

EFFECTO DE LAS VARIABLES MORFOLÓGICAS DE ESPUMAS DE CARBÓN
VÍTREO RETICULADO OBTENIDAS A PARTIR DE SACAROSA SOBRE SUS
PROPIEDADES FÍSICO-MECÁNICAS

CAROLINA MARTÍNEZ SAAH

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES
BUCARAMANGA

2019

EFFECTO DE LAS VARIABLES MORFOLÓGICAS DE ESPUMAS DE CARBÓN
VÍTREO RETICULADO OBTENIDAS A PARTIR DE SACAROSA SOBRE SUS
PROPIEDADES FÍSICO-MECÁNICAS

CAROLINA MARTÍNEZ SAAH

TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR EL TÍTULO DE INGENIERA
METALÚRGICA

DIRECTORA
ELCY MARÍA CÓRDOBA TUTA
PHD. CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES

BUCARAMANGA

2019

DEDICATORIA

A Dios, mi Señor y protector durante todo mi paso por la Universidad.

A mis padres, por su amor y apoyo incondicional.

Esto es por ustedes.

AGRADECIMIENTOS

A todas aquellas personas que de una u otra manera contribuyeron al desarrollo de este proyecto. Desde los técnicos de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica, mi directora de proyecto Elcy Córdoba por su continuo apoyo y mis compañeros de laboratorio. Gracias.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	13
1. OBJETIVOS.....	14
1.1 OBJETIVO GENERAL	14
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	14
2. MARCO CONCEPTUAL	15
2.1 EL HUESO.....	15
2.2 ANDAMIOS EN INGENIERÍA DE TEJIDOS	16
2.3 CARBÓN VÍTREO RETICULADO (CVR)	16
3. METODOLOGÍA	19
3.1 PREPARACIÓN DE LA RESINA DE SACAROSA	19
3.2 OBTENCIÓN DE LAS ESPUMAS CVR.....	19
3.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS CVR	20
4. RESULTADOS.....	21
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LA RESINA DE SACAROSA	21
4.2 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE LAS PLANTILLAS POLIMÉRICAS DE SACRIFICIO	24
4.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS DE CARBÓN VÍTREO RETICULADO OBTENIDAS	25
4.3.1 Análisis composicional de las espumas CVR:	25
4.3.2 Caracterización física de las espumas CVR:	28
4.3.3 Evaluación de la resistencia mecánica de las espumas CVR:.....	33
5. CONCLUSIONES	37
6. RECOMENDACIONES.....	38
REFERENCIAS	39
BIBLIOGRAFÍA.....	42
ANEXO A.....	43
ANEXO B.....	44

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Parámetros morfológicos de las espumas de sacrificio.....	25
Tabla 2. Datos C-H-N para las muestras obtenidas de D15.....	26
Tabla 3. Parámetros morfológicos de las espumas CVR desarrolladas.....	30
Tabla 4. Porosidades de las espumas CVR obtenidas.....	33

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estructura multi-escala del hueso natural.....	15
Figura 2. Esquema del proceso de obtención de la espuma de carbón vítreo reticulado CVR.....	18
Figura 3. Espectro infrarrojo de la resina precursora preparada.....	21
Figura 4. Espectro infrarrojo para la espuma curada.....	22
Figura 5. Curva TG-DSC para la espuma curada.....	23
Figura 6. Micrografías tomadas a las espumas usadas como plantillas de sacrificio a 35X: a) Densidad 15, b) Densidad 30, c) Densidad 60.....	24
Figura 7. FT-IR espumas carbonizadas a las diferentes temperaturas: 600°C, 900°C, 1200°C, 1500°C.....	27
Figura 8. Difractogramas de las espumas CVR carbonizadas a diferentes temperaturas.....	28
Figura 9. Micrografías ópticas, tomadas a 105X, de las espumas CVR obtenidas bajo las diferentes plantillas y temperaturas de carbonización: a) D15 - 600°C, b) D30 - 600°C, c) D60 - 600°C, d) D15 - 900°C, e) D30 - 900°C, f) D60 - 900°C, g) D15 - 1200°C, h) D30 - 1200°C, i) D60 - 1200°C, j) D15 - 1500°C, k) D30 - 1500°C, l) D60 - 1500°C.....	29
Figura 10. Espuma carbonizada a 1500°C a) Densidad 15 a 600X b) Densidad 15 a 2000X.....	32
Figura 11. Resultados de resistencia a la compresión para las espumas CVR obtenidas.....	34

LISTA DE ANEXOS

Anexo A. Porcentajes de reducción de diámetro de poro y volumen para cada plantilla y temperatura de carbonización.....	43
Anexo B. Módulos de Weibull hallados para cada espuma de carbón vítreo obtenida.....	44

RESUMEN

TÍTULO: EFECTO DE LAS VARIABLES MORFOLÓGICAS DE ESPUMAS DE CARBÓN VÍTREO RETICULADO OBTENIDAS A PARTIR DE SACAROSA SOBRE SUS PROPIEDADES FÍSICO-MECÁNICAS*

AUTOR: MARTÍNEZ SAAH, CAROLINA**

PALABRAS CLAVE: CARBÓN VÍTREO RETICULADO, BIOMATERIALES, PROPIEDADES MECÁNICAS, CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA.

DESCRIPCIÓN: En el siguiente trabajo se fabricaron espumas de carbón vítreo reticulado a partir de espumas de diferentes características morfológicas tales como diámetro de poro y espesor de ligamento, con el fin de estudiar la influencia de las mismas en sus propiedades físico-mecánicas. El desarrollo de las espumas se basó en la preparación de una resina de sacarosa con una concentración de 0,4 g/ml y una concentración de ácido nítrico de $2 \cdot 10^{-3}$ N y la posterior impregnación de las diferentes espumas en dicha resina luego de 48 horas de cocción de la misma a 70°C; para después someter las espumas a un proceso de curado y carbonización a diferentes temperaturas para estudiar los cambios de la espuma cuando la temperatura de calcinación varía. Los resultados mostraron la reducción de parámetros como el diámetro de poro, espesor de ligamento y porosidad para las diferentes espumas, así como el aumento en la resistencia mecánica una vez se reducen los valores de las variables morfológicas. También se observaron cambios significativos en la resistencia mecánica a la temperatura de 1500°C con respecto a las demás temperaturas, debido al aumento del tamaño de los poros y disminución del espesor de los ligamentos, así como por el inicio de su grafitización a dicha temperatura.

*Trabajo de grado modalidad proyecto de investigación.

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Directora: Elcy María Córdoba PhD.

ABSTRACT

TITLE: EFFECT OF THE MORPHOLOGICAL VARIABLES OF RETICULATED VITREOUS CARBON FOAMS OBTAINED FROM SUCROSE ON ITS PHYSICAL-MECHANICAL PROPERTIES*

AUTHOR: MARTÍNEZ SAAH, CAROLINA**

KEY WORDS: RETICULATED VITREOUS CARBON, BIOMATERIALS, MECHANICAL PROPERTIES, MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION.

DESCRIPTION: In the following work, reticulated vitreous carbon foams were fabricated from foams of different morphological characteristics such as pore diameter and thickness of the ligaments, in order to study their influence on their physical and mechanical properties. The development of the foams was based on the preparation of a sucrose resin with a concentration of 0.4 g/ml, a concentration of nitric acid of $2 \cdot 10^{-3}$ N and the subsequent impregnation of the different foams in said resin after 48 hours of heating at 70 °C; when this was finished, the foams were subjected to a curing and carbonization process at different temperatures to study the changes of the foams when the calcination temperature varies. The results showed the reduction of parameters such as pore diameter, thickness of the ligaments and porosity for the different foams, as well as the increase in mechanical strength once the morphological variables values are reduced. Significant changes were also observed in the mechanical resistance of the temperature of 1500 °C with respect to the other temperatures due to the increase in the size of the pores and decrease in the thickness of the ligaments, as well as by the start of their graphitization at said temperature.

*Trabajo de grado modalidad proyecto de investigación.

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Directora: Elcy María Córdoba PhD.

INTRODUCCIÓN

La ingeniería de tejidos ha tenido un avance importante en los últimos años, debido al desarrollo de nuevos materiales que tienen gran potencial a la hora de ejercer funciones de tejidos en el cuerpo humano [1].

Actualmente, cerca del 80% de los implantes óseos son metálicos [2]. Sin embargo, dado el hecho que las propiedades mecánicas de estos materiales son mucho mayores que las del hueso humano, lo hace poco funcional como implante. Es por ello que el desarrollo de nuevos biomateriales se ha enfocado en fabricarlos de tal manera que además de tener propiedades adaptables al sistema óseo, sean biocompatibles y tengan baja probabilidad de rechazo [3].

La creación de los andamios (scaffold en inglés) en la ingeniería de tejido óseo ha resultado ser un avance hacia ese objetivo, entendiéndose como andamio la estructura porosa que puede adaptarse al tejido el cual se desea reemplazar. A diferencia de los biomateriales metálicos, los andamios óseos permiten el crecimiento celular en un ambiente bioactivo, ya que la estructura porosa provee soporte para la adherencia y la proliferación de las células, además del flujo de oxígeno y nutrientes [4]. Un material cerámico estudiado como scaffold en los últimos años es el CVR (carbón vítreo reticulado) dado que el mismo presenta propiedades físicas y mecánicas parecidas a las del hueso, por lo que puede ser usado potencialmente como implante óseo.

El presente trabajo de grado tuvo como fin principal la fabricación de espumas de carbón vítreo reticulado (CVR) con diferentes características morfológicas y la respectiva evaluación del efecto de estas variables sobre sus propiedades físico-mecánicas, buscando determinar las condiciones apropiadas para elaborar andamios con las características y propiedades más similares a las del hueso.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

- Evaluar la influencia de las variables morfológicas de espumas de carbón vítreo reticulado obtenidas a partir de sacarosa en sus propiedades físico-mecánicas.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

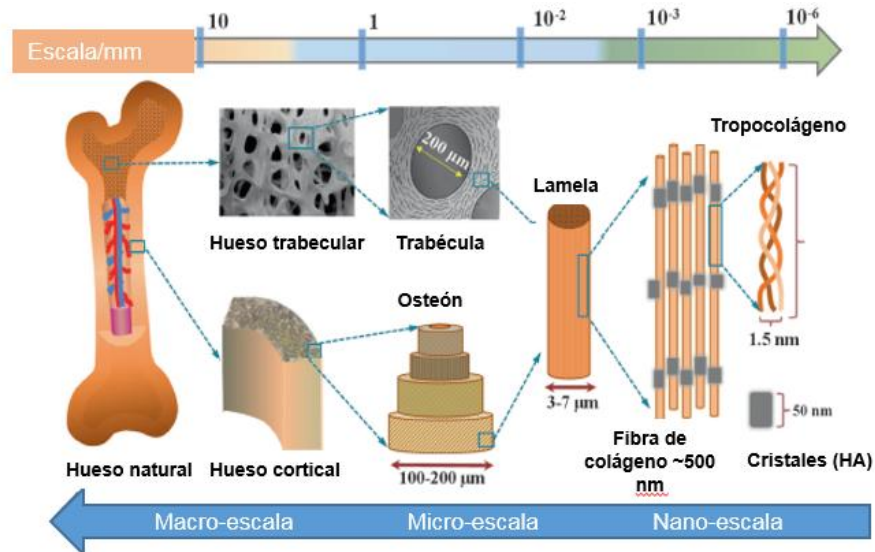
- Obtener espumas de carbón vítreo reticulado a partir de sacarosa y de esponjas poliméricas de sacrificio con diferentes características morfológicas.
- Estudiar las propiedades físicas y mecánicas de las espumas de carbón vítreo reticulado obtenidas.

2. MARCO CONCEPTUAL

2.1 EL HUESO

Es un tejido vivo conformado por estructura ósea cortical y trabecular. El hueso cortical o compacto, está caracterizado por ser denso y poco poroso, mientras que el hueso trabecular o esponjoso es poco denso y altamente poroso, lo que lo hace apto para el transporte de minerales y nutrientes [5]. A diferencia del hueso cortical, cuyas propiedades biomecánicas no presentan mucha variación en su estructura, el hueso trabecular presenta un mayor rango de variación en sus propiedades debido a la baja homogeneidad de su estructura [6]. Con respecto a su composición, el hueso natural está compuesto por sustancias orgánicas e inorgánicas, las orgánicas tales como las fibras de colágeno y las inorgánicas como calcio y fósforo en forma de hidroxapatita como se muestra en la figura 1. El hueso trabecular presenta una resistencia mecánica en el rango de 0,1-30 MPa [7], donde la morfología de éste es el que dictamina el comportamiento en sus propiedades mecánicas. Este tipo de hueso presenta una porosidad en el rango de 50-90% y un diámetro de poro entre 100-1000 μm [8].

Figura 1. Estructura multi-escala del hueso natural [12].



2.2 ANDAMIOS EN INGENIERÍA DE TEJIDOS

Un andamio o “scaffold” en inglés se define como una matriz porosa altamente interconectada que cuenta con las propiedades óptimas para hacer las funciones del tejido que se desee remplazar [5]. Los andamios óseos son particularmente estudiados en el área médica debido a la cantidad de fracturas en los huesos que ocurren a diario, es así que en Estados Unidos ocurren cerca de 3.9 millones de fracturas al año en la población adulta mayor, según estudio realizado por la Facultad de Medicina en Rochester, Minnesota [9]. Un andamio ideal para tejido óseo se caracteriza por funcionar como plantilla para la regeneración del hueso, por la no generación de compuestos tóxicos en su degradación, por fomentar la osteogénesis mediante la adhesión celular, por contar con la forma y distribución de los defectos propios del hueso, así como con la capacidad de funcionar con propiedades mecánicas parecidas a las del hueso natural [10]. Sin embargo, existe un extenso rango de valores de resistencias mecánicas reportadas para el hueso, dependiendo de la ubicación del tejido en el cuerpo, así como de las condiciones del mismo, los cuales, más que obstáculos para limitar el desarrollo de andamios óseos, ofrecen una base para la correcta fabricación de estos y su adecuación al sistema óseo en cuanto a propiedades mecánicas se refiere [4]. En general los andamios se fabrican a partir de cerámicos inorgánicos y vidrios, tal es el caso del carbón vítreo reticulado, un cerámico inorgánico cuyo estudio ha sido limitado en el área médica y el cual cuenta con potencial uso como andamio óseo debido a sus características físico-mecánicas. [11]

2.3 CARBÓN VÍTREO RETICULADO (CVR)

Es un material cerámico carbonoso, cuenta con una estructura conformada por capas hexagonales tipo-grafito, envueltas en “paquetes” que no tienen una orientación cristalográfica definida [13]. Implementado por vez primera con una técnica espectroelectroquímica, como un material de construcción para un electrodo ópticamente transparente [13]. Posee una estructura porosa altamente

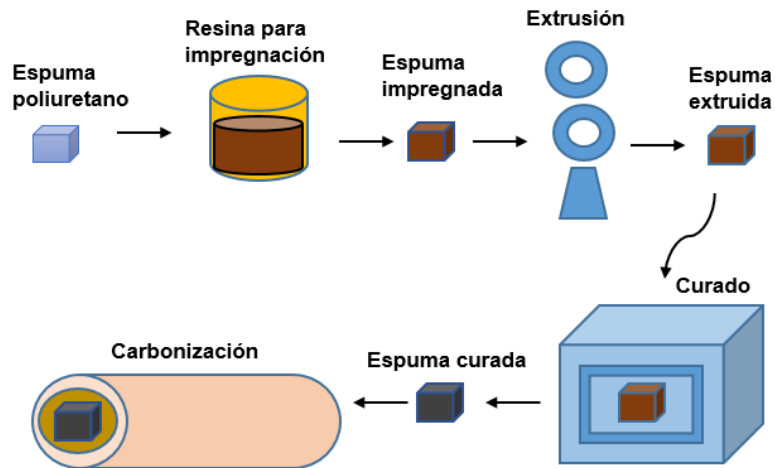
interconectada con un alto volumen de vacío, área superficial alta, rigidez, alta estabilidad química y altas resistencias a temperaturas en ambientes no oxidantes, implementándose de esta manera en áreas como la filtración de combustible o catalizador químico etc [14]. Además, está caracterizado por ser de baja densidad, baja expansión térmica, elevada resistencia a la corrosión y resistencias a la temperatura y conductividad altas, lo que lo hace un material versátil en el área de electroquímica. Otras aplicaciones en las que es usado son los filtros, baterías de almacenamiento, control acústico, etc [12]

El salto hacia la aplicación como posible andamio óseo se dio gracias a estudios realizados por Kent y Mutharasan *et al* en 1992, los cuales reportaron propiedades favorables en el material una vez usado como sustrato para crecimiento celular *in vitro*, lo que le dio la aplicación al carbón vítreo como posible andamio o scaffold, para el implante de tejidos [15].

Existen varios procedimientos mediante los cuales se puede fabricar carbón vítreo, entre ellos la adición de agentes espumantes, mediante el uso de plantillas de sacrificio, la compresión de grafito exfoliado, y el ensamblaje de nanocapas de grafeno [16], siendo el de réplica sobre esponja polimérica el más frecuentemente usado en los últimos tiempos debido al alto grado de similitud que tiene la morfología de las espumas CVR resultantes con la estructura interna del hueso. Las resinas precursoras de carbón suelen ser fenólicas, epóxicas, o de furfural alcohol [17] debido al alto contenido de carbón que poseen [6]. Sin embargo, se ha venido investigado el uso de precursores ecoamigables, esto es, biomoléculas como la sacarosa, que cuentan con un alto porcentaje de carbón (42,1 wt. %), por lo cual han sido fuente de investigaciones en los últimos años [6].

El procedimiento para la preparación del carbón vítreo a través del método de réplica sobre esponja polimérica se basa en la impregnación de una esponja de sacrificio en la resina en este caso de sacarosa, seguida de un proceso de extrusión para después pasar por un proceso de curado y finalmente la carbonización en atmósfera inerte, tal como se esquematiza en la figura 2.

Figura 2. Esquema del proceso de obtención de la espuma de carbón vítreo reticulado CVR.



Teniendo en cuenta lo anterior, y aunado al hecho de que las propiedades del carbón vítreo reticulado se determinan por varios factores tales como la composición de la resina, el tipo de solvente, los agentes de curado, el tamaño de poro de la espuma precursora y la temperatura del tratamiento [14], el presente trabajo de grado se enfocó en el estudio de las variables morfológicas de la espuma, de tal manera que se estudió un rango de espumas con distintas características morfológicas como tamaño de poro y espesor de ligamento, con el objetivo de que éstas entraran dentro del rango de diámetros de poro del hueso humano y además contaran con las propiedades mecánicas adecuadas para uso como posible andamio óseo, luego del respectivo proceso de preparación mediante el método de réplica de espuma polimérica.

3. METODOLOGÍA

A continuación, se detallan las principales actividades experimentales llevadas a cabo para cumplir con los objetivos del presente trabajo.

3.1 PREPARACIÓN DE LA RESINA DE SACAROSA

El procedimiento inició con la preparación de una solución con concentración de 0,4 g/mL de sacarosa y 2×10^{-3} N de HNO_3 , tal solución fue posteriormente calentada a 70°C por 48 h y finalmente diluida con 1,5 mL de agua destilada por cada 15 mL de resina, para obtener así una consistencia adecuada para la impregnación de las espumas de sacrificio. Tal resina se caracterizó mediante espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR).

3.2 OBTENCIÓN DE LAS ESPUMAS CVR

Las espumas CVR se fabricaron por el método de réplica sobre esponja polimérica, para lo cual se emplearon esponjas de poliuretano (PU), con diferentes densidades, cortadas en cubos de aproximadamente 1,5 cm de lado. Dada la influencia que tiene el tamaño de los poros y el espesor de los ligamentos de las espumas cerámicas en sus propiedades mecánicas, se trabajó con esponjas poliméricas de sacrificio con diferentes niveles de porosidad, teniendo en cuenta los factores antes mencionados. Luego de la impregnación de las esponjas con la resina de sacarosa, el exceso de resina se retiró por medio de extrusión de las esponjas impregnadas en una cilindadora. Después de esto, las esponjas pasaron a una etapa de curado a 250°C con una rampa de calentamiento de $1^\circ\text{C}/\text{min}$ y 1 h de sostenimiento a la máxima temperatura. El tratamiento térmico de las espumas finalizó con la etapa de carbonización en atmósfera inerte de N_2 , el calentamiento en esta etapa se llevó a cabo a una velocidad de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ y con un tiempo de sostenimiento a la máxima temperatura de 1 h. Una de las variables

de estudio en esta etapa de la investigación fue la temperatura de carbonización, en el rango de 600°C a 1500°C.

3.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS CVR

Las espumas obtenidas fueron analizadas a través de diversas técnicas de caracterización. En primer lugar, se realizaron análisis térmicos (TG y DSC) a las espumas antes de carbonización, con el fin de estudiar el avance de las reacciones y los posibles cambios de fase durante el calentamiento. Se empleó microscopía óptica confocal y electrónica de barrido para evaluar las características morfológicas, tales como diámetro de poro, espesor de los ligamentos y presencia de defectos. Con base en la norma ASTM C20-00 se determinaron las porosidades lineales de las espumas. La composición de las espumas CVR obtenidas a diferentes temperaturas de carbonización se analizó a través de técnicas tales como la espectroscopía de infrarrojos, el contenido de carbono, hidrógeno y nitrógeno en las espumas se determinó en un analizador elemental CHN. Por su parte, la resistencia a la compresión de las espumas se determinó con ayuda de una máquina universal de ensayos, usando una velocidad de compresión de 0,5 mm/min, con base en la norma ASTM C1424-15. Para cada prueba se hicieron 5 repeticiones y se realizaron análisis estadísticos mediante el método de distribución de Weibull y el test de Kruskal-Wallis.

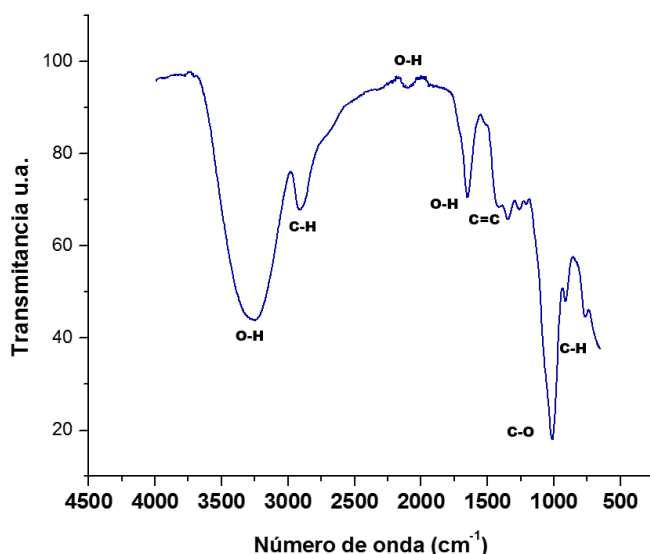
A partir de estos resultados se seleccionaron las espumas con las características fisicomecánicas más apropiadas para su posible uso como andamio para la regeneración ósea.

4. RESULTADOS

4.1 CARACTERIZACIÓN DE LA RESINA DE SACAROSA

En la figura 3 se presenta el espectro de infrarrojos de la resina de sacarosa precursora de espumas CVR. Se observa una banda localizada desde 3750 a 3200 cm^{-1} correspondiente a las vibraciones de estiramiento de hidroxilo de las moléculas de agua absorbidas [18], otra banda entre 2000 y 2200 cm^{-1} , esto es aproximadamente 2088 cm^{-1} , y un pico alrededor de 1640 cm^{-1} , ambos correspondientes con la presencia de grupos OH [19], indicando los procesos de deshidratación por los que pasa la resina [20]. Alrededor de 2922 cm^{-1} se halla un pico, correspondiente a las vibraciones de estiramiento C–H de la estructura alifática de los compuestos orgánicos [20]. Las bandas entre 900 y 1153 cm^{-1} se asignan a los enlaces C-O y C-C indicando los enlaces glucosídicos, mientras que las comprendidas entre 1199-1400 cm^{-1} son debidas a los enlaces O-C-H, C-C-H y C-O-H, indicación de los procesos de polimerización de la resina [21].

Figura 3. Espectro infrarrojo de la resina precursora preparada.

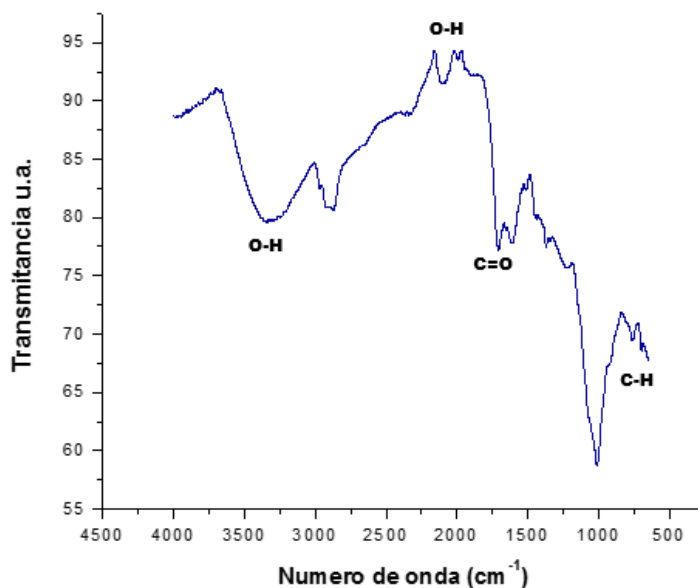


También se realizó el análisis de infrarrojos a la plantilla polimérica impregnada con resina y curada, dicho espectro, figura 4, muestra un resultado muy similar al

obtenido de la resina precursora discutida previamente, con la diferencia de que la banda entre 3000 y 3700 cm^{-1} , correspondiente al grupo hidroxilo, tiene mayor intensidad con respecto al espectro de la resina.

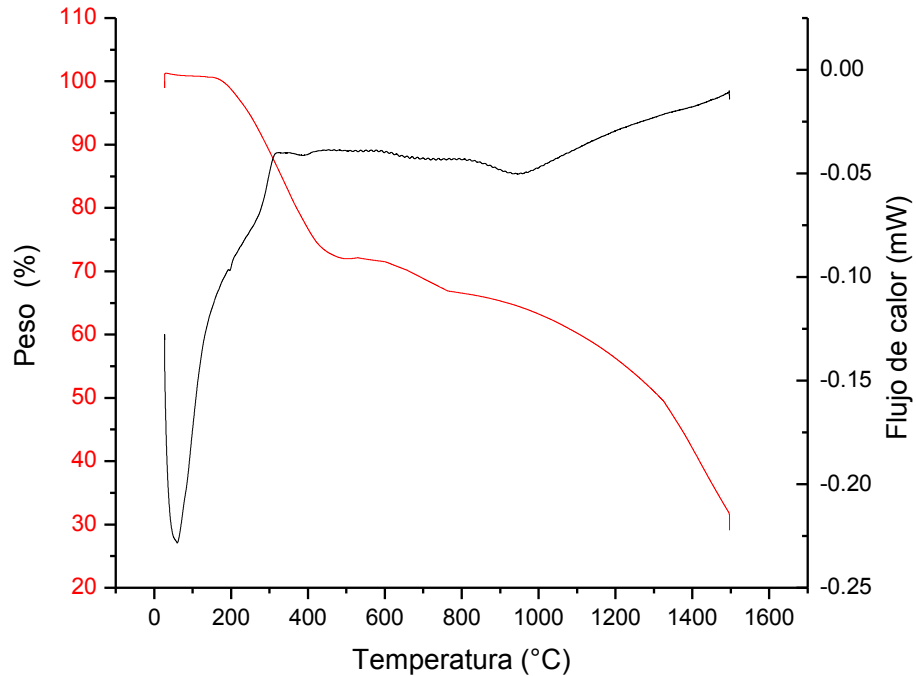
Tal diferencia se explica por el hecho de que la espuma ya presenta un estado de secado, gracias al proceso de curado por el que pasó. Aunado a ello, se presenta el pico en 2922 cm^{-1} , que aparece también en la espectroscopia de la resina, el cual corresponde a las vibraciones de estiramiento C-H de la estructura alifática de los compuestos orgánicos [20]. Las bandas entre 900 y 1153 cm^{-1} se asignan a los enlaces C-O y C-C, mientras que las comprendidas entre 1199-1400 cm^{-1} son debidas a los enlaces O-C-H, C-C-H y C-O-H [21], que demuestran la obtención de los productos de oxidación de la fructosa y la glucosa, los cuales corresponden con los productos de reacción tales como aldehídos y ácidos carboxílicos [25]. Esto también se confirma con la aparición de un nuevo pico alrededor de 1700 cm^{-1} , correspondiente al enlace C=O.

Figura 4. Espectro infrarrojo para la espuma curada.



En la Figura 5 se observan los resultados de los análisis de termogravimetría (TG) y de calorimetría diferencial de barrido (DSC) de la plantilla polimérica impregnada con la resina de sacarosa, curada a una temperatura de 250°C.

Figura 5. Curva TG-DSC para la espuma curada.



La curva termo-gravimétrica muestra una pérdida del 72% de peso de la espuma. La primera pendiente entre 200 y 420°C con un porcentaje de pérdida correspondiente a aproximadamente 28%, indicativo de la deshidratación por la que pasa la espuma [22] así como el inicio de la generación de productos de oxidación tales como gases de CO, H₂O, NO, O₂ [23]. A partir de 450°C le sigue una caída paulatina en la pendiente, con una pérdida de aproximadamente el 42% de masa, correspondiente a los procesos de condensación, reticulación y a la generación de gases de los productos de las reacciones de polimerización [23]. La curva DSC muestra un pico centrado alrededor de 70°C, correspondiente a un proceso endotérmico indicador de la absorción de calor en la espuma debido a la presencia de agua remanente del proceso de curado. A partir de esa temperatura, la pendiente tiene un incremento correspondiente a la liberación de calor debido a los productos resultantes de la reacción de la resina, tales como gases N₂, CO₂,

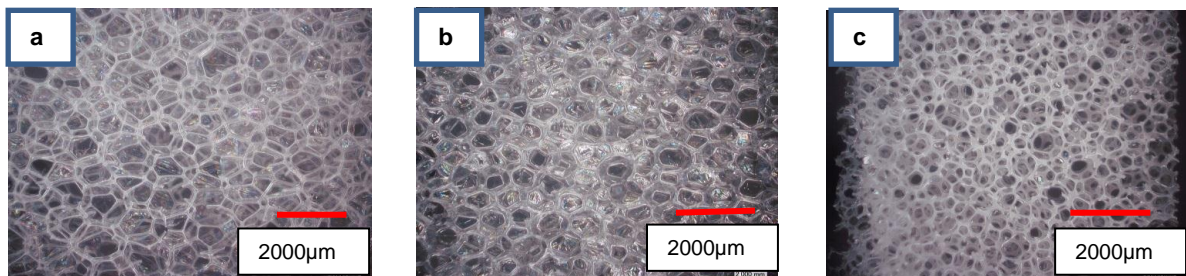
CO, así como la creación de productos generados de la oxidación de la glucosa y la fructosa [23], dando paso a la fase vítrea del carbón proveniente de la espuma.

4.2 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE LAS PLANTILLAS POLIMÉRICAS DE SACRIFICIO

Para el proceso de impregnación se dispuso de distintas plantillas de sacrificio, estas eran de naturaleza polimérica (poliuretano, PU) obtenidas en el comercio colombiano para el uso doméstico, las mismas vienen diferenciadas por la densidad [Kg/m^3] pudiéndose obtener densidades desde D15 hasta D60. Para la presente investigación, se seleccionaron espumas con tres densidades diferentes: 15, 30 y 60 Kg/m^3 , denotadas como D15, D30 y D60, respectivamente.

En la figura 6 se observan las imágenes de las espumas originales obtenidas mediante microscopía óptica, donde se tomó como referencia la escala a 35 aumentos. Se aprecia claramente la diferencia en la morfología de las espumas, específicamente en el tamaño de poro, el cual disminuye con el aumento de la densidad, determinándose un tamaño promedio de poro de $966 \pm 219 \mu\text{m}$ para la espuma D15, $536 \pm 87 \mu\text{m}$ para la D30 y $357 \pm 60 \mu\text{m}$ para la D60.

Figura 6. Micrografías tomadas a las espumas usadas como plantillas de sacrificio a 35X: a) Densidad 15, b) Densidad 30, c) Densidad 60.



Se observa una estructura porosa con una distribución heterogénea a lo largo de la micrografía. Además, se evidencia en algunos poros la presencia de una

película sobre la superficie del poro, lo cual corresponde a un defecto de fabricación de la espuma.

En la tabla 1 se comparan los parámetros morfológicos de las esponjas de sacrificio de las diferentes densidades usadas para el estudio (D15, D30, D60), los cuales se obtuvieron con las imágenes tomadas en el microscopio óptico digital Hirox KH-7700. Además de las diferencias en el tamaño de poro, también se encontró que el espesor de los ligamentos aumenta con el incremento de la densidad. Es decir, que al aumentar la densidad de la plantilla se disminuye el diámetro de los poros y se aumenta el espesor de los ligamentos, esto permite predecir que las plantillas D15 generarán las espumas cerámicas menos resistentes. Por otro lado, es evidente que al disminuirse el diámetro de los poros en la espuma, se aumenta el número de estos, pasándose de 36 a 54 ppi al disminuir el diámetro promedio de poro de 966 a 357 μm .

Tabla 1. Parámetros morfológicos de las espumas de sacrificio.

DENSIDAD	DIÁMETRO DE PORO, μm	ESPESOR DE LIGAMENTO, μm	PPI*
15	966 \pm 219	49 \pm 3,5	36 \pm 1,9
30	536 \pm 87	66 \pm 5,4	46 \pm 1,9
60	357 \pm 60	76 \pm 6,7	54 \pm 2,0

* PPI: número de poros por pulgada

4.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS DE CARBÓN VÍTREO RETICULADO OBTENIDAS

4.3.1 Análisis composicional de las espumas CVR: Se realizó un estudio mediante el analizador elemental de carbono, hidrógeno y nitrógeno, con el fin de conocer el cambio en el contenido de estos elementos a medida que aumenta la temperatura de carbonización, como se muestra en la tabla 2. Los resultados muestran un aumento en el contenido de carbono con el incremento de la

temperatura de carbonización, desde 600° hasta 1500°C, siendo la temperatura de 600°C la de menor contenido y la de 1500 con el mayor, llegando a alcanzar un contenido de carbono hasta del 100%, lo cual se podría explicar por los cambios generados en la estructura interna del carbón, debido al comienzo de procesos de grafitización [26], el cual empieza a altas temperaturas.

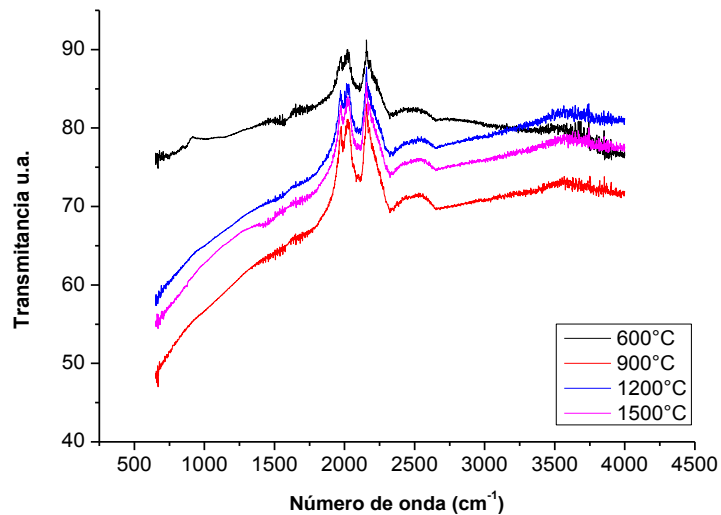
Tabla 2. Datos C-H-N para las muestras obtenidas de D15.

MUESTRA	%C	%H	%N
D15-curada	57,34	5,51	0,87
D15-600	88,67	2,91	0,79
D15-900	89,07	1,62	0,54
D15-1200	96,11	0,68	0,18
D15-1500	100,00	0,00	0,29

En la figura 7 se presentan los espectros de infrarrojo obtenidos para cada una de las espumas carbonizadas a diferentes temperaturas. Se observan señales en común para los diferentes espectros, una banda alrededor de 2088 cm^{-1} , banda que también comparte con los espectros de la resina y la espuma curada, indicando la presencia de grupos hidroxilos. A su vez se observan bandas entre 3000 y 3700 cm^{-1} correspondientes a las vibraciones de los grupos hidroxilos y carboxilos [24]. Los picos entre 1000 y 1500 cm^{-1} indican las vibraciones C-O de los esteres, alcoholes, éteres y fenoles [25]. Estas señales se muestran débiles y con alto ruido como una demostración de que los procesos de deshidratación y decarboxilación ocurrieron [25]. Además, se muestran las señales de estiramiento vibracionales entre 1600 y 1800 cm^{-1} , las cuales se atribuyen a la presencia de C=O y C=C, que demuestran la presencia de una alta cantidad de grupos carboxílicos [20], los cuales son característicos en una estructura carbonácea, que en este caso sería la de las espumas CVR obtenidas [24], lo que permite

corroborar la formación de la estructura del carbón vítreo para las espumas resultantes.

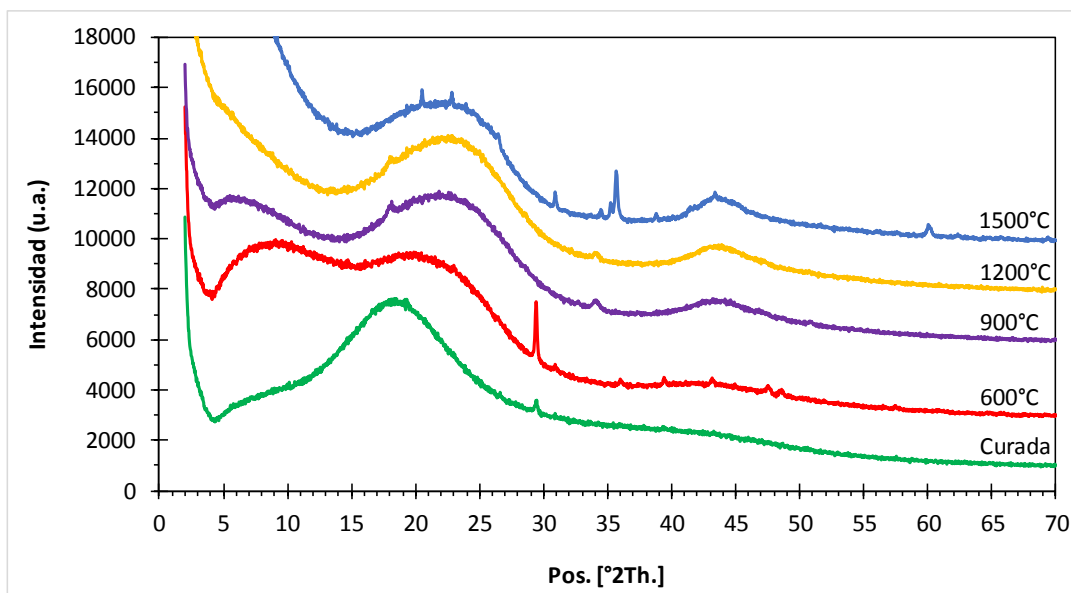
Figura 7. FT-IR espumas carbonizadas a las diferentes temperaturas: 600°C, 900°C, 1200°C, 1500°C.



Las espumas carbonizadas a diferentes temperaturas también fueron analizadas mediante difracción de rayos X, los difractogramas obtenidos se muestran en la figura 8. Es evidente que en estos materiales prevalece el carácter amorfo, no obstante esto, es posible identificar la presencia de algunas fases cristalinas, para ello se utilizó el software especializado X'Pert High Score Plus. Para la espuma carbonizada a 600°C, el pico ubicado a un ángulo 2θ de 29.4° y otros secundarios, corresponden a carbono cristalino (sistema hexagonal). La cristalización del carbono inicia a temperaturas inferiores a 600°C, dado que el difractograma de la espuma curada también presenta el pico antes mencionado, aunque con una intensidad menor. Los difractogramas de las espumas carbonizadas a 900°C y 1200°C, presentan dos pequeños picos ubicados a 18° y a 34.3°, los cuales corresponden a óxido de silicio (SiO₂), el silicio proviene seguramente de la silicona utilizada para el sellamiento de los extremos del tubo refractario utilizado. Por su parte, el difractograma de la muestra carbonizada a

1500°C indicaría que a esta temperatura ya ha empezado el proceso de grafitización del carbono, dada la aparición de varios picos correspondientes al grafito (26.5°, 42° – 45° y 60°). Adicionalmente, se evidencia la presencia de carburo de silicio (SiC), cuyos picos principales se ubican a 35.7° y 41.3°, así como de nitruro de silicio (Si₃N₄), fase relacionada con diversos picos, entre los que destacan aquellos ubicados a los ángulos 20.5°, 22.8°, 30.9°, 31.8°, 34.5°, 38.8° y 43.4°. Estas fases se formaron probablemente sobre la superficie de las espumas CVR a partir del nitrógeno gaseoso y del silicio proveniente de la silicona de sellamiento del tubo.

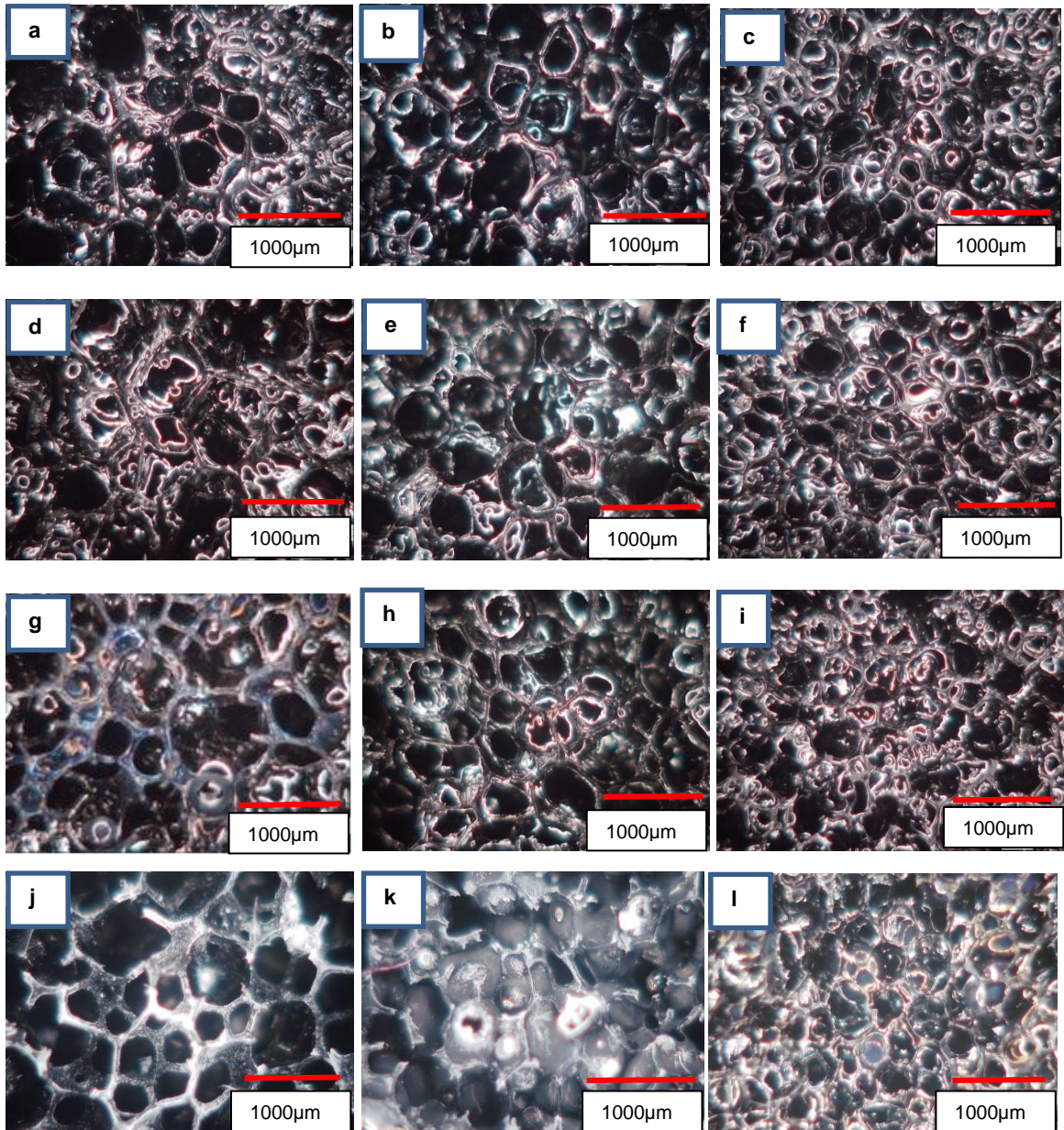
Figura 8. Difractogramas de las espumas CVR carbonizadas a diferentes temperaturas.



4.3.2 Caracterización física de las espumas CVR: En la figura 9 se observan las micrografías ópticas, tomadas a 105 aumentos, de las espumas de carbón vítreo reticulado obtenidas con las tres plantillas poliméricas, luego de su impregnación con la resina de sacarosa y de los procesos de carbonización a diferentes temperaturas (600, 900, 1200 y 1500 °C).

Figura 9. Micrografías ópticas, tomadas a 105X, de las espumas CVR obtenidas bajo las diferentes plantillas y temperaturas de carbonización: a) D15 - 600°C, b) D30 - 600°C, c)

D60 - 600°C, d) D15 - 900°C, e) D30 - 900°C, f) D60 - 900°C, g) D15 - 1200°C, h) D30 - 1200°C, i) D60 - 1200°C, j) D15 - 1500°C, k) D30 - 1500°C, l) D60 - 1500°C.



Se puede apreciar en las imágenes la forma y distribución del poro para cada densidad y temperatura de carbonización. Tal como era de esperarse, el tamaño de los poros y demás características morfológicas de las espumas obtenidas tienen correspondencia con las características morfológicas de las plantillas de sacrificio, es así que independientemente de la temperatura de carbonización, el

tamaño de los poros disminuye con el aumento de la densidad de las plantillas. Se puede también observar zonas donde no es clara la forma del poro, posiblemente por defectos propios de la espuma, así como defectos inducidos durante la carbonización, ya que se observa cierta distorsión en la red, sobre todo para las espumas obtenidas a 1200°C y 1500°C. Tales defectos pueden provenir de la generación de gases producto de reacciones en la espuma, que quedan encapsulados y ejercen presión sobre los ligamentos, o por deformación de estos últimos por efecto de la reducción del volumen de la espuma durante el tratamiento térmico.

En la tabla 3 se presentan los parámetros morfológicos de las espumas de carbón vítreo reticulado obtenidas con las tres plantillas poliméricas y luego de los procesos de carbonización a diferentes temperaturas (600, 900, 1200 y 1500 °C). Tales parámetros se determinaron a través del análisis microscópico de las espumas.

Tabla 3. Parámetros morfológicos de las espumas CVR desarrolladas.

DENSIDAD	TEMPERATURA DE CARBONIZACIÓN (°C)	DIAMETRO DE PORO (µm)	ESPESOR DE LIGAMENTO (µm)	PPI
15	Plantilla D15	966±219	49±3,5	36±1,9
	600	719,6±188	55,17±11	40±1,7
	900	631,5±132	54,25±5,2	36±3,2
	1200	588,08±180	56,85±9,5	45±3,2
	1500	512,04±202	59.7±5,1	39±3,9
30	Plantilla D30	536±87	66±5,4	46±1,9
	600	407,96±110	58,99±9,5	44±2,8
	900	400,08±74	43,75±9,3	49±4,4
	1200	431,6±82	48,89±8,2	51±4,8
	1500	430.72±90	61.21±17	42.3±1,9
60	Plantilla D60	357±188	76±6,7	54±2,0
	600	230,76±58	38,0±13	52±4,4
	900	288,85±54	36,6±7,5	58±6,2
	1200	189,95±47	31,6±4,1	64±7,3
	1500	307,63±99	37,8±4,7	59,5±8,6

Se puede apreciar que la densidad de las espumas tiene una gran influencia en los parámetros como el diámetro de poro debido a que en general se observan

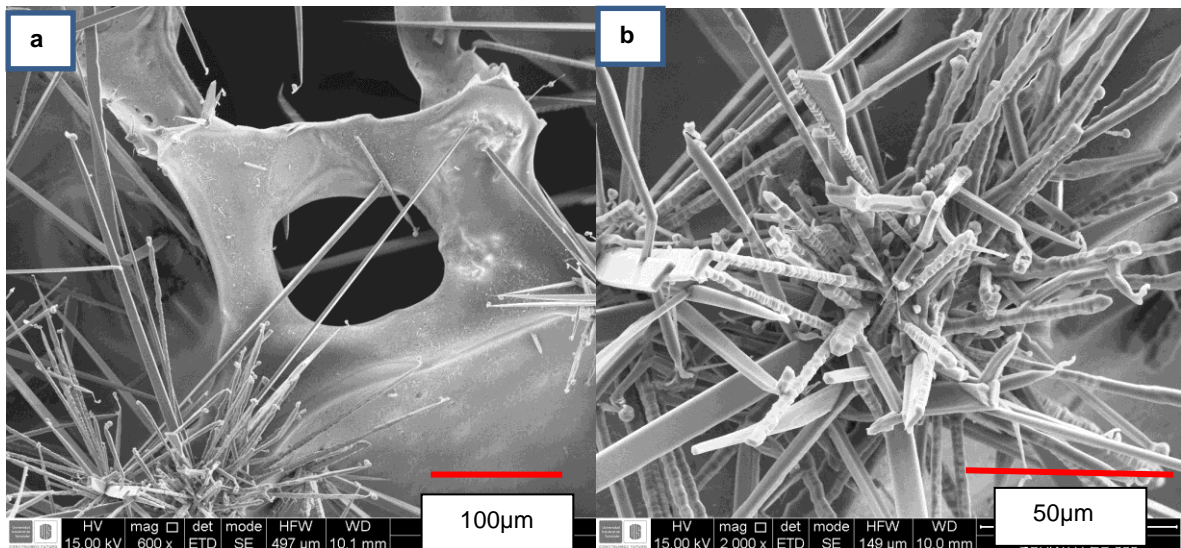
reducciones del diámetro para cada densidad, lo que reafirma la relación que existe de este parámetro con la densidad de la espuma. Con respecto a la temperatura de carbonización, se observan disminuciones del diámetro del poro con el aumento de temperatura, como es el caso de la densidad 15 cuyo diámetro pasa de uno de $719,6 \pm 188$ a $512,04 \pm 202$ μm . Para las otras densidades, el diámetro de poro inicialmente disminuye con el aumento de la temperatura de carbonización y luego vuelve a aumentar su diámetro, esto se debe a que a las menores temperaturas prevalece la contracción de la espuma por efecto de los procesos de sinterización del cerámico, mientras que a las mayores temperaturas se favorece la oxidación del carbono. En concordancia con los cambios en el tamaño de poro antes descritos, los espesores de los ligamentos en las espumas obtenidas con plantillas D15 aumentaron con el incremento de la temperatura de carbonización, por efecto de la densificación-contracción de las espumas. Mientras que para las espumas D30 hubo en general una disminución moderada del espesor de los ligamentos por efecto del aumento de la temperatura. Por su parte, en las espumas de mayor densidad (D60), la disminución del espesor de los ligamentos fue muy importante (cerca del 50%), pasándose de 76 a 38 μm al llevar la espuma original a una temperatura de 1500°C .

Por otro lado, las reducciones en el diámetro de poro implican una reducción en el volumen de la espuma, lo cual se verificó a través del seguimiento de los pesos y toma de dimensiones en cada etapa por la que pasó la espuma, esto es: impregnación, curado, carbonización. Gracias a este seguimiento se verificó que la espuma carbonizada para todas las densidades pierde aproximadamente el 65% de su peso original, siendo concordante este resultado con el obtenido en el análisis de termogravimetría realizado a la espuma antes de la carbonización, donde se alcanza una pérdida de masa de hasta el 70%. Esto también se aprecia en los cálculos de reducción de volúmenes realizados para las diferentes espumas obtenidas y diferentes temperaturas de carbonización, presentadas en el anexo A, donde se observa la reducción de volumen para cada muestra, con el mayor valor

de reducción de volumen obtenido para la temperatura de 1500°C en cada plantilla (D15, D30, D60), lo que soporta el hecho de la influencia que tiene la temperatura de carbonización sobre las variables morfológicas indicadas por la tabla 3.

Con el fin de ampliar el estudio del efecto de la temperatura de carbonización sobre las características morfológicas de las espumas, se hicieron algunos análisis de microscopía electrónica de barrido, resaltándose la presencia de cristales aciculares crecidos sobre la superficie de las espumas carbonizadas a las mayores temperaturas (especialmente a 1500°C), esto se puede apreciar en la figura 10. Macroscópicamente tales muestras presentaban una coloración grisácea en su superficie, lo cual se correlaciona con los cristales formados, los cuales deben corresponder a las fases de silicio identificadas a través de la técnica de difracción de rayos x, es decir carburo y nitruro de silicio.

Figura 10. Espuma D15 carbonizada a 1500°C: a) 600X b) 2000X.



La presencia de silicio en las muestras se debió al uso de silicona de alta temperatura en el proceso de obtención de las espumas CVR, específicamente en la etapa de carbonización donde se utilizó para el sellamiento del horno tubular.

Por otro lado, en la tabla 4 se presentan los resultados de determinación de la porosidad en las diferentes espumas CVR.

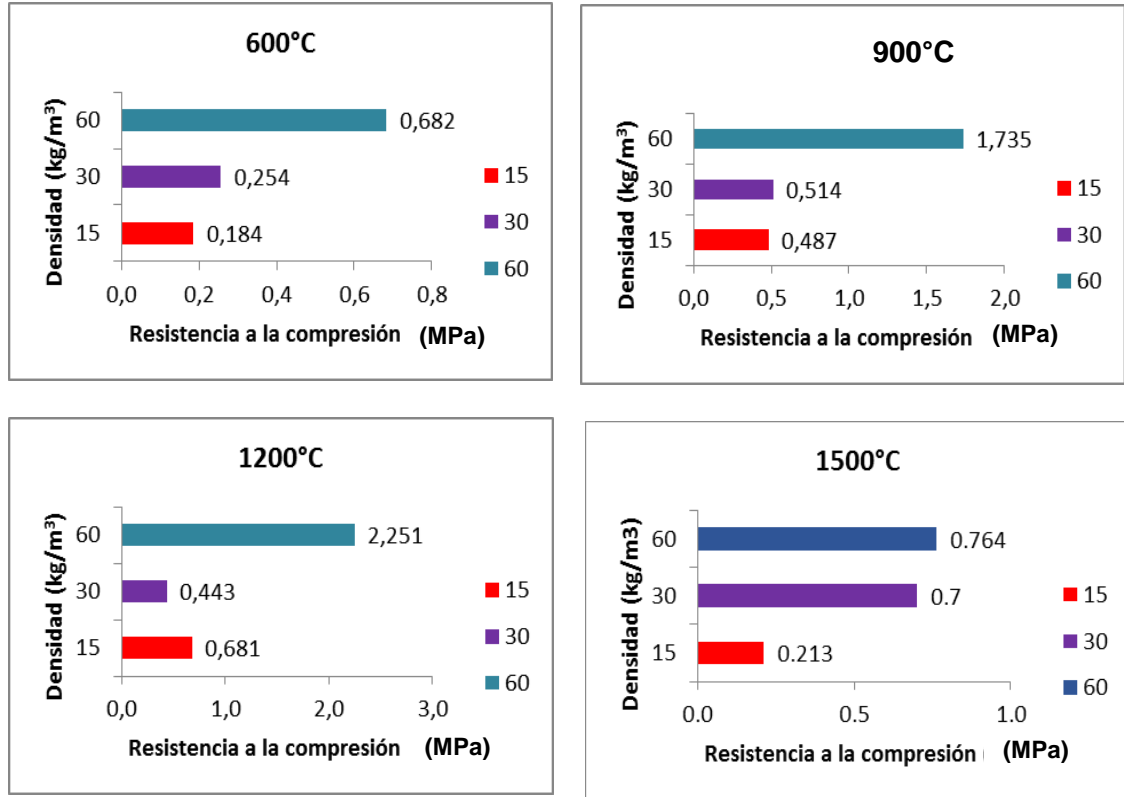
Tabla 4. Porosidades de las espumas CVR obtenidas

DENSIDAD	TEMPERATURA	% POROSIDAD
15	600	84,69
	900	80,37
	1200	82,74
	1500	86,04
30	600	84,44
	900	86,12
	1200	80,03
	1500	80,22
60	600	76,72
	900	78,42
	1200	76,13
	1500	78,10

De forma general, estos resultados señalan que la porosidad de las espumas CVR disminuye con el aumento de la densidad de la plantilla de sacrificio, lo cual era de esperarse, dado que se buscaba justamente replicar la forma de tales plantillas. No obstante, se espera una variación significativa en este parámetro al variar la temperatura de carbonización, pero dichos cambios no fueron notables. Cabe resaltar que las porosidades obtenidas (entre 76% y 86% aproximadamente) entran en el rango aceptado para el hueso trabecular 50-90% [10].

4.3.3 Evaluación de la resistencia mecánica de las espumas CVR: Con ayuda de la máquina universal de ensayos Tinius Olsen se realizó el ensayo de compresión usando una velocidad de compresión de 0,5 mm/min para las diferentes espumas CVR desarrolladas. Los resultados se presentan en los siguientes gráficos de la figura 11.

Figura 11. Resultados de resistencia a la compresión para las espumas CVR obtenidas.



Con base en los resultados de compresión obtenidos, se puede resaltar que la resistencia a la compresión aumenta a medida que la densidad aumenta, siendo la densidad 60 la que obtuvo las resistencias más altas con respecto a las demás densidades con un valor de 2,25 MPa, lo cual se puede explicar por la morfología de esta espuma, cuyos datos previamente observados muestran que esta espuma es la de menor diámetro de poro y además la de menor porosidad. Asimismo, se aprecia que existe un incremento a medida que se aumenta la temperatura de carbonización para todas las densidades, obteniéndose mejores resultados en la temperatura de 1200°C. Por otro lado, los resultados a 1500°C muestran una reducción en la resistencia mecánica de las espumas, con valores menores a 1 MPa, lo cual se relaciona claramente con los cambios morfológicos en las espumas carbonizadas a dicha temperatura, para las cuales se encontró aumento

del tamaño de poro y disminución del espesor de ligamento, especialmente para las densidades D30 y D60. Por otro lado, los cambios morfológicos acontecidos en las espumas durante la carbonización, especialmente a 1500°C, pueden generar defectos como formación de micro grietas, provocando así la aparición de concentradores de esfuerzo en la espuma [11, 26]. Otra posible causa de la baja resistencia de las espumas carbonizadas a 1500°C es la presencia de los cristales aciculares de compuestos de silicio sobre la superficie de las espumas, lo cual le imparte fragilidad al cerámico. Finalmente, otra posible explicación, para la obtención de espumas CVR a 1500°C con propiedades disminuidas, es el comienzo de la grafitización del carbono en la espuma a temperaturas mayores a 1200°C, donde las reorganizaciones de algunas capas de carbono en forma de grafito causan debilidad en el material, comportamiento antes visto en investigaciones previas [26]. Esta última hipótesis concuerda con los resultados obtenidos a través de la técnica de difracción de rayos x, según los cuales a 1500°C ya se ha iniciado la grafitización del material carbonoso.

Según el análisis estadístico de la prueba no paramétrica de Kruskal-Wallis, para todas las temperaturas de carbonización obtenidas existen diferencias en las resistencias a la compresión estadísticamente altas.

Mediante el método estadístico de la distribución de Weibull se calculó el módulo de weibull (m_w), que es una medida de la probabilidad de falla del material. En el anexo B se presentan estos resultados.

El modelo de Weibull se considera como una técnica estadística adecuada para analizar las resistencias mecánicas de materiales cerámicos, basándose en el concepto del “eslabón débil”, donde la grieta crítica es la que dicta el comportamiento de la resistencia del material [27]. Para las espumas de carbón vítreo reticulado obtenidas, los módulos de Weibull resultantes varían con un rango entre 3 y 10, siendo comparables con valores obtenidos en estudios previos para el carbón vítreo, con reportes de módulos de Weibull entre 4 y 6 [4]. Los resultados de la resistencia vienen dados por la densidad de la espuma, a

menores tamaños de poro y mayores del espesor del ligamento, así como menores porosidades de la espuma, los valores de resistencia serán mayores, tal como se evidencia en la figura 11 y el anexo B. Las posibles variaciones y fallos del mismo se deben a la superficie y estructura del material, ya que se generan defectos tales como microgrietas o microporos a lo largo del tratamiento térmico de carbonización, generando zonas de concentraciones de esfuerzos por donde la espuma se fractura. Estas zonas concentradoras de esfuerzos generalmente en los segmentos donde empieza el espesor de ligamento, que además según otros estudios [26], es por donde empieza la fractura de la espuma.

Finalmente, los resultados de esta investigación permiten concluir que las espumas de carbón vítreo reticulado desarrollados tienen potencial aplicación en ingeniería de tejidos óseos, por lo menos desde un punto de vista físico-mecánico, dado que se obtuvieron espumas CVR con características morfológicas y resistencias mecánicas similares a las del hueso trabecular.

5. CONCLUSIONES

- A partir de las espumas de poliuretano comercializadas en el país, y usadas como plantillas de sacrificio, se obtuvieron espumas CVR con diferentes grados de porosidad, tamaño de poro y espesor de ligamento. Sin embargo, no fue posible controlar cada parámetro por separado, dado que las espumas poliméricas comerciales presentan la relación de que a mayor densidad, menor tamaño de poro y mayor espesor de ligamento.
- La temperatura de carbonización influye de manera significativa en los parámetros morfológicos de las espumas CVR obtenidas. La tendencia general es que inicialmente al aumentar la temperatura hasta 900°C el diámetro de poro disminuye, tendencia que se invierte al seguir incrementando la temperatura hasta 1500°C, lo cual viene acompañado por la disminución del espesor de los ligamentos.
- La resistencia mecánica de las espumas CVR aumenta con el incremento de la temperatura de carbonización hasta 1200°C. A 1500°C la resistencia decae notablemente por efecto de los cambios morfológicos relacionados con el aumento del tamaño de los poros y disminución del espesor de los ligamentos, así como por el inicio de su grafitización.
- Finalmente, se concluye que las espumas CVR desarrolladas con la plantilla polimérica D60 y carbonizadas a 1200°C presentan la mejor combinación de características físico-mecánicas para funcionar como andamio para tejido óseo, dado que se asemejan a las del hueso trabecular. Tales características son diámetro de poro de 190 μm , espesor de ligamento de 32 μm , porosidad del 76% y resistencia a la compresión de 2,24 MPa.

6. RECOMENDACIONES

- Debido a que en el presente trabajo se analizaron las espumas CVR sin ningún tipo de modificación posterior a la fabricación de la espuma, se sugiere realizar la modificación de las espumas de carbón vítreo reticulado mediante el uso de recubrimientos biopoliméricos, con el fin de aumentar sus propiedades mecánicas.
- Dado que no es posible modificar los parámetros morfológicos de las espumas de sacrificio comerciales, se recomienda trabajar con plantillas poliméricas obtenidas por impresión 3D para poder modificar individualmente parámetros morfológicos tales como diámetro de poro y espesor de ligamento y así poder tener mayor control de las propiedades físico-mecánicas.
- Se recomienda la eliminación de la silicona de alta temperatura usada como sellamiento en el horno tubular con el objetivo de evitar la precipitación de compuestos de silicio que afecten las propiedades mecánicas y la composición de las espumas.
- Se sugiere realizar estudios de reactividad en fluido fisiológico simulado (SBF) con las espumas CVR desarrolladas, con el fin de estudiar su capacidad para formar apatitas sobre la superficie.
- Se recomienda realizar estudios de crecimiento celular sobre las espumas CVR, para evaluar su potencialidad como andamio óseo desde un punto de vista biomédico.
- Con el objetivo de estudiar más a fondo los cambios estructurales y de composición en las espumas CVR al aumentar la temperatura de carbonización, se sugiere realizar un análisis mediante espectroscopia Raman.

REFERENCIAS

- [1] BOSE Susmita, ROY Mangal, BANDYOPADHYAY Amit, "Recent advances in bone tissue engineering scaffolds", Universidad Washington State, 2017.
- [2] NIINOMI Mitsuo, NAKAI Masaaki, HIEDA Junko, "Development of new metallic alloys for biomedical applications" 2012, Universidad de Tohoku.
- [3] PLAZAS BONILLA Clara Eugenia, PERILLA Jairo Ernesto, "Pasado, presente y futuro cercano de los materiales para uso en implantes óseos biodegradables," Ingeniería e Investigación, Vol. 31 No. 2, pp 124-133 Agosto, 2011.
- [4] SABREE I., GOUGH J.E, DERBY B., "Mechanical properties of porous ceramic scaffolds: Influence of internal dimensions", Universidad de Manchester, 2015.
- [5] ANDRIC Tea, TAYLOR Brittany L., WHITTINGTON Abby R., FREEMAN Joseph W., "Fabrication and Characterization of Three-Dimensional Electrospun Scaffolds for Bone Tissue Engineering", 2015.
- [6] OSTERHOFF Georg, MORGAN Elise F., SHEFELBINE Sandra J., KARIM Lamy, MCNAMARA Laoise M., AUGAT Peter "Bone mechanical properties and changes with osteoporosis", 2016.
- [7] MORGAN Elise F., UNNIKRISSAN Ginu U., HUSSEIN Amira I. "Bone Mechanical Properties in Healthy and Diseased States", 2018.
- [8] VALACH Jaroslav, KYTYR Dan, JIROUŠEK Ondřej, "Pore Size Distribution of Human Trabecular Bone - Comparison of Intrusion Measurements with Image Analysis", 2011.
- [9] AMIN S., ACHENBACH S. J., ATKINSON E. J., KHOSLA S., MELTON L. J., "Trends in Fracture Incidence: A Population-Based Study Over 20 Years", 2014.
- [10] BAINO Francesco, VITALE-BROVARONE Chiara, "Three-dimensional glass-derived scaffolds for bone tissue engineering: Current trends and forecasts for the future", Departamento de Ingeniería química y ciencia de materiales, Italia, 2010.
- [11] 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 79 p: 135 –148, 2014.

[12] FRIEDRICH J.M., PONCE DE LEÓN C., READE G.W., WALSH F.C., “Reticulated vitreous carbon as an electrode material”, pp 202-217, 2003.

[13] SORREL, Janet Wells, DEWALD Howard. D “Espectroelectrochemical Características of the Reticulated Vitreous Carbon” Universidad de Ohio.

[14] WALSH F.C., ARENAS L.F, PONCE DE LEÓN G., READE I. WHYTE MELLOR B.G. “The continued development of reticulated vitreous carbon as a versatile electrode material: Structure, properties and applications”, 2016

[15] REYES Ricardo, SÁNCHEZ Esther, DELGADO Aracei, SANTAMARÍA J. “Reticulated vitreous carbon: A useful material for cell adhesion and tissue”

[16] JANA P., FIERRO V., CELZARD A., “Sucrose-based carbon foams with enhanced thermal conductivity”, pp 1-9, 2016.

[17] SMORYGO Oleg, MARUKOVICH Alexander, MIKUTSKI Vitali, STATHOPOULOS Vassilis, HRYHORYEU Siarhei, SADYKOV Vladislav, “Tailoring properties of reticulated vitreous carbon foams with tunable density”, 2016.

[18] J. J. MAX and C. CHAPADOS, “Sucrose hydrates in aqueous solution by IR spectroscopy,” *J. Phys. Chem. A*, vol. 105, no. 47, pp. 10681–10688, 2001.

[19] M. E. MENDOZA, “FTIR aplicada durante la deshidratación osmótica de mango Ataulfo (*Magnífera indica* L .),” vol. 25, no. 1, pp. 8–13, 2012.

[20] XINHUA Qi, NIAN Liu, YOUFEN Lian “Carbonaceous microspheres prepared by hydrothermal carbonization of glucose for direct use in catalytic dehydration of fructose”, *RSC Adv*, 2015, pp. 17526-17531

[21] SAPICO SUAREZ, Sergio, “Deteterminación simultánea de mono y disacáridos en zumos de frutas mediante técnicas espectroscópicas”, Trabajo Fin de Máster, Universidad e Oviedo, 2013.

[22] PRABHAKARAN. K, SINGH. P.K, GOKHALE. N.M, SHARMA. S.C, “Processing of sucrose to low density carbon foams”, Febrero 2007.

- [23] P. JANA and V. GANESAN, "Synthesis, characterization and radionuclide (^{137}Cs) trapping properties of a carbon foam," *Carbon N. Y.*, vol. 47, no. 13, pp. 3001–3009, 2009.
- [24] R. NARASIMMAN and K. PRABHAKARAN, "Preparation of carbon foams with enhanced oxidation resistance by foaming molten sucrose using a boric acid blowing agent," *Carbon N. Y.*, vol. 55, pp. 305–312, 2013.
- [25] ELAIGWU Sunday E., GREENWAY Gillian M., "Chemical, structural and energy properties of hydrochars from microwave-assisted hydrothermal carbonization of glucose" December 2016, Volume 7, pp 449–456
- [26] O. CATY, F. GAUBERT, G. HAUSS, G. CHOLLON, "Characterisation of mechanical properties of cellular ceramic materials using X-Ray computed tomograph", Laboratorio de compuestos termoestructurales, Francia.
- [27] PASCUAL Cosp, A. J. RAMÍREZ del Valle, J. ZAPATERO Arenzana, J. C. GALIANO Serrano, "Análisis estadístico de la resistencia mecánica de materiales cerámicos de mullita sometidos a diferentes ciclos de calentamiento" *Bol. Soc. Esp. Ceram. V.*, 44 [6] 415-420 (2005)
- [28] K. JURKIEWICZ, M. PAWLYTAD. ZYGADŁOD. CHROBAKS. DUBERR. WRZALIKA. RATUSZNA. Burian "Evolution of glassy carbon under heat treatment: correlation structure–mechanical properties" *Journal of materials science*, Marzo 2018, Volume 53, pp 3509–3523

BIBLIOGRAFÍA

AMIN S., ACHENBACH S. J., ATKINSON E. J., KHOSLA S., MELTON L. J., “Trends in Fracture Incidence: A Population-Based Study Over 20 Years”, 2014.

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* 79 p: 135 –148, 2014.

ELAIGWU Sunday E., GREENWAY Gillian M., “Chemical, structural and energy properties of hydrochars from microwave-assisted hydrothermal carbonization of glucose” December 2016, Volume 7, pp 449–456

M. E. MENDOZA, “FTIR aplicada durante la deshidratación osmótica de mango Ataulfo (*Magnífera indica* L .),” vol. 25, no. 1, pp. 8–13, 2012.

P. JANA and V. GANESAN, “Synthesis, characterization and radionuclide (^{137}Cs) trapping properties of a carbon foam,” *Carbon N. Y.*, vol. 47, no. 13, pp. 3001–3009, 2009.

PLAZAS BONILLA Clara Eugenia, PERILLA Jairo Ernesto, “Pasado, presente y futuro cercano de los materiales para uso en implantes óseos biodegradables,” *Ingeniería e Investigación*, Vol. 31 No. 2, pp 124-133 Agosto, 2011.

XINHUA Qi, NIAN Liu, YOUFEN Lian “Carbonaceous microspheres prepared by hydrothermal carbonization of glucose for direct use in catalytic dehydration of fructose”, *RSC Adv*, 2015, pp. 17526-17531

ANEXO A

DENSIDAD DE LA PLANTILLA	TEMPERATURA DE CARBONIZACIÓN (°C)	DISMINUCIÓN DEL TAMAÑO DEL PORO (%)	DISMINUCIÓN DEL VOLUMEN (%)
15	600	25,51	51,6
	900	34,63	56,68
	1200	39,12	60,89
	1500	46,99	61,22
30	600	23,35	47,01
	900	24,67	55,62
	1200	18,83	62,66
	1500	19,77	63,43
60	600	35,36	52,27
	900	19,09	56,95
	1200	46,85	59,87
	1500	14,00	61,12

ANEXO B

DENSIDAD	TEMPERATURA	RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN (MPa)	m _w
15	600	0,184±0,022	9,09
	900	0,487±0,102	4,87
	1200	0,681±0,212	3,98
	1500	0,213±0,060	3,054
30	600	0,254±0,037	7,95
	900	0,514±0,074	6,99
	1200	0,443±0,174	2,98
	1500	0,700±0,072	10,5
60	600	0,682±0,138	7,70
	900	1,735±0,416	4,65
	1200	2,251±0,320	5,44
	1500	0,764±0,394	1,75