

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Métodos de fabricación de espumas porosas.....	17
Figura 2. Diagrama de flujo de la metodología.	20
Figura 3. Reacción de hidrólisis y polimerización de la sacarosa. (a) Hidrólisis de sacarosa (b) Formación de ácidos carboxílicos (c) Polimerización.....	25
Figura 4. Caracterización FT-IR del proceso de preparación de la resina de sacarosa después de: 0, 2, 4, 7 y 8 horas a 120°C.	26
Figura 5. Variación de la viscosidad de la resina con el tiempo de preparación.	28
Figura 6. (a) Esponja de colchón (b) Espuma de celulosa reciclada de filtros de acuario (c) Esponja de cocina. (d) Espuma CVR comercial. Escala = 2000µm.....	29
Figura 7. Espumas CVR resultantes después de impregnación de la plantilla y remoción del exceso de resina mediante extrusión usando (a) pinzas, y (b) una pipeta de vidrio como rodillo.	30
Figura 8. Protocolo para la preparación de espumas CVR a partir de sacarosa y ácido nítrico.....	31
Figura 9. FT-IR de las espumas CVR caseras versus CVR comerciales.....	32
Figura 10. DRX de las espumas CVR caseras versus CVR comerciales.	33
Figura 11. XPS de las espumas CVR caseras versus CVR comerciales.....	33
Figura 12. Micrografías SEM de a) Espuma CVR casera b) Espuma CVR comercial. Barra de escala = 500 µm.....	34
Figura 13. TGA de la plantilla de sacrificio y la resina precursora de carbón.....	36
Figura 14. Efecto de la concentración de catalizador sobre la resistencia a la compresión de las espumas CVR sintetizadas.	37
Figura 15. Variación de la viscosidad de la resina con la concentración de ácido nítrico.	37

Figura 16. Efecto de la rampa de calentamiento durante la carbonización sobre la resistencia a la compresión de las espumas CVR (a) Imágenes SEM representativas de espumas sintetizadas usando una rampa de calentamiento de (b) 3,7 ° C/min y (c) 1 ° C/min. Barra de escala = 100 μm. *, Diferencia significativa ($p = 0,0205$).....38

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Composición muestra casera y comercial.....	33

RESUMEN

TÍTULO: SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS DE CARBÓN VÍTREO RETICULADO DE BAJO COSTO PARA APLICACIONES BIOMÉDICAS A PARTIR DE SACAROSA Y MATERIALES POLIMÉRICOS RECICLABLES¹

AUTORES: Mayra Alejandra Bayona Becerra, Silvia Nathalia Cruz Orellana²

PALABRAS CLAVE: Carbón vítreo reticulado, celulosa, andamio, sacarosa, plantilla.

DESCRIPCIÓN:

Espumas de carbón vítreo reticulado han sido recientemente utilizadas en la fabricación de andamios para aplicaciones biomédicas, en este trabajo se fabricaron espumas de carbón vítreo reticulado mediante un proceso de bajo costo y agradable con el medio ambiente. El método empleado consiste en impregnar espumas de celulosa recicladas de filtros de acuarios domésticos con una resina de sacarosa previamente fabricada, posteriormente las espumas son carbonizadas a 900 °C en una atmosfera inerte con flujo de nitrógeno. Las espumas resultantes fueron caracterizadas y comparadas con espumas comerciales (ERG Aerospace Corp.) mediante Difracción de rayos X (DRX), Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS), Microscopia electrónica de barrido (SEM), Espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR), ensayo mecánico de compresión y microscopia confocal. Los resultados evidencian que se obtuvieron espumas morfológicamente parecidas al hueso trabecular. También se lograron tamaños de celda de ~1mm, un rasgo que permitirá el refuerzo mecánico de tales andamios utilizando un revestimiento de biomaterial sin comprometer el tamaño de poro que favorece la infiltración y crecimiento de los osteoblastos (200 - 500 µm). Por otra parte, los estudios iniciales mostraron que las condiciones de carbonización tienen un efecto sobre las propiedades mecánicas de las espumas sintetizadas y, por tanto, tales parámetros de proceso podrían evaluarse para mejorar la resistencia mecánica de los andamios.

¹ Trabajo de grado

² Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Directores: Dra. Elcy María Córdoba Tuta, Ph.D Viviana Raquel Güiza Argüello.

ABSTRACT

TITLE: SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF LOW-COST RETICULATED VITREOUS CARBON FOAMS FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS FROM SUCROSE AND RECYCLABLE POLYMERIC MATERIALS³

AUTORS: Mayra Alejandra Bayona Becerra, Silvia Nathalia Cruz Orellana⁴

KEYWORDS: Reticulated vitreous carbon, cellulose, scaffold, sucrose, template.

DESCRIPTION:

Reticulated vitreous carbon foams have been recently used for the fabrication of scaffolds for biomedical applications. The aim of this work was to fabricate reticulated vitreous carbon foams through a low-cost and environmentally friendly process. Toward this end, recycled cellulose foams were impregnated with a sucrose resin, followed by carbonization at 900 °C in an inert atmosphere. The resulting foams were characterized and compared relative to their commercially available counterparts (ERG Aerospace Corp.) using X-ray diffraction (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), mechanical compression test and confocal microscopy. The results show that the fabricated foams were morphologically similar to native trabecular bone. In addition, a cell size of ~1mm was achieved, a feature that will allow the mechanical reinforcement of the scaffolds using a biomaterial coating without compromising the pore size that favors the infiltration and growth of osteoblasts (200 – 500 µm). Furthermore, it can be concluded that the manufactured foams are similar to the commercial foams and that structurally follows the proposed model in the literature of the reticulated vitreous carbon. Moreover, initial studies showed that the carbonization conditions have an effect on the mechanical properties of the synthesized foams and therefore, these process parameters could be evaluated to improve the mechanical resistance of the scaffolds.

³ Undergraduate thesis

⁴ Physical-Chemical Engineering Faculty. Chemical Engineering Department. Advisors: Dr. Elcy María Córdoba Tuta, Dr. Viviana Raquel Güiza Argüello

INTRODUCCIÓN

La regeneración de tejido óseo presenta un desafío ya que actualmente no existe un material que combine las propiedades de porosidad y dureza del hueso. Diferentes tipos de materiales han sido utilizados con el objetivo de desarrollar una alternativa sintética al hueso natural. Los metales presentan excelentes propiedades mecánicas; sin embargo, debido a que éstos son más rígidos que el hueso, generan una distribución inadecuada de cargas (apantallamiento de cargas) la cual puede ocasionar disminución del volumen óseo y diferencias en la remodelación ósea local [4], además de falta de adherencia al tejido, riesgo de toxicidad por acumulación de iones metálicos y desgaste. Los polímeros son usados debido a sus propiedades de viscoelasticidad y biodegradabilidad. Además, los polímeros naturales ofrecen bioactividad, mientras que los sintéticos ofrecen versatilidad en el diseño. A pesar de esto, las bajas propiedades mecánicas asociadas a estos materiales limitan su uso en aplicaciones de regeneración de tejido óseo. Por otra parte, los cerámicos son bioactivos y permiten la fabricación de sistemas altamente porosos, pero son frágiles. Debido a estas limitaciones, se han investigado también los materiales compuestos, combinando generalmente polímeros y cerámicos para conseguir un material con las propiedades deseadas [1-3]. En la ingeniería de tejidos se ha planteado como estrategia de solución para defectos óseos estructuras en 3D llamadas andamios, estos son utilizados como sustitutos de injerto óseo, son diseñados con características específicas en términos de propiedades mecánicas, porosidad, e interacción con el medio para inducir la formación ósea y vascularización, favoreciendo la recuperación de la zona [3,7].

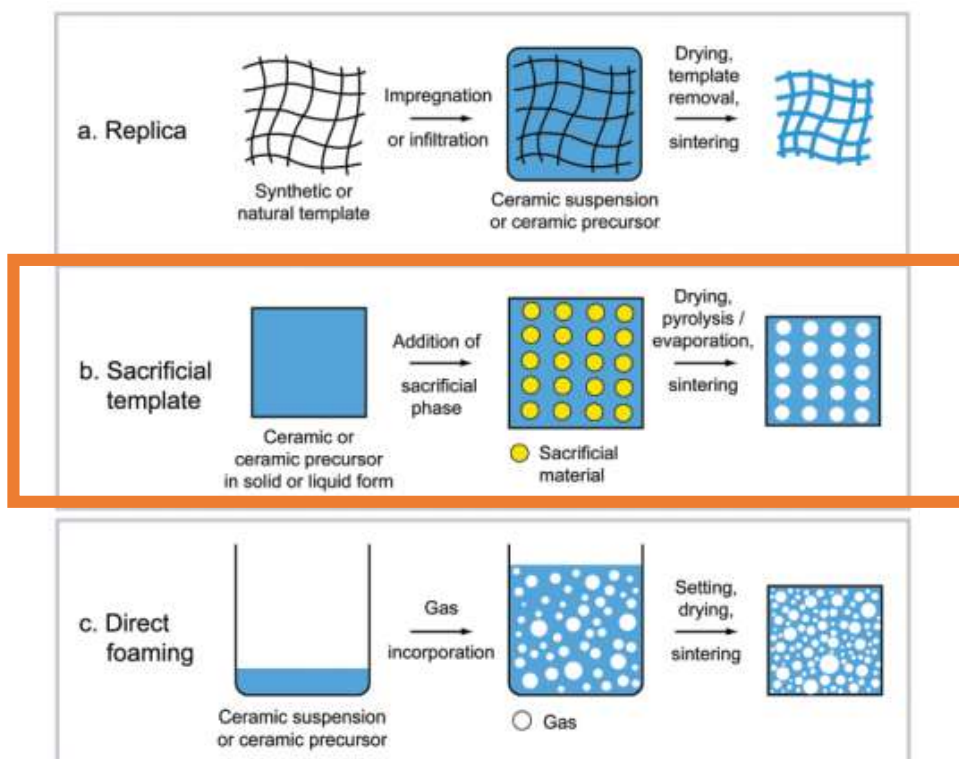
Anualmente, en los Estados Unidos se realizan más de un 1 millón de tratamientos por defectos óseos los cuales generan gastos médicos por más de 25 billones de dólares [2], mientras que en Colombia se registran unas 8000 a 10000 fracturas de

cadera de las cuales el 90% son tratadas quirúrgicamente, con un costo aproximado de USD 6457 por tratamiento [5]. El autoinjerto es considerado el tratamiento preferido para la regeneración ósea, aunque presenta desventajas como limitada cantidad de tejido disponible para trasplante, posible pérdida de funcionalidad del tejido del cual se toma el injerto, así como riesgo de infección. Por su parte, el uso de aloinjertos trae asociado el riesgo de transmisión de enfermedades, infecciones y respuesta inmune entre otras [1]. Idealmente, los andamios sintéticos utilizados como injertos de tejido óseos se han fabricado de materiales reabsorbibles y bioactivos, los cuales no causan factores adversos en el organismo, deben tener una estructura porosa altamente interconectada con tamaños de poro entre 100-500 μm y con resistencia a la compresión similar a la del hueso (hueso cortical: 100-200 MPa; hueso esponjoso: 2-20 MPa) [6-8]. En conjunto, estas características permitirían al andamio ser un soporte mecánico mientras ocurre la regeneración ósea en la zona afectada.

Las espumas de carbón han sido estudiadas para diferentes aplicaciones debido a que son materiales porosos, ligeros, de alta conductividad eléctrica y superficie específica elevada [9], los cuales han sido utilizados en soportes de catalizadores, adsorbentes y principalmente en la fabricación de electrodos [10-11]. Estas espumas son fabricadas a partir de brea de alquitrán, brea de petróleo, pero principalmente utilizando como precursor resinas fenólicas debido a su rendimiento relativamente alto de carbono (50%), aunque es un proceso contaminante debido a las materias primas usadas [12, 32]. El método de fabricación de las espumas de carbón más común es por medio de plantilla de sacrificio. Este consiste en impregnar una plantilla polimérica, como por ejemplo espuma de poliuretano, con una resina precursora de carbón y durante el proceso de carbonización la plantilla utilizada sufre descomposición obteniéndose al final la espuma de carbón deseada (Figura 1b) [13-14].

Recientemente, algunos estudios han explorado el potencial de las espumas de carbón vítreo reticulado (CVR) para aplicaciones de regeneración de tejido óseo [15 -16]. Por ejemplo, Czarnecki y colaboradores encontraron que las espumas CVR tratadas térmicamente promueven la adhesión, mineralización y crecimiento de osteoblastos humanos *in vitro* [16]. Además, los estudios *in vivo* realizados por Pec, et al. [15] indicaron que, a pesar de que el carbón vítreo no es biodegradable, puede integrarse positivamente con el tejido circundante tras la implantación. Esto representa una ventaja del uso de espumas CVR como andamios, en relación con las cerámicas biodegradables tradicionales, puesto que las espumas CVR podrían proporcionar una plataforma material permanente para guiar la remodelación ósea en el sitio del defecto.

Figura 1. Métodos de fabricación de espumas porosas.



Fuente: Studart, A. R., Gonzenbach, U. T., Tervoort, E., & Gauckler, L. J. (2006). Processing routes to macroporous ceramics: a review. *Journal of the American Ceramic Society*, 89(6), 1771-1789.

Sin embargo, una de las principales limitaciones asociadas con el uso de espumas CVR para la reparación ósea radica en sus bajas propiedades mecánicas. Una forma de sortear esta cuestión es a través del refuerzo de la espuma de carbono con una fase que le permita soportar cargas mecánicas *in vivo*, preservando al mismo tiempo los niveles de morfología y porosidad que favorezcan la infiltración y proliferación de células osteogénicas.

Recientemente se han desarrollado procesos para fabricar carbón vítreo reticulado utilizando resina de sacarosa como precursor de carbón, siendo una alternativa más amigable con el medio ambiente y de menor costo. El proceso consiste en preparar una resina precursora de carbón a partir de ácido nítrico y sacarosa, posteriormente impregnar con esta la plantilla de sacrificio y a continuación someter la plantilla a un proceso de carbonización en una atmosfera inerte para finalmente obtener una espuma de carbón vítreo reticulado [17].

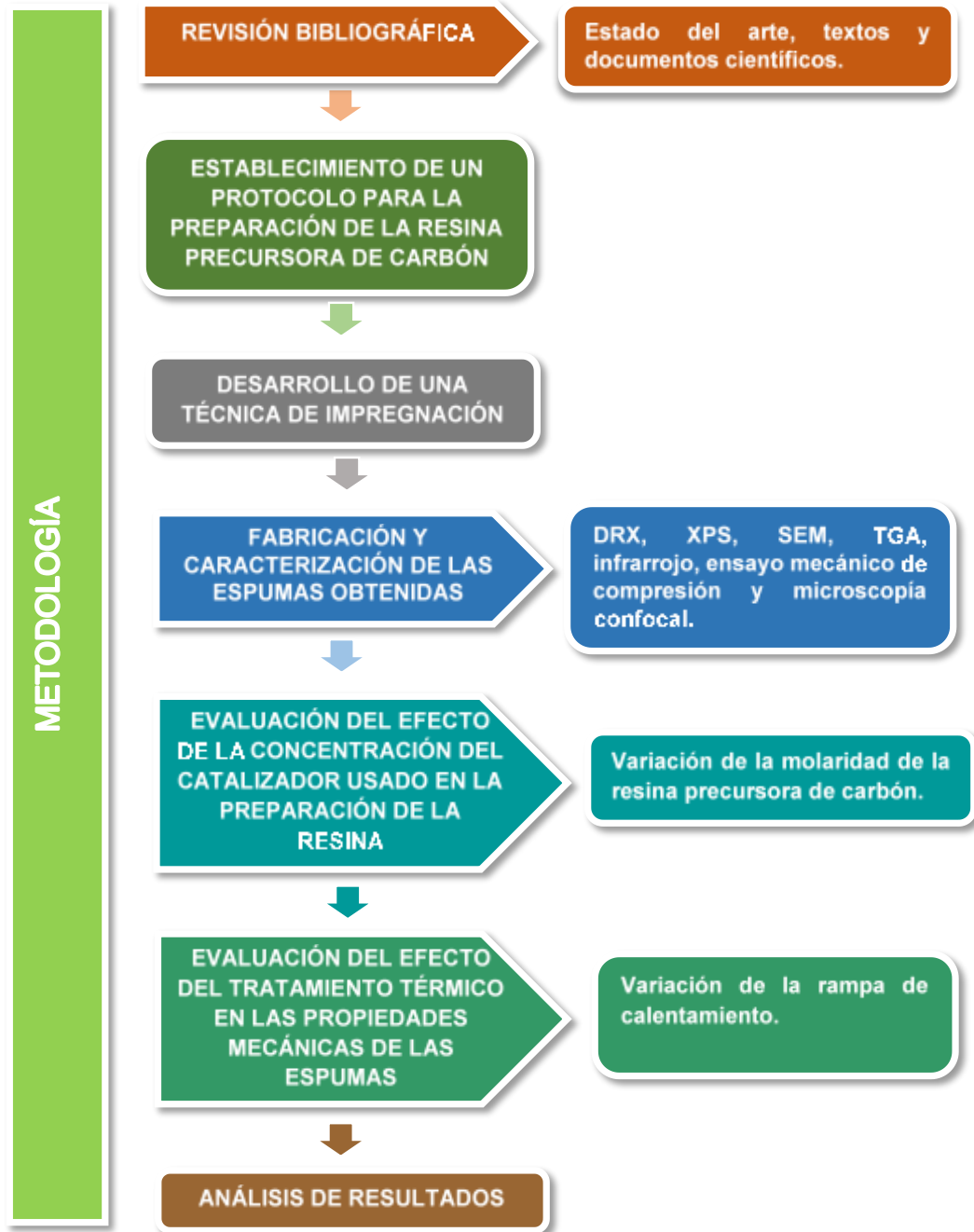
El objetivo de este trabajo es sintetizar y caracterizar espumas de carbón vítreo reticulado de bajo costo para aplicaciones biomédicas a partir de sacarosa y materiales poliméricos reciclables. Estas espumas se visualizan como el elemento poroso de un sistema de material compuesto para aplicaciones de ingeniería de tejido óseo. Dicho objetivo se pretende alcanzar mediante los siguientes objetivos específicos:

- Establecer un protocolo para la preparación de una resina precursora de carbón a partir de sacarosa y ácido nítrico.
- Desarrollar una técnica de impregnación de la plantilla polimérica de sacrificio utilizando espuma de celulosa recicladas, obtenidas de filtros para acuarios domésticos.
- Caracterizar las espumas de carbón vítreo reticulado obtenidas y compararlas con las espumas de carbón vítreo reticulado comerciales en términos de propiedades mecánicas, morfológicas y estructurales.

- Evaluar el efecto de: i) la concentración del catalizador usado en la preparación de resina (ácido nítrico), y ii) la temperatura de carbonización en las propiedades mecánicas de las espumas resultantes.

1. METODOLOGÍA

Figura 2. Diagrama de flujo de la metodología.



1.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Se realizó una revisión del estado del arte de los procesos de fabricación de espumas de carbón vítreo reticulado, así como de los estudios realizados para aplicaciones de regeneración de tejido óseo. Asimismo, se consultó información en la literatura sobre las técnicas empleadas para caracterizar espumas de carbón vítreo reticulado.

1.2 PROTOCOLO PARA LA PREPARACIÓN DE LA RESINA PRECURSORA DE CARBÓN

Para la preparación de la resina precursora de carbón, se desarrolló una metodología con base en trabajos previamente reportados [18]. Se mezclaron 10 mL de agua desionizada, 4 gr de azúcar blanca de mesa y 3 mL de ácido nítrico (65%) en un beaker de teflón. La mezcla se llevó a una estufa a 120°C por un periodo de tiempo específico que permitiera obtener una resina de consistencia apropiada para la impregnación de la plantilla polimérica de sacrificio.

1.3 DESARROLLO DE LA TÉCNICA DE IMPREGNACIÓN

Se desarrolló una técnica de impregnación de la plantilla polimérica de sacrificio utilizando espumas de celulosa recicladas obtenidas de sistemas de filtración para acuarios domésticos. La solución a impregnar fue la resina polimérica obtenida a partir de sacarosa y ácido nítrico [15]. Con el desarrollo de esta técnica de impregnación se buscó la homogeneidad de la espuma de carbón vítreo resultante.

1.4 FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS OBTENIDAS

Las espumas de carbón vítreo reticulado se fabricaron a partir de los resultados obtenidos en las etapas anteriores. Para el proceso de carbonización, las plantillas de celulosa impregnadas con la resina de sacarosa fueron pirolizadas a 900°C en atmósfera inerte en un horno tubular, temperatura propuesta en trabajos previos [18]. Posteriormente, se realizó una caracterización estructural y morfológica de las espumas obtenidas, utilizando las siguientes técnicas: DRX, XPS, SEM, FT-IR, TGA, ensayo mecánico de compresión, y microscopía confocal. Dichas espumas sintetizadas fueron posteriormente comparadas con las espumas de carbón vítreo reticulado comerciales (ERG Aerospace Corporation), mediante el uso de las siguientes técnicas:

1.4.1 Difracción de Rayos X (DRX). Para la caracterización estructural de las muestras comerciales y sintetizadas se realizó difracción de rayos X, con el fin de conocer las fases cristalinas presentes. El rango de medición fue de 3,5 - 70,0° 2 θ , con una radiación CuK α 1 con un barrido a pasos con un tiempo de muestreo de 0,6 segundos.

1.4.2 Espectroscopia Fotoelectrónica de rayos X (XPS). La composición química de las muestras sintetizadas y comerciales se analizó por espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) utilizando un espectrómetro SPECS PHOIBOS 150 con un analizador hemisférico que funciona a una energía de rayos X de 1486,6 eV de radiación Al K α . En este trabajo, se utilizó una fuente de rayos X policromáticos y un espejo monocromador con una energía de paso de 60 eV (para alta resolución). La fuente policromática de rayos X utilizada con el espejo monocromador (Al-K α) de Ag 3d5 / 2 el cual tiene fwhm = 0,5 eV. El ajuste de pico de la medición de alta resolución (mediante la integración de los picos C, N, O y Na) se determinó con el software CASA-XPS. La energía de calibración que se utilizó fue C 1s (284,6 eV).

1.4.3 Espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR). Se realizó la caracterización de la resina precursora de carbón y de las espumas de carbón vítreo a través de un espectrofotómetro de infrarrojo con transformada de Fourier, en un equipo FTIR-8400S de rayo óptico sencillo con un rango de número de onda de 350 -7800 cm^{-1} .

1.4.4 Análisis Termogravimétrico (TGA). La degradación térmica de la resina precursora de carbón y la plantilla se determinaron mediante la técnica de análisis termogravimétrico (TGA), la cual fue realizada en un equipo TGA Discovery (TA Instruments, Inc). Con un calentamiento hasta 700 °C usando una rampa de calentamiento de 3.7 °C/min en atmósfera inerte.

1.5 EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DEL CATALIZADOR

Debido a que el proceso de polimerización de la sacarosa es afectado por la concentración del catalizador (ácido nítrico) [19], se varió la concentración molar de ácido nítrico en la solución precursora, manteniendo constantes la concentración de sacarosa y el tiempo de calentamiento de la solución.

1.6 EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA DE CARBONIZACIÓN

Se estudió el efecto de las condiciones de carbonización en las propiedades mecánicas de las espumas, variando la temperatura de carbonización de 900 °C a 1000 °C, con rampas de calentamiento entre 1 y 3,7 °C/min. Las pruebas de resistencia a la compresión se realizaron en un equipo universal de ensayos usando una velocidad de deformación de 0,5mm/min, con una extensión de 4mm y un número de 4 especímenes por tipo de muestra.

2. ANÁLISIS DE RESULTADOS

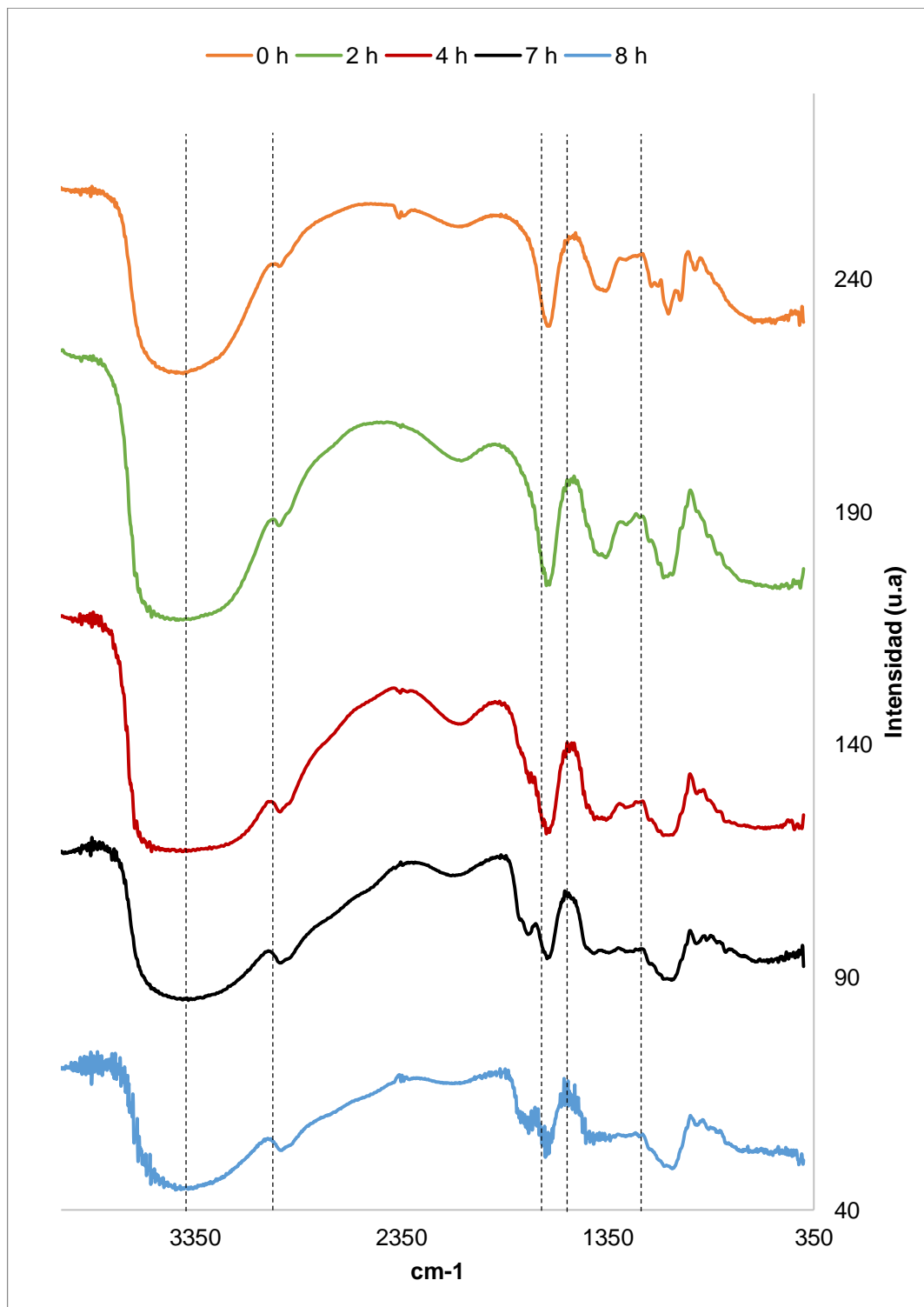
A partir de la información obtenida durante la realización de las diferentes pruebas, se analizaron y presentaron los resultados correspondientes. Se realizó un test student-t para los datos correspondientes a los ensayos de compresión, con el fin de determinar diferencias significativas.

2.1 PROTOCOLO PARA LA PREPARACIÓN DE UNA RESINA PRECURSORA DE CARBÓN A PARTIR DE SACAROSA Y ÁCIDO NÍTRICO

La sacarosa en un medio acuoso ácido experimenta hidrólisis dividiéndose en sus moléculas básicas, fructosa y glucosa (Fig.3.a). Posteriormente, el ácido nítrico oxida a glucosa y fructosa, transformándolas en diferentes ácidos carboxílicos como son el ácido glucónico, ácido sacárico, ácido glicólico y ácido tartárico (Fig. 3.b). Finalmente, la formación de la resina de sucrosa se obtiene por medio de la polimerización de los diferentes ácidos, a través de reacciones de condensación entre grupos -OH (Fig. 3.c), [20].

Se realizó una caracterización del proceso de fabricación de la resina por FT-IR con el fin de establecer el tiempo de preparación para el cual la sacarosa estuviera completamente hidrolizada, además de identificar la presencia de los grupos anhídridos lo cual indica la polimerización de la resina.

Figura 4. Caracterización FT-IR del proceso de preparación de la resina de sacarosa después de: 0, 2, 4, 7 y 8 horas a 120°C.



En el espectro infrarrojo se observa un pico ancho en el rango $3600-3200\text{ cm}^{-1}$, el cual ha sido previamente asociado a soluciones acuosas de azúcares [21]. Se observa un decrecimiento de la pendiente de la señal debido a la deshidratación de la solución por el aumento de la temperatura y a la pérdida de grupos OH durante la polimerización [22]. También se observan picos en el rango $1050-1150\text{ cm}^{-1}$, correspondientes a los enlaces C-O [23].

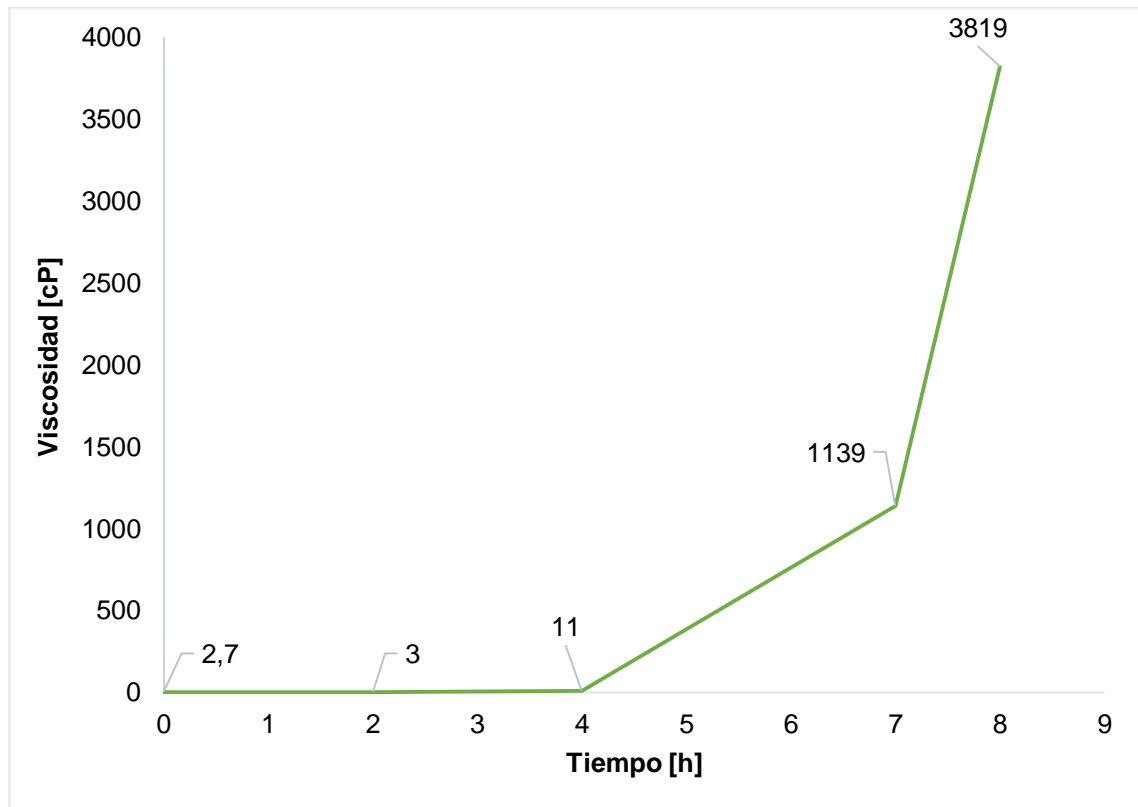
La señal a 1630 cm^{-1} se debe a la presencia de grupos carbonilos, mientras que el pico a $\sim 2900-2695\text{ cm}^{-1}$ se relacionan con los enlaces C-H [23]. A partir de la cuarta hora de secado empieza a aparecer picos aproximadamente en el rango de $1800-1740\text{ cm}^{-1}$ junto con la desaparición del hombro $1300-1020\text{ cm}^{-1}$ y ensanchándose la señal a 1000 cm^{-1} siendo este el indicador de la formación de grupos anhídridos [24], es decir el proceso de polimerización. Por último, la señal fuerte a aproximadamente 1540 cm^{-1} es significativa de la molécula de NO_2 presente en la solución debido a la formación de ese compuesto durante la etapa de formación de ácidos [25].

Con base en los resultados de FT-IR, a partir de las 7 horas de secado de la solución con la presencia de grupos anhídridos se asegura la polimerización de la resina precursora, ya que las unidades básicas del polímero están unidas por enlaces anhídridos. Adicionalmente, a partir de la evaluación cualitativa de la consistencia de la resina se determinó que, al cabo de las 7 horas de preparación, ésta presentaba una viscosidad que permitía un recubrimiento abundante y completo de la plantilla polimérica de sacrificio, y al mismo tiempo facilitaba la remoción del exceso de resina.

Adicionalmente, la evaluación cualitativa permitió establecer que después de 8 horas de secado ocurre un incremento dramático de la viscosidad (Figura 5) que impide la adecuada impregnación de las plantillas de sacrificio. Se escogió

entonces un tiempo de 7 horas de secado a 120° C para la preparación de la resina precursora de carbón.

Figura 5. Variación de la viscosidad de la resina con el tiempo de preparación.



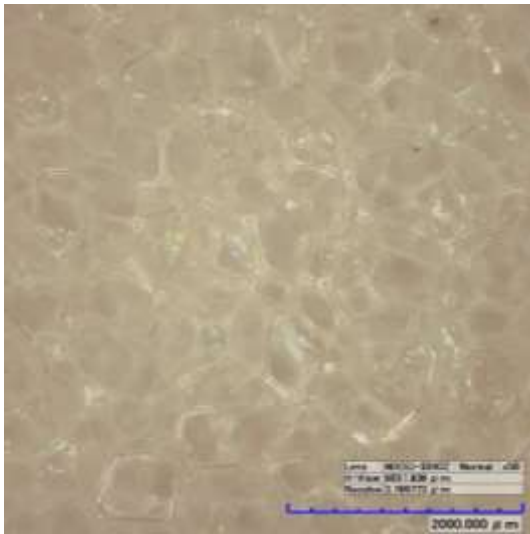
2.2 DESARROLLO DE UNA TÉCNICA DE IMPREGNACIÓN DE LA PLANTILLA POLIMÉRICA DE SACRIFICIO UTILIZANDO ESPUMAS DE CELULOSA RECICLADAS

Una vez definidas las condiciones de preparación de la resina, se procedió a seleccionar la plantilla de sacrificio con base en diversas fuentes poliméricas reciclables.

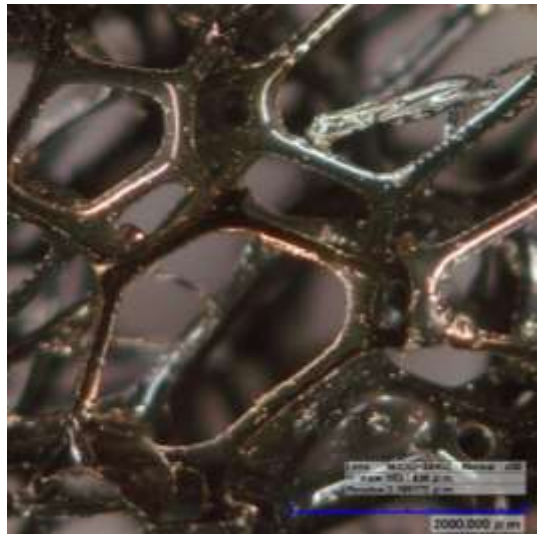
Con base en la similitud morfológica de las espumas negras de celulosa con la espuma CVR comercial, se seleccionó la espuma de celulosa de acuario como plantilla de sacrificio (Figura 6b).

Figura 6. (a) Esponja de colchón (b) Espuma de celulosa reciclada de filtros de acuario (c) Esponja de cocina. (d) Espuma CVR comercial. Escala = 2000 μ m.

(a)



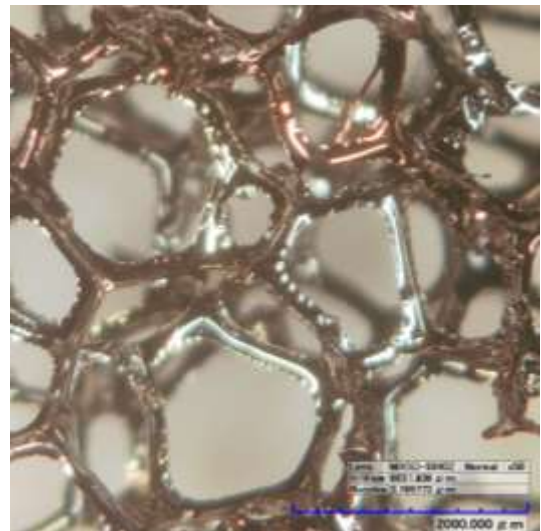
(b)



(c)



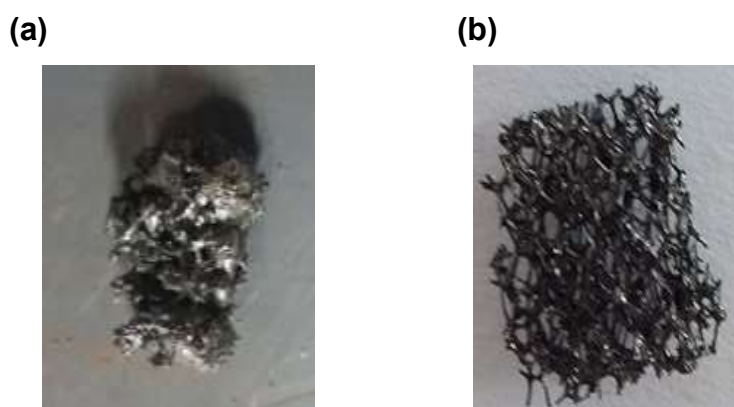
(d)



Adicionalmente, el protocolo previamente publicado por Celzard y colaboradores [18], el cual fue usado como referencia en este trabajo de investigación, propone que las espumas sean sumergidas en la solución de sacarosa y posteriormente secadas a 120 °C durante 48 horas. Inicialmente se intentó dicho procedimiento, pero el resultado fue negativo ya que al cabo de 7 horas de secado de la resina las espumas presentaron deformación permanente y pérdida de rigidez. Por esta razón se decidió no realizar inmersión de la plantilla durante el secado de la resina, sino hacer impregnación sólo después de preparada la resina.

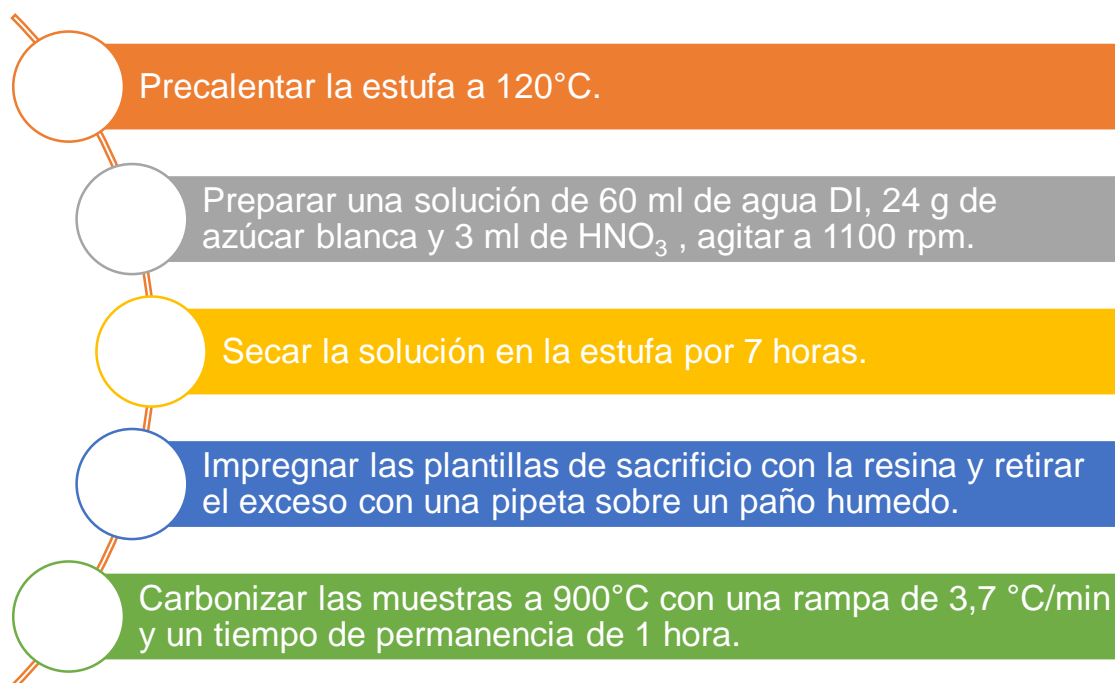
Por otra parte, como método de remoción de exceso, inicialmente se utilizaron pinzas para presionar la espuma. Sin embargo, se encontró que el uso de una pipeta de vidrio como rodillo permitía una extrusión más homogénea de la plantilla (Figura 7).

Figura 7. Espumas CVR resultantes después de impregnación de la plantilla y remoción del exceso de resina mediante extrusión usando (a) pinzas, y (b) una pipeta de vidrio como rodillo.



Con base en los resultados anteriormente descritos, la metodología de fabricación de espumas de carbón vítreo a partir de sacarosa, usando como plantillas de sacrificio espumas de celulosa provenientes de filtros de acuario fue la siguiente

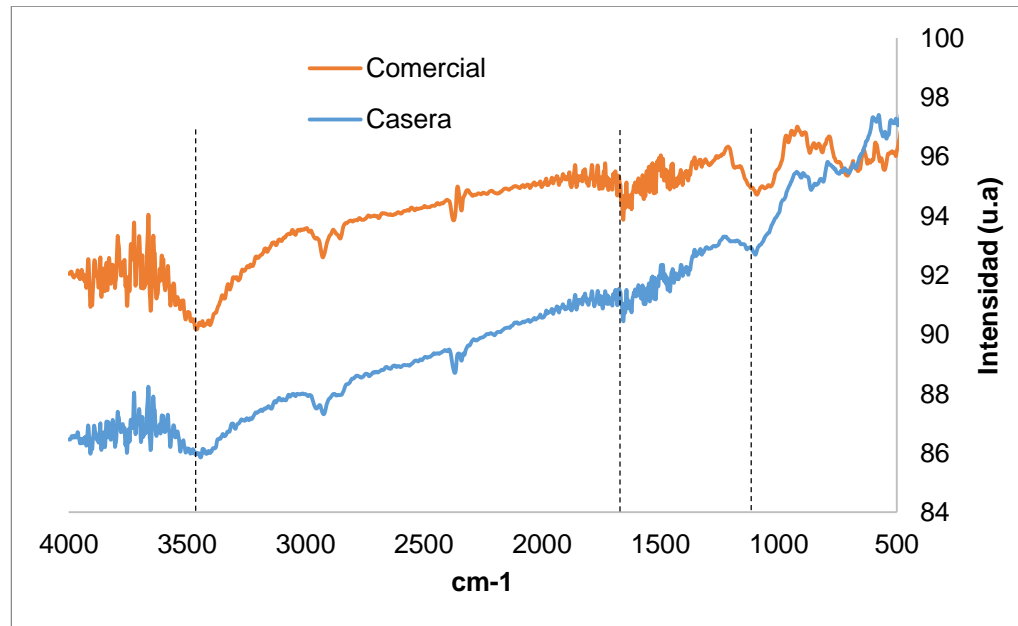
Figura 8. Protocolo para la preparación de espumas CVR a partir de sacarosa y ácido nítrico.



2.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS DE CARBÓN VÍTREO OBTENIDAS: PROPIEDADES MECÁNICAS, MORFOLÓGICAS Y ESTRUCTURALES

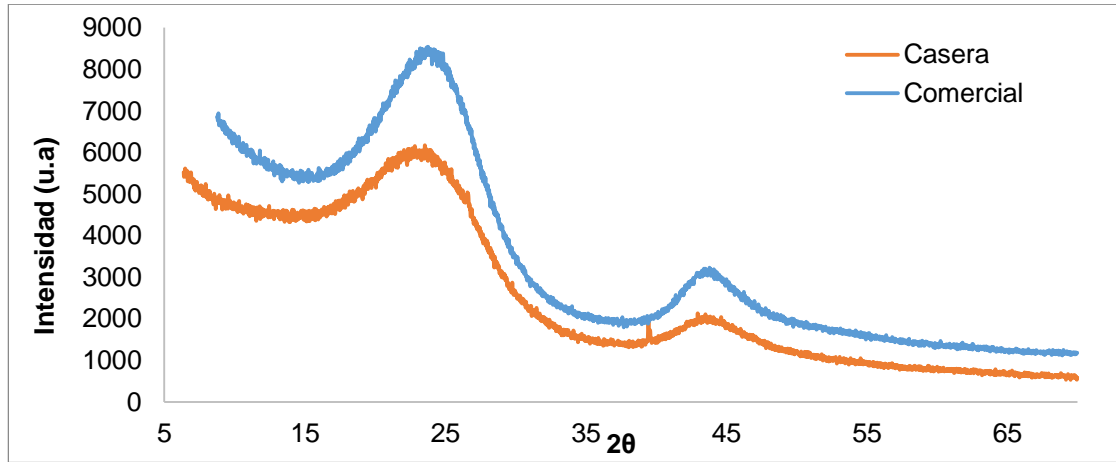
2.3.1 FT-IR. El espectro FT-IR de la Figura 9 muestra una banda ancha a ~ 3420 cm^{-1} , que se puede atribuir a vibraciones de estiramiento de enlaces O-H debido al agua intercalada [26, 27]. La banda a ~ 1625 cm^{-1} puede atribuirse al estiramiento de enlaces C-C [28-29], mientras que la banda a ~ 1100 cm^{-1} puede atribuirse a las vibraciones de estiramiento C-O-C [28-29], un resultado adecuado al modelo propuesto por Kakinoki, el cual define el carbono vítreo como una combinación de porciones tetraédricas y gráficas de carbono conectadas por puentes de oxígeno [30].

Figura 9. FT-IR de las espumas CVR caseras versus CVR comerciales.



2.3.2 DRX. Los espectros DRX de las espumas (Figura 10) muestran dos picos amplios en los rangos 22-25° y 42-46°, los cuales están asociados a las reflexiones semicristalinas de los planos (002) y (10) del grafito [11, 31, 17]. Los picos de difracción débiles confirman la presencia de una estructura de carbono amorfa [32], característica del carbón vítreo. Además, la espuma comercial presenta picos más definidos, lo cual posiblemente es causado por tratamientos térmicos a mayores temperaturas [33]. Estos resultados coinciden con la estructura gráfica mencionada por Kakinoki [30] en su modelo de CVR.

Figura 10. DRX de las espumas CVR caseras versus CVR comerciales.

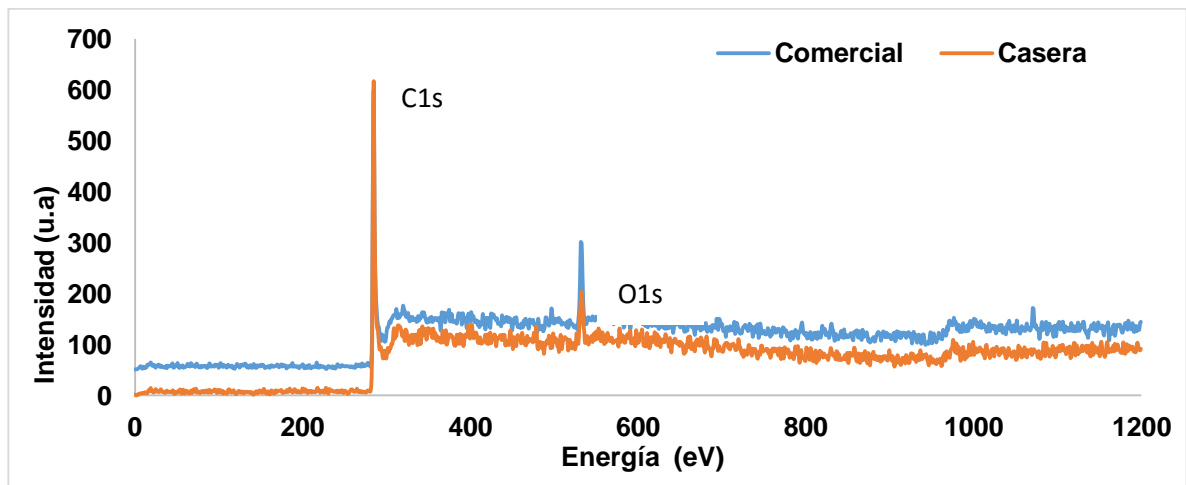


2.3.3 XPS

Tabla 1. Composición muestra casera y comercial.

Elemento	Posición	Casera	Posición	Comercial
		Composición (% Atómico)		Composición (% Atómico).
C1s	284.7	82.13	284.58	88.55
O1s	532.4	15.45	532.63	10.03
N1s	400.75	2.42	401.13	0.75
Na1s	-	-	1071.43	0.67

Figura 11. XPS de las espumas CVR caseras versus CVR comerciales.



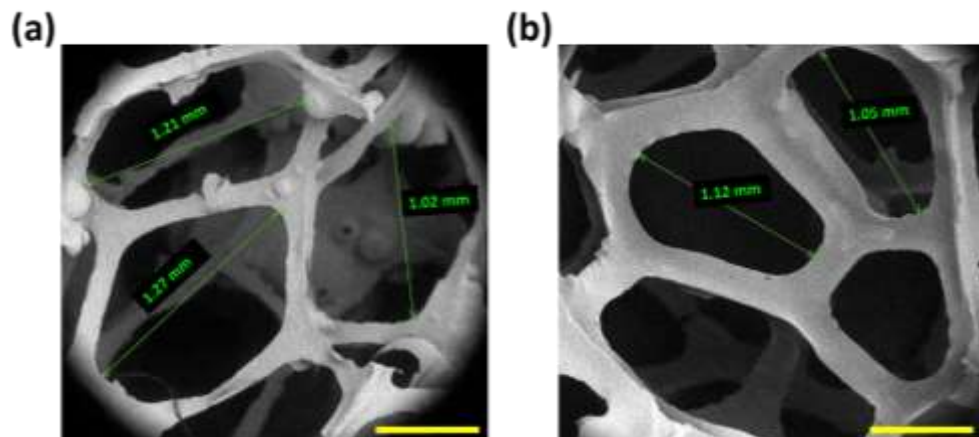
Los resultados del análisis XPS se muestran en la Tabla 1, la cual incluye composiciones elementales y energías de enlace. La muestra casera está

compuesta principalmente por carbón, al igual que la muestra comercial [15]; sin embargo, difieren en el contenido de oxígeno debido a que las muestras comerciales utilizan como precursor resinas fenólicas, estas son fabricadas a partir de fenol y formaldehído mediante un proceso de diferentes etapas dando como resultado final un polímero donde sus monómeros o unidades básicas están unidas mediante moléculas carentes de oxígeno [34] lo que resulta en un menor contenido residual de oxígeno en comparación con la resina de sacarosa.

El pico de C1s a 284.7 eV corresponde a enlaces C-C o a enlaces C-H. Por otra parte, el pico de O1s a 532.4 eV está asociado a enlaces C-O, [35], todos estos enlaces coinciden con el modelo propuesto por Kakinoki para el carbón vítreo [30].

2.3.4 SEM

Figura 12. Micrografías SEM de a) Espuma CVR casera b) Espuma CVR comercial. Barra de escala = 500 μm .



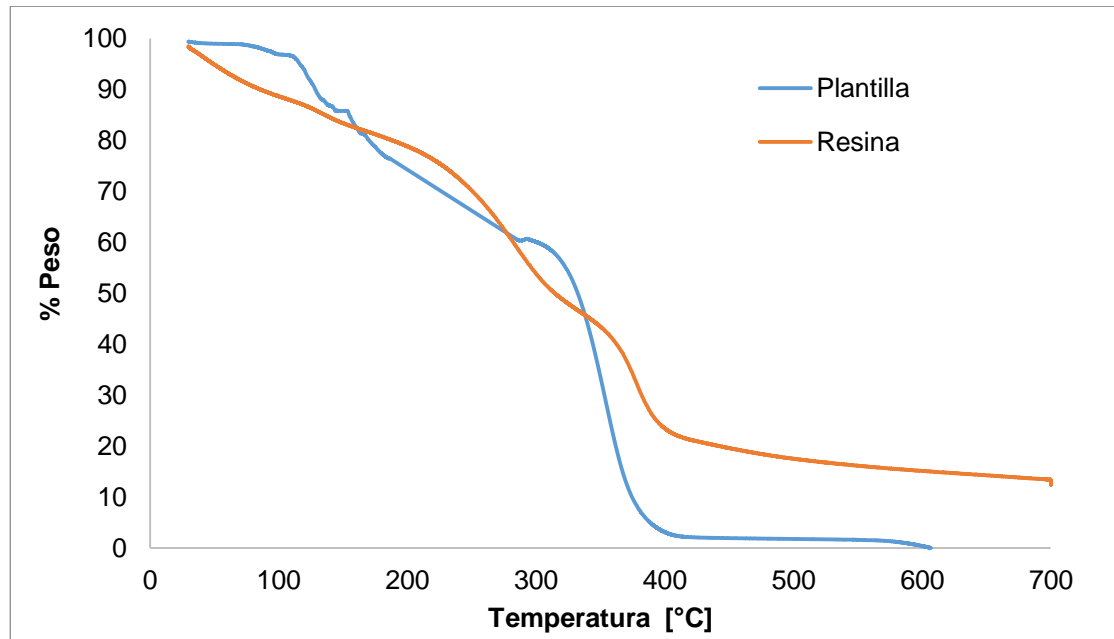
En la Figura 12 puede observarse que la morfología de las espumas sintetizadas es similar a la del hueso trabecular [36]. Las espumas CVR podrían proporcionar un material de soporte permanente para guiar la regeneración ósea en el sitio defectuoso, sin embargo, una de las principales limitaciones asociadas con el uso

de espumas CVR para la reparación ósea radica en sus bajas propiedades mecánicas. Una manera de evitar esta situación es a través del refuerzo de la espuma de carbono con una fase que le permita soportar cargas mecánicas in vivo, preservando al mismo tiempo los niveles de morfología y porosidad que favorecen la infiltración y proliferación de células osteogénicas. Fue posible alcanzar tamaños de celda de ~ 1 mm, lo cual, con base en la revisión bibliográfica realizada, no se ha reportado previamente en la literatura. Tal tamaño de celda permitirá finalmente un refuerzo mecánico significativo de las espumas CVR usando un recubrimiento con un biomaterial a la estructura, la cual se visualiza como el elemento poroso de un sistema material compuesto para aplicaciones de ingeniería de tejido óseo sin comprometer el tamaño de poro que favorece la infiltración y el crecimiento de células osteoblásticas (200 - 500 μm).

2.3.5 TGA. En cuanto al análisis termogravimétrico, este no se pudo realizar hasta 900 °C debido a problemas técnicos del equipo, y por lo tanto sólo se pudo llevar a cabo hasta 700 °C. De acuerdo con la literatura, la celulosa se descompone térmicamente alrededor de 315 - 400 °C [37]. Tal como se observa en la Figura 13, a los 350 °C la espuma de celulosa ya ha perdido el 70% de su masa, y cuando se alcanzan 700 °C existe menos del 1% de sólidos presentes, lo cual está en acuerdo con los resultados reportados en la literatura para la celulosa comercial [38].

La degradación térmica de la resina precursora sucede en dos pasos: una etapa de deshidratación hasta 200 °C seguida por una etapa de oxidación del carbón resultante. [17] Por otra parte, a los 700° C la resina precursora posee aproximadamente 20% de su peso total, un 30% menos en cuanto a rendimiento de carbono respecto a las resinas fenólicas (50%).

Figura 13. TGA de la plantilla de sacrificio y la resina precursora de carbón.



2.4 EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DEL CATALIZADOR Y LA TEMPERATURA DE CARBONIZACIÓN EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS ESPUMAS RESULTANTES

Los resultados del efecto de la variación de la concentración del catalizador (ácido nítrico) de la resina en las propiedades mecánicas de las espumas resultantes se muestran en la Figura 14. De acuerdo con el análisis estadístico realizado, no se encontraron diferencias significativas entre los diferentes tipos de espumas, en términos de resistencia a la compresión. Sin embargo, en la Figura 15 se puede observar que el cambio en la concentración del catalizador si afectó la viscosidad de la resina, para un mismo tiempo de preparación. Por la tanto, a mayor concentración de ácido, mayor es la velocidad con la cual ocurren los procesos de hidrólisis de la sacarosa y polimerización de la resina.

Figura 14. Efecto de la concentración de catalizador sobre la resistencia a la compresión de las espumas CVR sintetizadas.

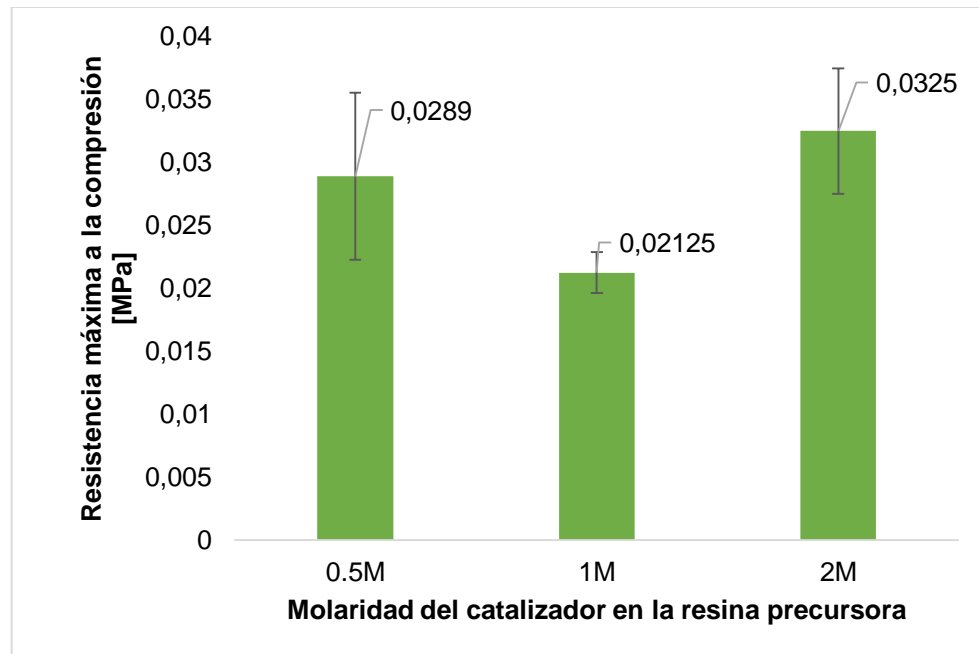


Figura 15. Variación de la viscosidad de la resina con la concentración de ácido nítrico.

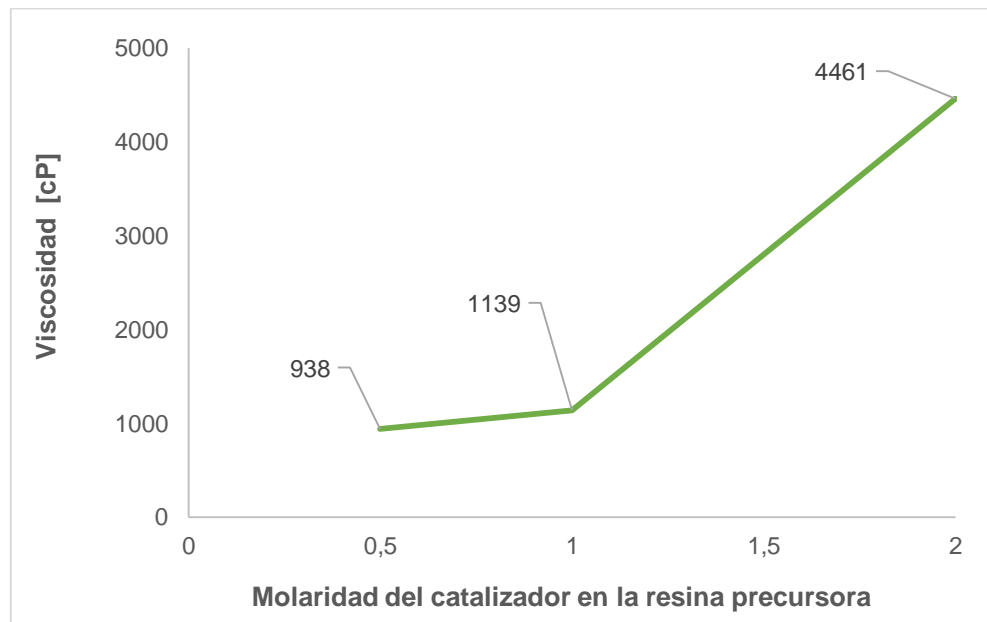
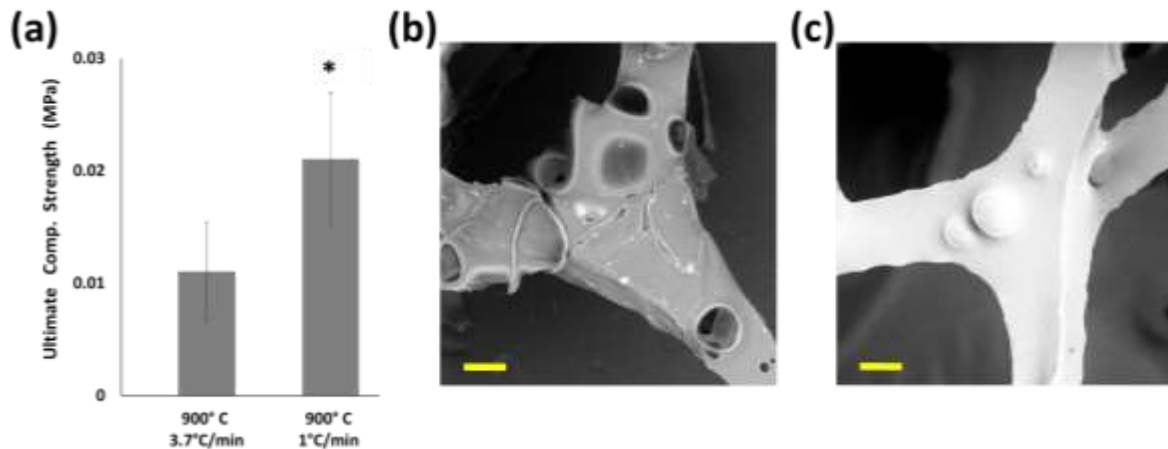


Figura 16. Efecto de la rampa de calentamiento durante la carbonización sobre la resistencia a la compresión de las espumas CVR (a) Imágenes SEM representativas de espumas sintetizadas usando una rampa de calentamiento de (b) 3,7 ° C/min y (c) 1 ° C/min. Barra de escala = 100 μm. *, Diferencia significativa ($p = 0,0205$).



En la Figura 16 (a) se muestran los resultados de la resistencia a la compresión de las espumas CVR sintetizadas utilizando dos rampas de calentamiento diferentes (3,7 y 1 °C/min). Como puede observarse, se consiguió un aumento del doble en la resistencia mecánica de las espumas reduciendo la velocidad de calentamiento durante la carbonización. Con el fin de analizar las posibles causas de las diferencias observadas, se tomaron imágenes SEM para ambos tipos de espumas. Las Figuras 16 (b-c) muestran que las espumas CVR producidas usando una rampa de calentamiento de 1 °C/min dieron como resultado una estructura más compacta y con menos defectos en comparación con la muestra de 3,7 °C/min.

Esto podría deberse a que una menor velocidad de calentamiento permitió una liberación más gradual de los gases producidos durante la carbonización (principalmente hidrógeno, monóxido de carbono y dióxido de carbono), lo que a su vez condujo a una menor generación de vacíos superficiales en las espumas

sintetizadas. Estos resultados proporcionan información sobre los mecanismos de conversión de la resina de sacarosa en carbón vítreo y, por lo tanto, ayudarán al desarrollo de métodos de fabricación para producir espumas CVR con una mejor estabilidad estructural usando métodos de bajo costo y más amigables con el medio ambiente.

3. CONCLUSIONES

Las espumas de carbón vítreo fabricadas en este proyecto, en términos de morfología, composición y propiedades estructurales, son comparables con las espumas disponibles comercialmente. Fueron obtenidas a partir de materiales reciclados, mediante un método de bajo costo y amigable con el medio ambiente usando como precursores de carbón: azúcar de mesa y ácido nítrico, este método puede ser una alternativa para reemplazar los métodos convencionales de obtención de carbón vítreo, en los cuales se usan resinas fenólicas que son contaminantes.

Se sintetizaron espumas de carbón vítreo reticulado a partir de materiales reciclados mediante un proceso de bajo costo y amigable con el medio ambiente, usando una resina de sacarosa y ácido nítrico como precursora de carbón.

Se obtuvo un material altamente poroso e interconectado, con morfología similar a la del hueso natural. El tamaño de celda obtenido (~1mm) permitirá un refuerzo mecánico adecuado con un recubrimiento de la espuma sin comprometer el tamaño de poro necesario para favorecer la regeneración ósea.

Se comprobó que una disminución en la rampa de calentamiento durante la carbonización tiene un efecto significativo en las propiedades mecánicas de la espuma resultante, se pudo duplicar el valor de la resistencia a la compresión, al disminuir la rampa de calentamiento de 3,7 a 1 °C/min. La cantidad de catalizador (ácido nítrico) en la resina afectó la viscosidad de la resina aumentando su viscosidad, pero no influyó en las propiedades mecánicas de la espuma resultante.

4. RECOMENDACIONES

Se recomienda un estudio más profundo sobre la influencia que tienen la temperatura, tiempo de sostenimiento y rampa de carbonización en las propiedades mecánicas del material, ya que se logró demostrar que estas variables tienen un efecto sobre la resistencia a la compresión de las espumas CVR.

Igualmente, se hace necesario estandarizar el método de impregnación y remoción del exceso de resina para así asegurar reproducibilidad durante el proceso de fabricación y minimizar los posibles efectos asociados al operario.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] GARCÍA-GARETA, Elena., COATHUP, Melanie. J., & BLUNN, Gordon. W. Osteoinduction of bone grafting materials for bone repair and regeneration. *Bone*. 2015, nro. 81. p. 112-121.
- [2] AGARWAL, Rachit, & GARCÍA, Andrés. J. Biomaterial strategies for engineering implants for enhanced osseointegration and bone repair. *Advanced drug delivery reviews*. 2015, nro. 94. p. 53-62.
- [3] PHILIPPART, Anahí, BOCCACCINI, Aldo. R., FLECK, Claudia, SCHUBERT, Dirk. W., & ROETHER, Judith. A. Toughening and functionalization of bioactive ceramic and glass bone scaffolds by biopolymer coatings and infiltration: a review of the last 5 years. *Expert review of medical devices*. 2015, nro. 12(1). p. 93-111.
- [4] BAUER, Thomas. W., & SCHILS, Jean. The pathology of total joint arthroplasty. *Skeletal radiology*. 1999, nro. 28(8). p. 423-432.
- [5] International Osteoporosis Foundation. *Regional Audit Colombia*. 2012. Disponible en: https://www.iofbonehealth.org/sites/default/files/media/PDFs/Regional%20Audits/2012-Latin_America_Audit-Colombia-ES_0_0.pdf.
- [6] GUO, Baolin., LEI, Bo., LI, Peng., & MA, Peter. X. Functionalized scaffolds to enhance tissue regeneration. *Regenerative biomaterials*. 2015, nro. 2(1). p. 47-57.
- [7] BOSE, Susmita., ROY, Mangal., & BANDYOPADHYAY, Amit. Recent advances in bone tissue engineering scaffolds. *Trends in biotechnology*. 2012, nro. 30(10). p. 546-554.

- [8] OKII, Norifumi., NISHIMURA, Shigeru., KURISU, Kaoru., TAKESHIMA, Yukio., & UOZUMI, Tohru. In Vivo Histological Changes Occurring in Hydroxyapatite Cranial Reconstruction. Case Report. *Neurologia medico-chirurgica*. 2001, nro. 41(2). p.100-104.
- [9] SEO, Junyoung., PARK, Hyounmyung., SHIN, Kunwoo., BAECK, Sung. H., RHYM, Youngmok., & SHIM, S. E. Lignin-derived macroporous carbon foams prepared by using poly (methyl methacrylate) particles as the template. *Carbon*. 2014, nro. 76. p. 357-367.
- [10] LV, Yaokang., GAN, Lihua., LIU, Mingxian., XIONG, Wei., XU, Zijie., ZHU, Dazhang., & WRIGHT, Dominic. S. A self-template synthesis of hierarchical porous carbon foams based on banana peel for supercapacitor electrodes. *Journal of Power Sources*. 2012, nro. 209. p. 152-157.
- [11] KUMAR, Rahul., MORE, Venumadhav., MOHANTY, Shyama. P., NEMALA, Siva. S., MALLICK, Sudhanshu., & BHARGAVA, Parag. A simple route to making counter electrode for dye sensitized solar cells (DSSCs) using sucrose as carbon precursor. *Journal of colloid and interface science*. 2015, nro. 459. p. 146-150.
- [12] NAM, Gimin., CHOI, Seongcheol., BYUN, Haebong., RHYM, Young. M., & SHIM, Sang. E. Preparation of macroporous carbon foams using a polyurethane foam template replica method without curing step. *Macromolecular Research*. 2013, nro. 21(9). p. 958-964.
- [13] YADAV, Abhay., KUMAR, Rajeev., BHATIA, Gopal., & VERMA, G. L. Development of mesophase pitch derived high thermal conductivity graphite foam using a template method. *Carbon*. 2011, nro. 49(11). p. 3622-3630.

- [14] INAGAKI, Michio., MORISHITA, Takahiro., KUNO, Akitoshi., KITO, Takayuki., HIRANO, Masanori., SUWA, Taisuke., & KUSAKAWA, Kouichi. Carbon foams prepared from polyimide using urethane foam template. *Carbon*. 2004, nro. 42(3). p. 497-502.
- [15] PEC, Martina. K., REYES, Ricardo., SÁNCHEZ, Esther., CARBALLAR, David., DELGADO, Araceli., SANTAMARÍA, Jesus., ARRUEBO, Manuel & EVORA, Carmen. Reticulated vitreous carbon: a useful material for cell adhesion and tissue invasion. *Eur. Cells Mater*. 2010, nro. 20. p. 282.
- [16] CZARNECKI, J. S., BLACKMORE, M., JOLIVET, S., LAFDI, K., & TSONIS, P. A. Bone growth on Reticulated Vitreous Carbon foam scaffolds and implementation of Cellular Automata modeling as a predictive tool. *Carbon*. 2014, nro. 79. p. 135-148.
- [17] PRABHAKARAN, K., SINGH, P. K., GOKHALE, N. M., & SHARMA, S. C. Processing of sucrose to low density carbon foams. *Journal of materials science*. 2007, nro. 42(11). p. 3894-3900.
- [18] JANA, P., FIERRO, V., & CELZARD, A. Ultralow cost reticulated carbon foams from household cleaning pad wastes. *Carbon*. 2013, nro. 62. p. 517-520
- [19] NARASIMMAN, R., & PRABHAKARAN, K. Preparation of carbon foams by thermo-foaming of activated carbon powder dispersions in an aqueous sucrose resin. *Carbon*. 2012, nro. 50(15). p. 5583-5593.
- [20] JANA, Prasanta., & GANESAN, V. Synthesis, characterization and radionuclide (¹³⁷ Cs) trapping properties of a carbon foam. *Carbon*. 2009, nro. 47(13). p. 3001-3009

- [21] GOLIC, Mirta., WALSH, Kerry., & LAWSON, Peter. Short-wavelength near-infrared spectra of sucrose, glucose, and fructose with respect to sugar concentration and temperature. *Applied spectroscopy*. 2003, nro. 57(2). p. 139-145.
- [22] ALVAREZ, Edelio. D., CAPPE, Eduardo. P., MOSQUEDA, Yodalgis., ARANDA, Pilar., & RUIZ-HITZKY, Eduardo. Síntesis de materiales carbonaceos nanoestructurados. *Revista CENIC. Ciencias Químicas*. 2010, nro. 41. p. 1-9.
- [23] MCMURRY, J. Química Orgánica. 2008. *Editorial: Cengage Learning editores, SA Séptima edición, 2008 p. (422-431) p. (770-771)*.
- [24] GUTSCHE, C. D. *Fundamentos de química orgánica*. Reverte. 1978, p. (392-393)
- [25] ABINA, Rafiu. A., MISRA, Prabhakar., OKABE, Hideo., CHU, P. M., & SAMS, Robert. L. FTIR Spectroscopy of HNO₃ and NO₂ Relevant to Stratospheric Wake Analysis. 1997
- [26] NTSENDWANA, B., MAMBA, B. B., SAMPATH, S., & AROTIBA, O. A. Electrochemical detection of bisphenol A using graphene-modified glassy carbon electrode. *Int J Electrochem Sci*. 2012, nro. 7(4). p. 3501-3512.
- [27] YUAN, Ye., DING, Yujie., WANG, Chunhui., XU, Fan., LIN, Zaishan., QIN, Yuyang. & LI, Ying. Multifunctional Stiff Carbon Foam Derived from Bread. *ACS applied materials & interfaces*. 2016, nro. 8(26). p. 16852-16861.
- [28] WU, Xi. L., WEN, Tao., GUO, Hong. L., YANG, Shubin., WANG, Xiangke., & XU, An. W. Biomass-derived sponge-like carbonaceous hydrogels and aerogels for supercapacitors. *ACS nano*. 2013, nro. 7(4). p. 3589-3597.

- [29] YANG, Y., & LIN, Z. G. In situ FTIR characterization of the electrooxidation of glassy carbon electrodes. *Journal of applied electrochemistry*. 1995, nro. 25(3). p. 259-266.
- [30] KAKINOKI, J. A model for the structure of glassy carbon'. *Acta Crystallographica*. 1965, nro. 18(3). p. 578-578.
- [31] JI, Hai., HUANG, Zhaohui., WU, Xiaowen., HUANG, Juntog., CHEN, Kai., & FANG, Minghao. Preparation, microstructure, and compressive strength of carbon foams derived from sucrose and kaolinite. *Journal of Materials Research*. 2014, nro. 29 (08). p. 1018-1025.
- [32] PRADHAN, Bhabendra. K., & SANDLE, N. K. Effect of different oxidizing agent treatments on the surface properties of activated carbons. *Carbon*. 1999, nro. 37(8). p. 1323-1332.
- [33] SMORYGO, Oleg, MARUKOVICH, Alexander. MIKUTSKI, Vitali., STATHOPOULOS, Vassilis., HRYHORYEU, Siarhei., & SADYKOV, Vladislav. Tailoring properties of reticulated vitreous carbon foams with tunable density. *Frontiers of Materials Science*. 2016, nro. 10(2). p. 157-167.
- [34] RUBIO, Maria. V. A., SOMOLINOS, Francisco. R., & PALÁ, Mercedes. O. Formulación y curado de resinas fenol-formaldehído tipo "resol" con sustitución parcial del fenol por lignosulfonatos modificados (Tesis de doctorado). 2002. Universidad Complutense de Madrid, Madrid, España.
- [35] GONÇALVES, E. S., DALMOLIN, C., BIAGGIO, S. R., NASCENTE, P. A. P., REZENDE, M. C., & FERREIRA, N. G. Influence of heat treatment temperature on the morphological and structural aspects of reticulated vitreous carbon used in

polyaniline electrosynthesis. *Applied surface science*. 2007, nro. 253(20). p. 8340-8344.

[36] RAMÍREZ, Edgar. I., ORTIZ, Armando., SHOUWENAARS, Rafael., & RUIZ, Osvaldo. Modelado de hueso trabecular mediante paquetería de elemento finito basándose en estructuras de Voronoi. *Ingeniería Mecánica. Tecnología y Desarrollo*. 2007, nro. 2(5). p. 151-156.

[37] YANG, Haiping, YAN, Rong CHEN, Hanping., LEE, Dong. H., & ZHENG, Chuguang. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel*. 2007, nro. 86(12). p. 1781-1788.

[38] MORÁN, J. Extracción de celulosa y obtención de nanocelulosa a partir de fibra de sisal-caracterización. *Asociación Argentina de Materiales*. 2° encuentro de jóvenes investigadores en ciencia y tecnología de materiales. 2008 Encuentro llevado a cabo en Posadas, Argentina.

BIBLIOGRAFIA

ABINA, Rafiu. A., MISRA, Prabhakar., OKABE, Hideo., CHU, P. M., & SAMS, Robert. L. FTIR Spectroscopy of HNO₃ and NO₂ Relevant to Stratospheric Wake Analysis. 1997

AGARWAL, Rachit, & GARCÍA, Andrés. J. Biomaterial strategies for engineering implants for enhanced osseointegration and bone repair. *Advanced drug delivery reviews*. 2015, nro. 94. p. 53-62.

ALVAREZ, Edelio. D., CAPPE, Eduardo. P., MOSQUEDA, Yodalgis., ARANDA, Pilar., & RUIZ-HITZKY, Eduardo. Síntesis de materiales carbonaceos nanoestructurados. *Revista CENIC. Ciencias Químicas*. 2010, nro. 41. p. 1-9.

BAUER, Thomas. W., & SCHILS, Jean. The pathology of total joint arthroplasty. *Skeletal radiology*. 1999, nro. 28(8). p. 423-432.

BOSE, Susmita., ROY, Mangal., & BANDYOPADHYAY, Amit. Recent advances in bone tissue engineering scaffolds. *Trends in biotechnology*. 2012, nro. 30(10). p. 546-554.

CZARNECKI, J. S., BLACKMORE, M., JOLIVET, S., LAFDI, K., & TSONIS, P. A. Bone growth on Reticulated Vitreous Carbon foam scaffolds and implementation of Cellular Automata modeling as a predictive tool. *Carbon*. 2014, nro. 79. p. 135-148.

GARCÍA-GARETA, Elena., COATHUP, Melanie. J., & BLUNN, Gordon. W. Osteoinduction of bone grafting materials for bone repair and regeneration. *Bone*. 2015, nro. 81. p. 112-121.

GOLIC, Mirta., WALSH, Kerry., & LAWSON, Peter. Short-wavelength near-infrared spectra of sucrose, glucose, and fructose with respect to sugar concentration and temperature. *Applied spectroscopy*. 2003, nro. 57(2). p. 139-145.

GONÇALVES, E. S., DALMOLIN, C., BIAGGIO, S. R., NASCENTE, P. A. P., REZENDE, M. C., & FERREIRA, N. G. Influence of heat treatment temperature on the morphological and structural aspects of reticulated vitreous carbon used in polyaniline electrosynthesis. *Applied surface science*. 2007, nro. 253(20). p. 8340-8344.

GUO, Baolin., LEI, Bo., LI, Peng., & MA, Peter. X. Functionalized scaffolds to enhance tissue regeneration. *Regenerative biomaterials*. 2015, nro. 2(1). p. 47-57.

GUTSCHE, C. D. *Fundamentos de química orgánica*. Reverte. 1978, p. (392-393)

INAGAKI, Michio., MORISHITA, Takahiro., KUNO, Akitoshi., KITO, Takayuki., HIRANO, Masanori., SUWA, Taisuke., & KUSAKAWA, Kouichi. Carbon foams prepared from polyimide using urethane foam template. *Carbon*. 2004, nro. 42(3). p. 497-502.

International Osteoporosis Foundation. *Regional Audit Colombia*. 2012. Disponible en:

https://www.iofbonehealth.org/sites/default/files/media/PDFs/Regional%20Audits/2012-Latin_America_Audit-Colombia-ES_0_0.pdf.

JANA, P., FIERRO, V., & CELZARD, A. Ultralow cost reticulated carbon foams from household cleaning pad wastes. *Carbon*. 2013, nro. 62. p. 517-520

JANA, Prasanta., & GANESAN, V. Synthesis, characterization and radionuclide (137 Cs) trapping properties of a carbon foam. *Carbon*. 2009, nro. 47(13). p. 3001-3009

JI, Hai., HUANG, Zhaohui., WU, Xiaowen., HUANG, Juntog., CHEN, Kai., & FANG, Minghao. Preparation, microstructure, and compressive strength of carbon foams derived from sucrose and kaolinite. *Journal of Materials Research*. 2014, nro. 29 (08). p. 1018-1025.

KAKINOKI, J. A model for the structure of glassy carbon'. *Acta Crystallographica*. 1965, nro. 18(3). p. 578-578.

KUMAR, Rahul., MORE, Venumadhav., MOHANTY, Shyama. P., NEMALA, Siva. S., MALLICK, Sudhanshu., & BHARGAVA, Parag. A simple route to making counter electrode for dye sensitized solar cells (DSSCs) using sucrose as carbon precursor. *Journal of colloid and interface science*. 2015, nro. 459. p. 146-150.

LV, Yaokang., GAN, Lihua., LIU, Mingxian., XIONG, Wei., XU, Zijie., ZHU, Dazhang., & WRIGHT, Dominic. S. A self-template synthesis of hierarchical porous carbon foams based on banana peel for supercapacitor electrodes. *Journal of Power Sources*. 2012, nro. 209. p. 152-157.

MCMURRY, J. Química Orgánica. 2008. *Editorial: Cengage Learning editores, SA Séptima edición, 2008 p. (422-431) p. (770-771)*.

MORÁN, J. Extracción de celulosa y obtención de nanocelulosa a partir de fibra de sisal-caracterización. *Asociación Argentina de Materiales*. 2° encuentro de jóvenes investigadores en ciencia y tecnología de materiales. 2008 Encuentro llevado a cabo en Posadas, Argentina.

NAM, Gimin., CHOI, Seongcheol., BYUN, Haebong., RHYM, Young. M., & SHIM, Sang. E. Preparation of macroporous carbon foams using a polyurethane foam template replica method without curing step. *Macromolecular Research*. 2013, nro. 21(9). p. 958-964.

NARASIMMAN, R., & PRABHAKARAN, K. Preparation of carbon foams by thermo-foaming of activated carbon powder dispersions in an aqueous sucrose resin. *Carbon*. 2012, nro. 50(15). p. 5583-5593.

NTSENDWANA, B., MAMBA, B. B., SAMPATH, S., & AROTIBA, O. A. Electrochemical detection of bisphenol A using graphene-modified glassy carbon electrode. *Int J Electrochem Sci*. 2012, nro. 7(4). p. 3501-3512.

OKII, Norifumi., NISHIMURA, Shigeru., KURISU, Kaoru., TAKESHIMA, Yukio., & UOZUMI, Tohru. In Vivo Histological Changes Occurring in Hydroxyapatite Cranial Reconstruction. Case Report. *Neurologia medico-chirurgica*. 2001, nro. 41(2). p.100-104.

PEC, Martina. K., REYES, Ricardo., SÁNCHEZ, Esther., CARBALLAR, David., DELGADO, Araceli., SANTAMARÍA, Jesus., ARRUEBO, Manuel & EVORA, Carmen. Reticulated vitreous carbon: a useful material for cell adhesion and tissue invasion. *Eur. Cells Mater*. 2010, nro. 20. p. 282.

PHILIPPART, Anahí, BOCCACCINI, Aldo. R., FLECK, Claudia, SCHUBERT, Dirk. W., & ROETHER, Judith. A. Toughening and functionalization of bioactive ceramic and glass bone scaffolds by biopolymer coatings and infiltration: a review of the last 5 years. *Expert review of medical devices*. 2015, nro. 12(1). p. 93-111.

PRABHAKARAN, K., SINGH, P. K., GOKHALE, N. M., & SHARMA, S. C. Processing of sucrose to low density carbon foams. *Journal of materials science*. 2007, nro. 42(11). p. 3894-3900.

PRADHAN, Bhabendra. K., & SANDLE, N. K. Effect of different oxidizing agent treatments on the surface properties of activated carbons. *Carbon*. 1999, nro. 37(8). p. 1323-1332.

RAMÍREZ, Edgar. I., ORTIZ, Armando., SHOUWENAARS, Rafael., & RUIZ, Osvaldo. Modelado de hueso trabecular mediante paquetería de elemento finito basándose en estructuras de Voronoi. *Ingeniería Mecánica. Tecnología y Desarrollo*. 2007, nro. 2(5). p. 151-156.

RUBIO, Maria. V. A., SOMOLINOS, Francisco. R., & PALÁ, Mercedes. O. Formulación y curado de resinas fenol-formaldehído tipo "resol" con sustitución parcial del fenol por lignosulfonatos modificados (Tesis de doctorado). 2002. Universidad Complutense de Madrid, Madrid, España.

SEO, Junyoung., PARK, Hyounmyung., SHIN, Kunwoo., BAECK, Sung. H., RHYM, Youngmok., & SHIM, S. E. Lignin-derived macroporous carbon foams prepared by using poly (methyl methacrylate) particles as the template. *Carbon*. 2014, nro. 76. p. 357-367.

SMORYGO, Oleg, MARUKOVICH, Alexander. MIKUTSKI, Vitali., STATHOPOULOS, Vassilis., HRYHORYEU, Siarhei., & SADYKOV, Vladislav. Tailoring properties of reticulated vitreous carbon foams with tunable density. *Frontiers of Materials Science*. 2016, nro. 10(2). p. 157-167.

WU, Xi. L., WEN, Tao., GUO, Hong. L., YANG, Shubin., WANG, Xiangke., & XU, An. W. Biomass-derived sponge-like carbonaceous hydrogels and aerogels for supercapacitors. *ACS nano*. 2013, nro. 7(4). p. 3589-3597.

YADAV, Abhay., KUMAR, Rajeev., BHATIA, Gopal., & VERMA, G. L. Development of mesophase pitch derived high thermal conductivity graphite foam using a template method. *Carbon*. 2011, nro. 49(11). p. 3622-3630.

YANG, Haiping, YAN, Rong CHEN, Hanping., LEE, Dong. H., & ZHENG, Chuguang. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel*. 2007, nro. 86(12). p. 1781-1788.

YANG, Y., & LIN, Z. G. In situ FTIR characterization of the electrooxidation of glassy carbon electrodes. *Journal of applied electrochemistry*. 1995, nro. 25(3). p. 259-266.

YUAN, Ye., DING, Yujie., WANG, Chunhui., XU, Fan., LIN, Zaishan., QIN, Yuyang. & LI, Ying. Multifunctional Stiff Carbon Foam Derived from Bread. *ACS applied materials & interfaces*. 2016, nro. 8(26). p. 16852-16861.