

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CIUDAD MADERO

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA Y BIOQUÍMICA



TITULACIÓN INTEGRAL
TESIS

EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE COMPUESTOS SBS CON PARTÍCULAS DE HIDROXIAPATITA

Que para obtener el Título de
Ingeniero Químico

Presenta
Alexia Guadalupe Dávila Quiroz
18070991

Asesor
Dra. Beatriz Adriana Salazar Cruz



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Ciudad Madero
Subdirección Académica
Departamento de Ingeniería Química y Bioquímica

Ciudad Madero, Tamaulipas, **08/Mayo/2023**

No. Oficio: O.0204/23

Asunto: Autorización de Impresión.

C. ALEXIA GUADALUPE DÁVILA QUIROZ
No. CONTROL 18070991

De acuerdo al fallo emitido por el Jurado asignado para la revisión de su trabajo profesional, integrado por los siguientes catedráticos:

PRESIDENTE:	BEATRIZ ADRIANA SALAZAR CRUZ
SECRETARIO:	ANA BEATRIZ MORALES CEPEDA
VOCAL:	RUTH ZURISADAI DEL ÁNGEL ALDANA
SUPLENTE:	NANCY PATRICIA DÍAZ ZAVALA

Y considerando que llena todos los requisitos del reglamento de titulación en vigor del Sistema Nacional de Institutos Tecnológicos, doy a Usted autorización para que proceda a imprimir su trabajo profesional de la Opción **TITULACIÓN INTEGRAL (TESIS)**..

"EVALUACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE COMPUESTOS SBS CON PARTÍCULAS DE HIDROXIAPATITA"

Lo hago de su conocimiento para los efectos y fines correspondientes a su Examen Profesional, esperando que el logro del mismo sea congruente con sus deseos profesionales.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica
"Por mi patria y por mi bien"

PATRICIA MENDOZA GUZMÁN
JEFA DEL DEPTO. DE INGENIERÍA QUÍMICA Y BIOQUÍMICA

ccp. Archivo
PMG/dahb



Av. 1º de Mayo y Sor Juana I. de la Cruz S/N Col. Los Mangos C.P. 89440 Cd. Madero, Tam.
Tel. 01 (833) 357 48 20, ext. 3050, e-mail: quimica@cdmadero.tecnm.mx
tecnm.mx | cdmadero.tecnm.mx



2023
Francisco VILA

Agradecimientos.

A mi madre, que nunca tuvo un NO para mí y que al final de cada examen y día difícil estaba esperándome en la puerta con los brazos abiertos.

A mi padre, que me ha enseñado las cosas más importantes que sé y que no se relacionan con escuela.

A mi compañero de vida, Emiliano, que fue mi compañía en todas mis noches en vela y mi motivo más grande del porque hoy estoy en donde estoy.

A David, mi apoyo incondicional y mi motivación cuando las cosas no salían como se esperaban.

A mi abuelita por no hacer preguntas ni cuestionar ninguno de mis pasos, solo estar ahí.

A la Dra. Betty que fue siempre amiga antes que asesora y que me guio en mi camino para culminar mi carrera.

A Dios por no dejarme sola nunca y permitirme vivir esta experiencia.

Resumen.

La hidroxiapatita (HAp) es un material de gran importancia, considerado como un material biológico y característico por su propiedad de biocompatibilidad. La hidroxiapatita sintética se produce para sustituir el tejido óseo dañado por motivos y enfermedades diferentes, la importancia del material viene del tipo de usos y aplicaciones que se le da, ya que, es un material común usado en medicina, en ramas como la ortopedia, odontología y cirugías maxilofaciales, como por ejemplo en la fabricación de prótesis ortopédicas.

En la búsqueda de nuevas líneas de investigación se genera la obtención de nuevos materiales generando compuestos SBS/HAp a partir de cáscara de huevo, lo que es posible que potencialice las propiedades mecánicas del SBS, debido a que se observa buena compatibilidad entre los componentes.

Esta investigación propone la obtención de compuestos SBS/HAp como una alternativa de material amigable con el medio ambiente, siendo este compuesto reforzado con un material a partir de un residuo orgánico, así mismo, se describe el proceso de obtención y los resultados obtenidos en diferentes pruebas de caracterización, en las que buscamos comprobar la potencialización de las propiedades de dicho compuesto.

La hidroxiapatita se obtuvo por medio de una modificación química a partir de la cáscara de huevo con HNO_3 y $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ generando lavados en el material, secándolo y posteriormente llevándolo a calcinación por medio de una rampa de temperatura programada hasta obtener la síntesis de la hidroxiapatita.

La obtención de los compuestos se establece por medio de un proceso de fundido, donde se mezclan los componentes SBS e hidroxiapatita a diferentes concentraciones y se analizan con las diferentes pruebas de caracterización para así identificar la variante con mejor respuesta.

Se obtuvieron resultados significativos con base a la comparación de referencias para compuestos SBS respecto a otros componentes, mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier se identificaron las bandas de absorción 1090 y 960 cm^{-1} que corroboran la presencia de HAp en los compuestos, así como la compatibilidad entre ambos componentes con base a la intensidad de las señales. Las pruebas mecánicas arrojan resultados positivos en cada una de las

variantes, siendo más significativo el compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO_3 , respecto al módulo de Young con 252.3 Kg/cm^2 lo que representa que la rigidez en esta variante es menor, y la elasticidad mayor, de igual forma el ensayo de tracción arroja un notable aumento en el punto de ruptura de dicho compuesto, mostrando una resistencia al esfuerzo superior a los demás.

Se concluye afirmando que la obtención de un compuesto SBS/HAp representa una buena alternativa para la implementación de nuevos materiales enfocados a aplicaciones industriales, donde contar con buenas propiedades mecánicas sea un requisito indispensable.

Índice.

Introducción	1
CAPITULO I. MARCO TEÓRICO	3
1.1. Antecedentes.....	3
1.2. Los polímeros y sus clasificaciones.....	5
1.3. Copolímeros.....	11
1.3.1. Tipos de copolímeros	11
1.3.2. Copolímero en bloque.....	13
1.4. Polímero estireno-butadieno-estireno (SBS)	14
1.5. Hidroxiapatita	15
1.6. Materiales compuestos	17
1.7. Compuesto SBS/HAp.....	20
CAPÍTULO II. METODOLOGÍA.....	22
2.1. Reactivos.....	22
2.2. Síntesis de hidroxiapatita a partir de cáscara de huevo.....	22
2.3. Obtención de compuestos SBS/HAp	24
2.4. Técnicas de caracterización	28
2.4.1. Microscopía óptica.....	28
2.4.2. Análisis termogravimétrico (TGA)	29
2.4.3. Pruebas tensiles	31
2.4.4. Espectroscopía infrarroja transformada de Fourier (FTIR).....	32
CAPÍTULO III. RESULTADOS.....	34
3.1. Microscopía óptica.....	34
3.2. Análisis termogravimétrico (TGA)	36
3.3. Pruebas tensiles	38
3.4. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	44
CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES.....	48
Bibliografía.....	50
Anexos.....	54
A1. Especificaciones técnicas del copolímero SBS.....	54

Índice de figuras.

Figura 1.1. Estructura de un polímero.	5
Figura 1A. Mecanismo de reacción en etapas de la polimerización por adición.	6
Figura 1B. Ejemplo de mecanismo de polimerización por condensación.	7
Figura 1C. Estructura del homopolímero polietileno.	7
Figura 1D. Estructura del copolímero SBS.	8
Figura 1E. Morfología de un polímero, a) Polímero lineal, b) Polímero ramificado.	8
Figura 1F. Estructura de un polímero, a) Amorfa, b) Cristalina.	9
Figura 1G. Estructura de polímeros según su comportamiento frente al calor, a) Termoplástico, b) Elastómero, c) Termoestable.	10
Figura 1.2. Estructura de un copolímero.	11
Figura 1.3. Copolímero alternado.	12
Figura 1.4. Copolímero al azar.	12
Figura 1.5. Copolímero en bloque.	12
Figura 1.6. Copolímero de injerto.	13
Figura 1.7. Estructura molecular del copolímero tribloque SBS.	14
Figura 1.8. Polímero estireno-butadieno-estireno.	14
Figura 1.9. Material compuesto.	18
Figura 2.1. Cámara de mezclado.	25
Figura 2.A. Compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO₃ con 1 phr.	26
Figura 2.2. Prensa hidráulica.	27
Figura 2.3. Microscopio óptico.	29
Figura 2.4. Equipo análisis termogravimétrico.	30
Figura 2.5. Máquina universal de ensayo.	32
Figura 2.6. Espectrofotómetro de transformada de Fourier.	33

Figura 3.1. Polímero SBS sin partículas de hidroxiapatita con a) lente 5X, b) lente 10X y c) lente 40X.	34
Figura 3.2. Compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO_3 con un lente de 10X y a) 1 phr, b) 5 phr y c) 10 phr.....	35
Figura 3.3. Compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO_3 con un lente de 10X y a) 1 phr, b) 5 phr y c) 10 phr.....	35
Figura 3.4. Compuesto SBS/HAp sintetizado con exceso de PO_4 con un lente de 10X y a) 1 phr, b) 5 phr y c) 10 phr.....	36
Figura 3.5. Comparativa de compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO_3 con una concentración de 10 phr y SBS sin partículas.	37
Figura 3.6. Termograma del compuesto SBS/HAp y SBS sin partículas de hidroxiapatita.	38
Figura 3.7. Gráfico esfuerzo vs deformación de compuesto SBS/HAp.....	39
Figura 3.8. Gráfico correspondiente a compuestos SBS/HAp sintetizados con HNO_3 al 5%.....	45
Figura 3.9. Gráfico correspondiente a compuestos SBS/HAp sintetizados con HNO_3 al 15%.....	46
Figura 3.10. Gráfico correspondiente a compuestos SBS/HAp sintetizados con exceso de PO_4 ...	47

Índice de tablas.

Tabla 2.1. Reactivos empleados en la experimentación.....	22
Tabla 2.2. Matriz experimental para compuestos SBS/HAp.....	24
Tabla 2.3. Condiciones de operación de la prensa hidráulica.....	26
Tabla 2A. Factores y niveles del experimento	27
Tabla 2.4. Resultados de pruebas mecánicas para compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO₃.....	40
Tabla 2.5. Resultados de pruebas mecánicas para compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO₃.....	41
Tabla 2.6. Resultados de pruebas mecánicas para compuesto SBS/HAp sintetizado con exceso de PO₄.	41
Tabla 2.7. Resultados de análisis ANOVA compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO₃.	42
Tabla 2.8. Resultados de análisis ANOVA compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO₃.	43
Tabla 2.9. Resultados de análisis ANOVA compuesto SBS/HAp sintetizado con exceso de PO₄.	43
Tabla 2.10. Hoja técnica del copolímero SOLPRENE 416.	54

Introducción

La hidroxiapatita (HAp) es una molécula cristalina esencialmente compuesta por fósforo y calcio. Esta es considerada como material biológico, ya que constituye cerca del 65 % de la fracción mineral del hueso. ^[1] De manera natural la HAp es un material producido por los seres humanos, siendo el componente principal de los huesos, sin embargo, es posible obtener este material de manera artificial, y producir lo que se conoce como hidroxiapatita sintética.

La hidroxiapatita sintética es un tipo de sustituto óseo compuesto de fosfato y calcio con una estructura similar al componente inorgánico del tejido óseo humano, capaz de integrarse biológicamente en el tejido óseo y no producir una respuesta inmune, no es tóxica y posee una conducta osteoconductiva. ^[2] Además, la hidroxiapatita (HAp) sintética tiene un gran valor e importancia debido a su biocompatibilidad y ha sido investigada para aplicaciones en la reparación ósea y la ingeniería de tejidos, la administración de fármacos y genes, y otras áreas biomédicas.

Uno de los principales motivos que despertó mi interés en querer trabajar en el Instituto Tecnológico de Ciudad Madero y desarrollar esta investigación fue también una de las principales problemáticas que existen en la actualidad, la contaminación, el buscar una posible alternativa para aprovechar un residuo y con el producir un material importante, da un impacto positivo al medio ambiente, y se convierte en un pequeño granito de arena para combatir este problema.

El uso de residuos en la producción de materiales representa una potencial disminución en los costos de manufactura de biomateriales con la ventaja adicional del reciclaje, ayudando a la reducción de polución por residuos. Variados estudios han propuesto la utilización de la cáscara de huevo como fuente de calcio en la preparación de HAp. ^[3,4]

La cáscara de huevo es considerada como un residuo agroindustrial que genera un impacto negativo en el medio ambiente ocasionado por una mala gestión de residuos. Variados estudios han propuesto la utilización de la cáscara de huevo como fuente de calcio en la preparación de HAp. Químicamente, las cáscaras de huevo están formadas por carbonato de calcio (94%).

Esta investigación parte de la obtención de la hidroxiapatita a partir de residuos biológicos, se propone la utilización de cáscara de huevo como fuente de calcio en la preparación de dicho material y a su vez se busca la obtención de un compuesto con el polímero estireno-butadieno-estireno (SBS) e HAp con diferentes concentraciones por el método de fundido en una cámara de mezclado evaluando su comportamiento mecánico, termodegradativo y morfológico.

La obtención de compuestos HAp/SBS con hidroxiapatita sintética a partir de cáscara de huevo es posible que potencialice las propiedades mecánicas, una vez sea comprobada la compatibilidad entre la hidroxiapatita y el SBS.

CAPITULO I. MARCO TEÓRICO

1.1. Antecedentes

Se ha investigado la obtención de la hidroxiapatita sintética mediante diferentes procedimientos químicos y térmicos, logrando obtener resultados favorables respecto a la HAp natural, sin embargo producir hidroxiapatita sintética a partir de residuos orgánicos que puedan generar un material más amigable con el medio ambiente, resulta ser una aportación positiva para la disminución de la contaminación, ya que en la actualidad producir materiales que aprovechen algún residuo es una manera de darle un uso a un desecho y disminuir la contaminación que este genera. Una alternativa que se ha investigado es el uso de cáscara de huevo para la producción de la hidroxiapatita, ya que la cáscara de huevo contiene componentes que se encuentran en la composición de la HAp.

Camacho Díaz y colaboradores, en 2018 realizaron un estudio experimental que obtuvo CaCO_3 a partir de la pulverización de la cáscara de huevo. El carbonato fue titulado con tres concentraciones de ácido nítrico (5, 10 y 15%) y fosfato de amonio. De las mezclas se realizaron pruebas a distintas temperaturas de calcinación (150, 600, 700, 800 y 900 °C) y tiempos de calcinación (2, 4, 8 y 12 h). Se utilizó el análisis de difracción de rayos X para caracterizar la presencia de carbonato de calcio e hidroxiapatita.

Ma. A. Castrejón y colaboradores, en 2020 obtuvieron hidroxiapatita sintetizada con cáscara de huevo para la posterior caracterización de esta, pruebas donde destacan, microscopia electrónica de barrido, con la que se conoce la morfología del material, espectroscopia FTIR, para saber los grupos funcionales presentes en la HAp y espectroscopia Raman, para determinar las fases cristalinas de la muestra.

La preocupación por generar materiales con características amigables con el medio ambiente ha incrementado, lo que ha llevado a generar materiales poliméricos compuestos reforzados con fibras o partículas naturales. Son muchas las ventajas de utilizar refuerzos naturales, desde su renovabilidad, bajo costo, peso ligero y que presentan menor demanda energética para su obtención. [5, 6]

Dichos materiales se fabrican aprovechando residuos orgánicos que no cuentan con un uso específico, y ha sido la principal razón para incitar a los investigadores a experimentar con una serie de materias primas orgánicas como refuerzos, logrando resultados favorables que por lo regular se basan en potencializar las propiedades mecánicas y térmicas de los materiales.

E. Martínez y colaboradores, en 2022 estudiaron el efecto en las propiedades termomecánicas al reforzar el polímero SBS con partículas de coco, con el propósito de generar un material que presente mayor degradabilidad que el polímero SBS sin refuerzo.

C. Castillo y colaboradores, en 2018 plantearon preparar un material compuesto a partir de un copolímero SBS y plumas de pollo, como una alternativa de aprovechar la gran cantidad de proteínas que contiene este desecho y disminuir el impacto de la industria avícola. Trabajaron con el copolímero SBS en dos diferentes estructuras, SBS radial y SBS con estructura lineal, utilizando un agente compatibilizante como lo es el Óxido de Zinc (ZnO) y la queratina de las plumas de pollo, sometiendo dichas plumas a un proceso de lavado y secado. El proceso se llevó a cabo con 3 diferentes concentraciones de queratina (1 phr, 3 phr y 5 phr), a dos diferentes temperaturas y variando la velocidad de mezclado.

A. Bermello y colaboradores, en 2008 investigaron la posibilidad de producir un material compuesto a partir de partículas de bagazo de caña y polietileno como matriz, con el propósito principal de hacer un material que presente mejoras en los tiempos de degradación, para así reducir el impacto de este con el medio ambiente. Se estudiaron diferentes vías de degradación empleando diferentes métodos de preparación y caracterizando las muestras por espectroscopia infrarroja. Dicha investigación arroja resultados no favorables, al no detectar una degradación apreciable de la matriz y las partículas que refuerzan el material.

Es importante mencionar que no existe una investigación que estudie el uso de hidroxiapatita como refuerzo para un material compuesto, esperando resultados positivos de esta experimentación.

1.2. Los polímeros y sus clasificaciones

Existen cadenas formadas por unidades que se repiten continuamente, formando una macromolécula llamada polímero (Figura 1.1). Estas unidades repetitivas se denominan monómeros, es decir, un polímero es una macroestructura formada de monómeros.

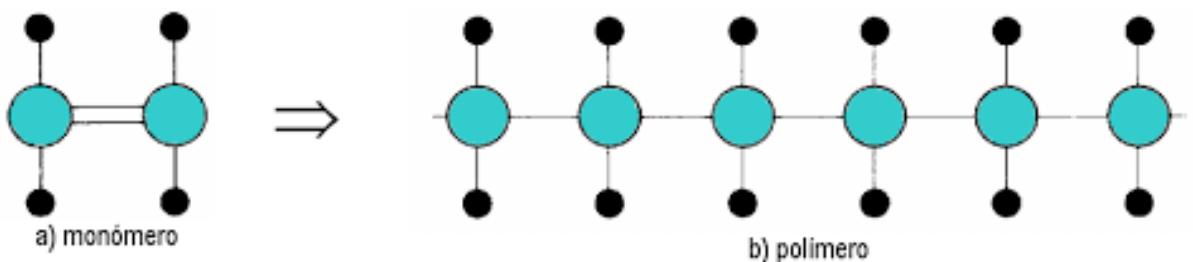


Figura 1.1. Estructura de un polímero.

Los polímeros pueden ser naturales y sintéticos, según su origen, cuando el polímero proviene de la naturaleza se denomina polímero natural, por ejemplo, el caucho, obtenido de un árbol, pero cuando este se obtiene por medio de reacciones químicas y mecanismos de reacción se conoce como polímero sintético, por ejemplo, el poliestireno, el polietileno o el policloruro de vinilo. Los polímeros se pueden clasificar basándose en su síntesis, el tipo de monómero que lo conforma, la morfología presenta, su estructura, así como también puede clasificar por el comportamiento que presente ante la temperatura y a esfuerzos externos.

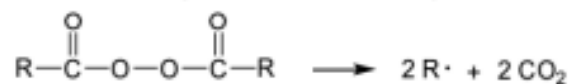
Según el tipo de síntesis, los polímeros se obtienen mediante:

- Polimerización por adición.
- Polimerización por condensación.

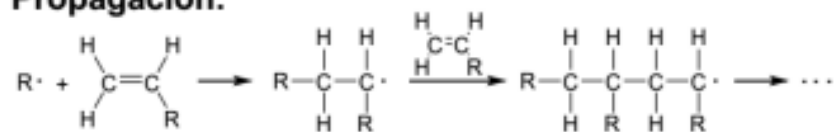
La manera en la que los monómeros se unen para formar un polímero se conoce como polimerización, es decir, el unir los monómeros mediante una reacción química para la formación de un polímero es lo que se conoce como polimerización, según el tipo de reacción que ocurra en la formación del polímero es el tipo de mecanismo que se implementara.

La polimerización por adición también conocida como poliadición, es un mecanismo que se lleva a cabo mediante un reordenamiento de los enlaces del monómero mientras existan electrones libres, se puede presentar por vía radicales libres, por vía catiónica o vía aniónica, esto depende del tipo de iniciador que se use y del tipo de molécula donde ocurre la polimerización, se caracteriza por ser un mecanismo que ocurre en tres etapas (Figura 1A). Iniciación, primera etapa de la reacción, en la que se necesita de un iniciador para activar el proceso de polimerización con ayuda de calor en la mayoría de los casos, para así dar lugar a una ruptura homolítica de los dobles enlaces que dará electrones libres. Propagación, segunda etapa del mecanismo en la cual se produce el crecimiento de la cadena hasta lograr agotar el monómero, en esta etapa pueden generarse ramificaciones. Terminación, etapa en donde se finaliza la reacción de polimerización y en donde el monómero ya se consumió por completo produciendo la unión de extremos de cada cadena en crecimiento con electrón libres.

Iniciación (a partir de, por ejemplo, un peróxido):



Propagación:



Terminación (por acoplamiento, por ejemplo):

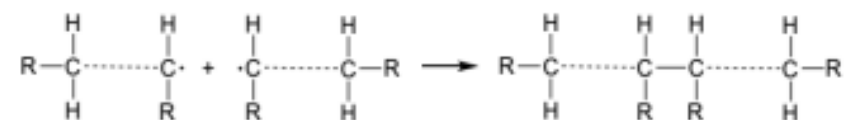


Figura 1A. Mecanismo de reacción en etapas de la polimerización por adición. ^[7]

La polimerización por condensación es un tipo de mecanismo en donde la reacción química sucede por pasos y en la que se necesitan al menos dos monómeros que producirán un subproducto de bajo peso molecular, por ejemplo, el agua. Es importante mencionar que en este tipo de polimerización el monómero no pasa a ser parte completamente de polímero, es decir, a

lo largo de la reacción se pierden átomos presentes en el monómero inicial, esta es una de las principales características y diferencias que tiene la policondensación respecto a la poliadición.

El mecanismo de la policondensación consiste en la unión de dos o más monómeros, formando un polímero que cuenta con solo una parte del monómero y que al reaccionar producen una molécula de bajo peso molecular (Figura 1B).

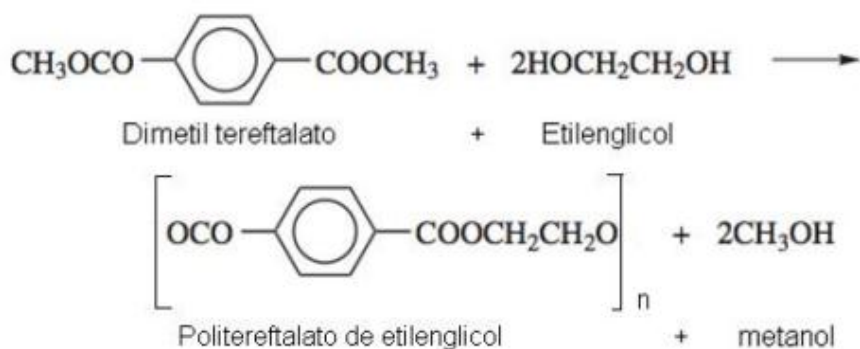


Figura 1B. Ejemplo de mecanismo de polimerización por condensación. [7]

Según el tipo de monómero que conforma:

- Homopolímero.
- Copolímero.

Los polímeros son macromoléculas formadas de unidades repetitivas llamadas monómeros, cuando los monómeros que están en su estructura son del mismo tipo se denominan homopolímeros, por ejemplo, el polietileno (Figura 1C), sin embargo, cuando el polímero tiene dos o más tipos diferentes de monómero en su estructura se conoce como copolímero, por ejemplo, el estireno-butadieno-estireno (SBS) (Figura 1D).

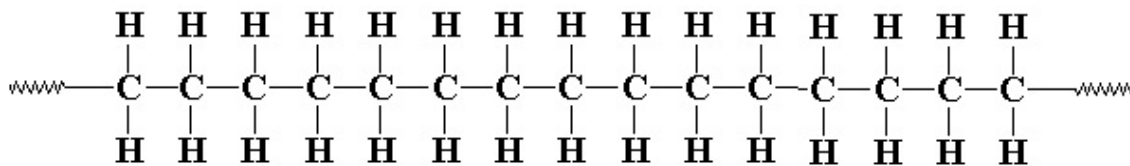


Figura 1C. Estructura del homopolímero polietileno.

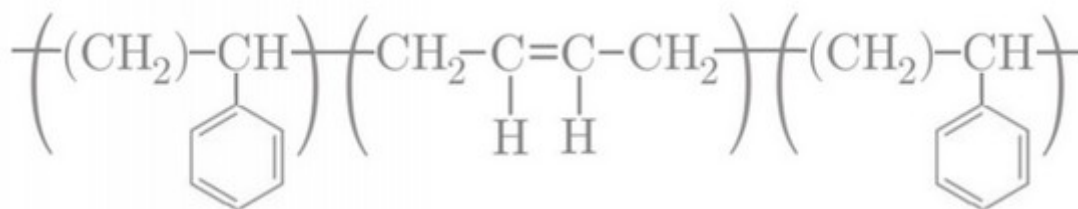


Figura 1D. Estructura del copolímero SBS. [8]

Según la morfología que presenta:

- Lineal.
- Ramificado.

Un polímero en términos generales es una cadena larga de unidades repetitivas, dichas unidades repetitivas al unirse pueden modificar la morfología del polímero. La morfología de un polímero depende de la manera en la que se disponen los monómeros en él y el tipo de cadena que se obtiene determina sus propiedades.

Los polímeros lineales son la forma más simple en la que puede estructurarse un polímero, consta de una cadena en la que se unen todos los monómeros de forma lineal. Los polímeros ramificados se obtienen cuando los monómeros se unen de manera adyacente en una cadena larga, es decir no se unen de manera lineal si no que se unen en cadenas laterales que reciben el nombre de ramas y vuelven la estructura más compleja. Los polímeros ramificados pueden clasificarse según el acomodo de las ramas en la cadena principal, estos pueden ser, reticulados, injertados, isotácticos, sindiotácticos, atácticos, o en estrella. En la Figura 1E se muestra la comparativa entre una morfología lineal (a) y una ramificada (b).

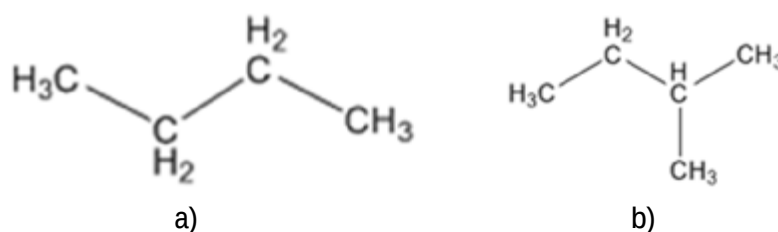


Figura 1E. Morfología de un polímero, a) Polímero lineal. b) Polímero ramificado.

Según su estructura:

- Cristalino.
- Amorfo.

Los polímeros pueden clasificarse de acuerdo con su estructura molecular en cristalinos y amorfos. Los polímeros cristalinos son todos aquellos en los que las moléculas que lo conforman se encuentran en orden en sus tres dimensiones. Este tipo de ordenamiento se presenta cuando el sólido está constituido por moléculas y cadenas pequeñas, ya que cuando las cadenas son muy largas tienden a entrecruzarse y no puede esperarse un orden muy perfecto, sin embargo, cuando el sólido presenta una estructura parcialmente ordenada se dice que es un polímero semicristalino. Por el contrario, los polímeros amorfos no presentan un ordenamiento en su estructura, es decir debido a la irregularidad de su estructura no forma cristales ya que se necesita de un orden en las cadenas del polímero. La Figura 1F muestra el ejemplo de una estructura cristalina y el de una amorfa.

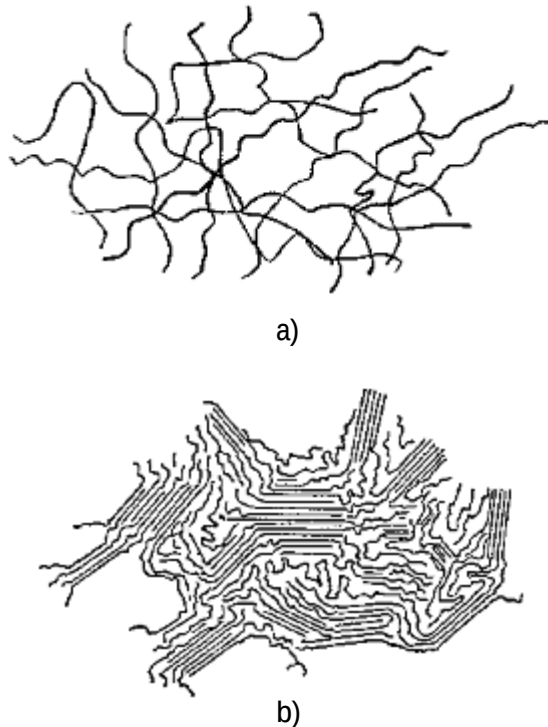


Figura 1F. Estructura de un polímero, a) Amorfa, b) Cristalina.

Según su comportamiento frente al calor:

- Termoplástico.
- Termoestable.
- Elastómero.

Los polímeros termoplásticos, formados por cadenas muy largas enlazadas entre sí, son aquellos capaces de ablandarse al ser elevados a altas temperaturas permitiendo moldearse y tomar una forma diferente a la original, lo que permite que este pueda ser reciclado cuantas veces lo requiera.

Los termoestables, se estructuran como una red de átomos entrelazados fuertemente para formar un sólido rígido, se pueden calentar y moldear solo una vez, no se funden así que soportan altas temperaturas y por ello no pueden ser reciclados.

Los elastómeros, tienen la capacidad de que al ser expuestos a esfuerzos presenten una elasticidad notable, esto al estar formados por moléculas largas que hacen cadenas largas unidas entre sí, capaces de recuperar su forma original después de aplicarles un esfuerzo. La Figura 1G muestra una comparativa estructural entre estos tres tipos de polímeros.

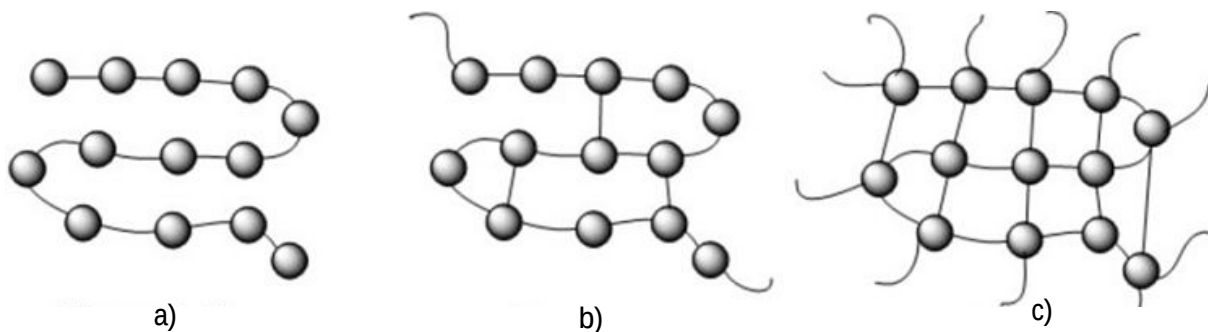


Figura 1G. Estructura de polímeros según su comportamiento frente al calor. a) Termoplástico, b) Elastómero, c) Termoestable.

Los elastómeros termoplásticos son materiales de masa molar finita que mezclan las propiedades de un material termoplástico con la flexibilidad de un elastómero. El claro ejemplo de este tipo de materiales es el SBS, que es un polímero altamente flexible y al mismo tiempo capaz de moldearse y ablandarse al ser expuesto a altas temperaturas.

1.3. Copolímeros

Los polímeros están constituidos por un monómero que se repiten una cantidad infinita de veces en su estructura, sin embargo, cuando dos o más tipos de monómeros forman la estructura del polímero se denomina copolímero, es decir cuando dos o más monómeros forman un polímero, este recibe el nombre de copolímero, véase la Figura 1.2, donde las “A” representan un monómero diferente a “B”. Un ejemplo de copolímero es el estireno-butadieno-estireno (SBS), que está conformado por dos monómeros diferentes.

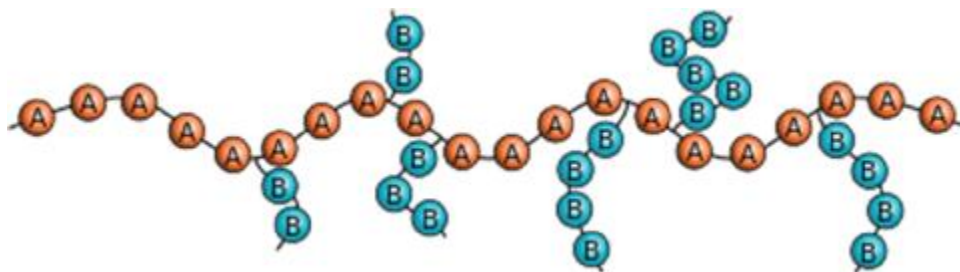


Figura 1.2. Estructura de un copolímero.

1.3.1. Tipos de copolímeros

Un copolímero está constituido por dos o más monómeros, sin embargo, los copolímeros se clasifican según la disposición de dichos monómeros a lo largo de la cadena, estos pueden ser copolímeros alternados, al azar, en bloque y de injerto.

Copolímeros alternados. Son todos aquellos polímeros donde los monómeros se acomodan de manera alternada en la cadena (Figura 1.3).

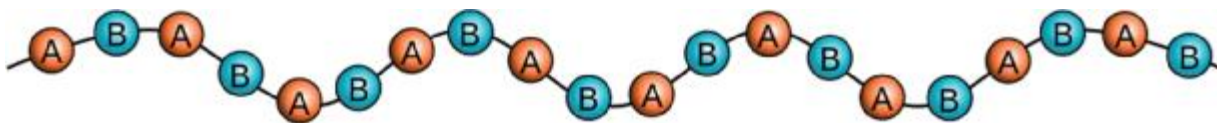


Figura 1.3. Copolímero alternado.

Copolímero al azar. Las unidades repetitivas no respetan ningún orden específico, es decir están ubicados a lo largo de la cadena de manera desordenada sin seguir ningún patrón. Esta disposición es la más común y es el resultado de la reactividad de los monómeros y condiciones de polimerización (Figura 1.4).^[9]

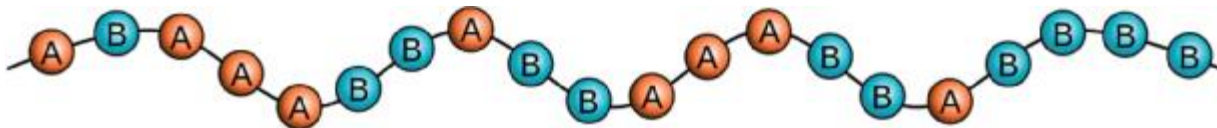


Figura 1.4. Copolímero al azar.

Copolímero en bloque. En este tipo de copolímero los monómeros de un mismo tipo forman agrupaciones, al mismo tiempo que otro tipo de monómero forma una agrupación distinta, a estas agrupaciones se les conoce como bloque. El copolímero se forma al unir dos o más bloques en una cadena lineal alternando las secuencias de manera homogénea (Figura 1.5).

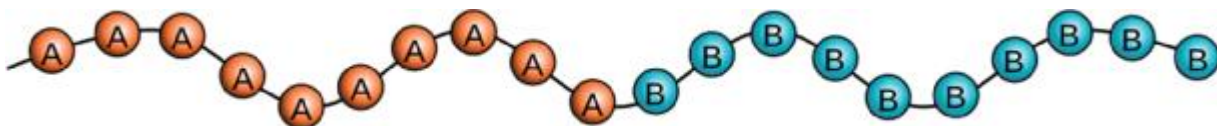


Figura 1.5. Copolímero en bloque.

Copolímero de injerto. Este tipo de polímeros están constituidos por uno o más bloques que se conectan a una cadena principal, dichos bloques son diferentes a la cadena principal y reciben el nombre de ramificaciones (Figura 1.6).

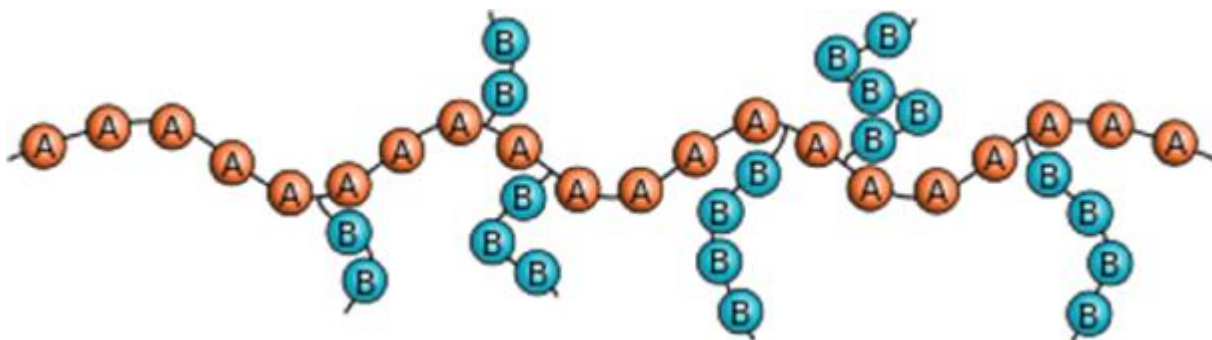


Figura 1.6. Copolímero de injerto.

1.3.2. Copolímero en bloque

El copolímero en bloque es un tipo de polímero que une dos o más agrupaciones del mismo tipo de monómero en una cadena lineal. Los bloques son partes de una macromolécula que está constituida por varias unidades repetitivas y que contienen en ella al menos una característica que no está presente en los demás bloques del copolímero, en este tipo de polímeros, dichos bloques, se estructuran de una manera lineal y siguiendo una secuencia. ^[9]

Al unir dos o más bloques con diferentes características en una serie lineal se produce un copolímero. El polímero estireno-butadieno-estireno (SBS) es un ejemplo de este tipo de macromolécula, ya que, uniendo en una cadena lineal el bloque correspondiente al estireno y el bloque correspondiente al butadieno se produce el polímero.

El copolímero SBS o poli(estireno-b-butadieno-b-estireno) presenta un alto contenido de butadieno a temperatura ambiente, con 70% en peso, este copolímero funciona como elastómero, pero sin requerir vulcanización y presenta una estructura molecular que se muestra en la Figura 1.7. Este elastómero termoplástico se obtiene por síntesis aniónica secuencial, y las cadenas de PB son de alto contenido del isómero 1,4 cis.

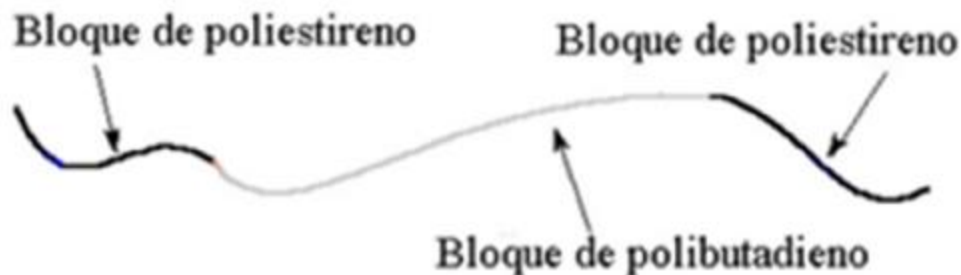


Figura 1.7. Estructura molecular del copolímero tribloque SBS.

1.4. Polímero estireno-butadieno-estireno (SBS)

El estireno-butadieno-estireno (SBS), es un polímero sintético, clasificado como elastómero termoplástico, que se obtiene por un proceso denominado polimerización, que consiste en la unión de estireno y butadieno. El polímero que se obtiene es un caucho de cadena larga formado por 2 monómeros diferentes unidos en bloque constituido por 3 segmentos, véase Figura 1.8.

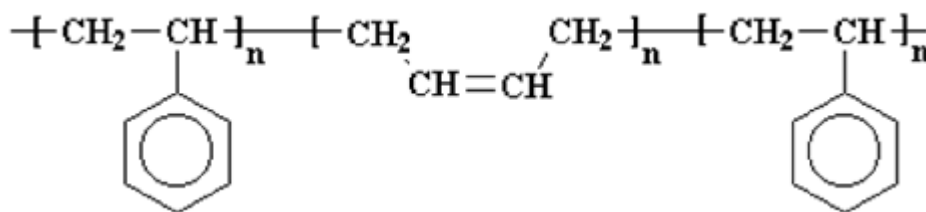


Figura 1.8. Polímero estireno-butadieno-estireno.

El polímero SBS se caracteriza por poseer propiedades mecánicas de un elastómero y al mismo tiempo las capacidades de procesamiento de los termoplásticos, al ser un material con una excelente flexibilidad, buena resistencia a la tracción, excelente comportamiento a bajas temperaturas, fácil procesabilidad y buen coeficiente de fricción superficial.

Todas las características y propiedades mencionadas anteriormente permiten que el SBS sea utilizado ampliamente en diferentes industrias, donde destacan la industria del calzado y la

automovilística, donde trabajar con un material que sea resistente al impacto es de gran utilidad por el tipo de materiales que se producen y el uso que se les da.

Ejemplos específicos de sus aplicaciones:

- Suelas de zapatos.
- Neumáticos.
- Artículos de oficina.
- Adhesivos.
- Modificación de asfaltos.

1.5. Hidroxiapatita

Dentro de la familia de los materiales cerámicos, destacan los derivados del fosfato de calcio, debido a su biocompatibilidad con el cuerpo humano ^[10], entre ellos se encuentra la hidroxiapatita, que puede ser de origen natural o sintética. Presenta cristales cuya morfología de prismas hexagonales, generalmente cortos o tabulares, estos pueden encontrarse incoloros, blancos o en distintas tonalidades de verde.

La hidroxiapatita de manera natural se encuentra en el cuerpo humano, especialmente en los huesos, siendo un componente principal en el tejido óseo, por ellos es considerado un material biológico. Ejemplo de esto es el esmalte que cubre los dientes, en él se encuentra el mineral de la hidroxiapatita, con especificaciones diferentes a la composición ideal, conteniendo iones carbonato, pero menos iones calcio.

El nombre de esta mineral señala la presencia de iones OH^- que acompaña al fosfato, este es poco soluble, por lo que se disuelve en ácidos (el PO_4 y el OH^- reaccionan con H^+). Las bacterias en el caso específico de los dientes logran disolver la hidroxiapatita presente, ya que, estas bacterias al deteriorar los dientes producen ácido láctico, dicho ácido disminuye el pH en la superficie de los dientes hasta un pH menor a 5.5 donde la hidroxiapatita comienza a disolverse.

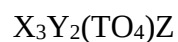
La hidroxiapatita sintética es usada en las áreas de Odontología, Ortopedia, cirugía plástica y cirugía maxilofacial, ya que, al ser compatible con los tejidos del cuerpo humano, es ideal para

la fabricación de prótesis y como relleno de defectos en el tejido óseo provocado por alguna enfermedad como el cáncer. ^[11]

El ser un material compuesto por fosfatos, lo vuelve biocompatible, por lo que le permite ser utilizado como una alternativa para la fabricación de prótesis que tendrán contacto directo con los fluidos corporales, remplazando las prótesis de titanio que elevan su precio considerablemente.

La biocompatibilidad de la hidroxiapatita sintética ha sido implementada en aplicaciones médicas no únicamente por su composición, si no por los resultados obtenidos en experimentaciones, donde, se comprueba que no es un material tóxico, ya que, no provoca inflamaciones o respuesta al cuerpo extraño.

La hidroxiapatita (HAp) pura estequiométrica, está formada por átomos de calcio, fósforo e hidrógeno de acuerdo con la fórmula: $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Se conoce como apatita, debido a que se pueden formar diferentes clases de compuestos con una gran variedad de composiciones con formula general: ^[12]



Donde:

X o Y= Ca, Sr, Ba, Re, Pb, U, Mn, Na.

T=P, As, V, Si, S, C. (CO_3).

Z=F, Cl, OH, y O.

Estas combinaciones hacen que la HAp sea un material atractivo no sólo para el área médica, sino que sus usos se han ido extendido en la industria de catálisis, fertilizantes, farmacéutica y en procesos de tratamiento de aguas residuales.

Cada día, se generan desechos sólidos debido a las actividades humanas; es por eso, que la síntesis verde es un método alternativo, por ejemplo la HAp puede ser obtenida a partir de fuentes naturales, siendo un proceso de síntesis de bajo costo, en comparación de la HAp sintetizada químicamente, donde los parámetros como temperatura, pH y pureza de los reactivos iniciales son fundamentales y deben ser constantemente controlados para obtener HAp

estequiométrica de alta calidad, elevando los costos y tiempo requerido en su síntesis. ^[12] Sin embargo, las fuentes naturales cumplen dos funciones básicas; ahorro económico y reducción de desechos, por ejemplo, México ocupa el 4to lugar a nivel mundial en producción de huevo, se calcula que se procesan alrededor de 45 mil millones de huevos, se tiene el consumo de huevo per cápita más alto en el mundo, con un consumo promedio de 345 huevos por persona cada año, casi 1 huevo diario. ^[13]

La cáscara del huevo, está compuesta por carbonato de calcio (94%), fosfato de calcio (1%) y trazas de otros minerales (1%), al ser calcinada se obtiene CaO_3 que es empleado como precursor de calcio en la síntesis y se le adiciona una solución de fosfato de calcio ($Ca_3(PO_4)_2$) donde las cantidades utilizadas no son perjudiciales para el medio ambiente y se obtiene una HAp de alta calidad, en este trabajo se reporta la síntesis de la hidroxiapatita a partir del reciclaje del cascaron de huevo, se impregnaron los fosfatos con ácido nítrico.

1.6. Materiales compuestos

Se entiende por material compuesto, a todo aquel material que surge de una combinación de dos o más materiales que no cuentan con las mismas propiedades químicas y físicas. Por lo general se producen con la finalidad de obtener un material mejorado, esto presentando mejores propiedades mecánicas, menores costos de producción, mejoras en el comportamiento térmico, y hasta menores impactos negativos en el medio ambiente. Todo esto, se genera gracias a la combinación de los componentes del material compuesto y sus características por separado.

El material compuesto, posee propiedades y características mejores que la de los materiales que lo componen por separado, esto ya que, al unir dos materiales o más con diferentes características, producirán uno que presentara mejoras como, resistencia al impacto, mayor elasticidad, mayor durabilidad o simplemente puede ser más ligero. El diseñar un material compuesto siempre tendrá la finalidad de crear un nuevo material que se caracterice por una propiedad mejorada específica y con base a esta propiedad darle un uso específico.

Los materiales compuestos están formados por fases, una denominada matriz y otra que se conoce como refuerzo tal como se muestra en la Figura 1.9, donde el cubo representa la matriz

y los puntos rojos el refuerzo. La matriz es una fase continua que le proporciona al material la resistencia térmica y ambiental, por otro lado, el refuerzo es la fase dispersa y proporciona las propiedades mecánicas al material.

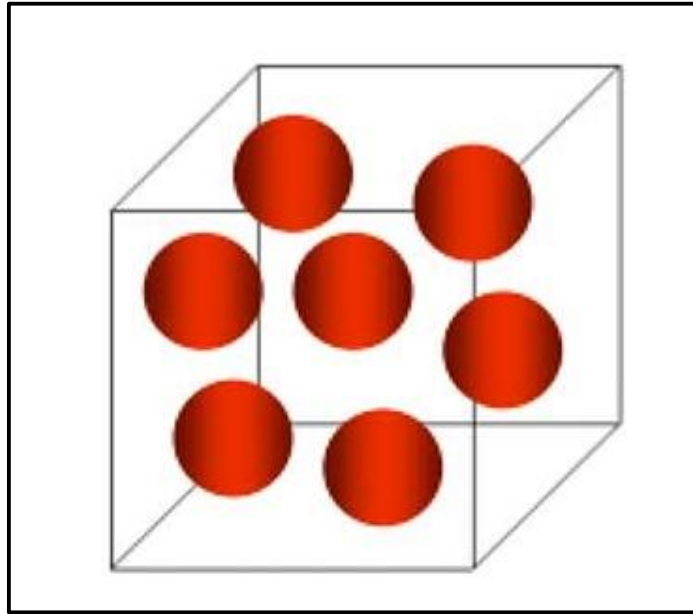


Figura 1.9. Material compuesto.

La matriz se puede presentar en tres tipos diferentes.

- Matriz metálica.
- Matriz cerámica.
- Matriz polimérica.

Los materiales compuestos por una matriz metálica son todos aquellos que incluyen un metal en su composición, como, por ejemplo, aluminio, magnesio o cobre, caracterizados por soportar temperaturas elevadas, así como también, se ha demostrado que presentan una buena rigidez y tenacidad a la fractura.

Por otro lado, los materiales compuestos de matrices cerámicas se obtienen a partir de materiales cerámicos, por ejemplo, el carburo de silicio, sin embargo, no es lo mismo que un material

cerámico tradicional. La matriz cerámica le proporciona al material compuesto mejores propiedades mecánicas respecto a un material cerámico tradicional, sin embargo, presenta una baja conductividad térmica y eléctrica.

La matriz polimérica, hace referencia a el uso de un polímero, lo que hace que la matriz se pueda clasificar en 3 partes, ya que puede ser una matriz polimérica termoplástica, termoestable o elastómera. Estos materiales presentan excelente resistencia a la corrosión y agentes químicos.

Cuando se habla de una matriz termoplástica, se hace referencia a todo aquel polímero capaz de moldearse cuantas veces se requiera al ser calentado, como lo son, el polipropileno y el polietileno, por el contrario, una matriz termoestable se basa en un polímero con una disposición permanente, es decir, que no puede moldear al ser elevado a altas temperaturas, ejemplos de ello son las poliamidas y poliésteres. La matriz elastómera cuenta con una característica que la identifica, estas son altamente elásticas y resistentes al esfuerzo, por ello este tipo de matrices son usadas en neumáticos.

A sí mismo, los refuerzos pueden estar en tres tipos.

- Partículas.
- Fibras.
- Láminas.

Las partículas, tienden a ser el componente del material compuesto que estará disperso en la matriz, son utilizadas cuando se pretende obtener un material con una resistencia considerable, ya que las partículas suelen adicionarse fuertemente con la matriz produciendo un material resistente y mejorando sus propiedades mecánicas.

Las fibras, son otra forma de adicionar un refuerzo a la matriz, introducir fibras fuertes, rígidas y frágiles a una matriz blanda y dúctil, permite que el material presente una mejora en la relación resistencia/peso.

A sí mismo, los materiales compuestos también pueden estar reforzados por un número finito de láminas, todas ellas en diferentes orientaciones, y que al estar dispersas en la matriz forman un material.

Las aplicaciones actuales exigen materiales de baja densidad y buenas propiedades mecánicas (elevada rigidez y resistencia). Esta combinación de propiedades no se puede conseguir con los materiales convencionales: metales, polímeros y cerámicos. El desarrollo de los materiales compuestos ha permitido la mejora de las propiedades de los materiales. ^[14]

Ventajas que presentan los materiales compuestos.

- § Alta resistencia específica (resistencia/densidad) y rigidez específica (rigidez/densidad).
- § Posibilidad de adaptar el material al esfuerzo requerido gracias a la anisotropía.
- § Versatilidad en el diseño de formas complicadas.

Limitaciones que presentan los materiales compuestos.

- § Necesidad de un control riguroso de la fabricación ya que las propiedades del material dependen del método empleado.
- § Elevados precios de las matrices y fibras.
- § Reducción de la ductilidad de los materiales.

1.7. Compuesto SBS/HAp

Un material compuesto necesita una matriz y un refuerzo. La matriz y el refuerzo se complementan para lograr producir un material que sea mucho mejor que ambas partes por separado, que presente mejores propiedades mecánicas, mejores comportamientos frente a la temperatura, entre otras mejoras posibles a presentar, es decir se busca producir un material que sea el resultado de mezclar componentes y sus propiedades para generar características mejoradas y así se pueda extender la lista de aplicaciones que tienen dichos componentes por separado.

El polímero SBS se caracteriza por su excelente comportamiento a las pruebas mecánicas, debido a las propiedades que lo identifican como elastómero, es por esto por lo que, se selecciona el SBS como la matriz del material compuesto a obtener en la presente investigación. Se opta por reforzar dicho polímero con partículas de un material obtenido previamente a partir

de un residuo orgánico, es así como se obtiene el material SBS reforzado con partículas de hidroxiapatita a partir de la cáscara de huevo.

El compuesto SBS/HAp obtenido está formado por una matriz de tipo polimérica y un refuerzo en forma de partículas, la matriz en este caso es el polímero estireno – butadieno – estireno, que le dará al material la resistencia térmica y ambiental. Por otro lado, el refuerzo son las partículas de hidroxiapatita obtenidas a partir de la cáscara de huevo, y le proporcionaran al material las propiedades mecánicas.

Con la obtención de este compuesto, se espera que el refuerzo utilizado potencialice las propiedades del SBS, ya que, el utilizar partículas como refuerzo es más efectivo para mejorar las propiedades mecánicas del material al lograr una mejor dispersión en la matriz polimérica disminuyendo el tamaño o incrementando el contenido de estas. ^[15]

CAPÍTULO II. METODOLOGÍA

2.1. Reactivos

Para la realización de la experimentación se emplearon los reactivos enlistados en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1. Reactivos empleados en la experimentación.

Reactivo	Nomenclatura	Marca	Pureza
Fosfato de amonio	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	Fermont	98%
Ácido nítrico	HNO_3	Fermont	70%
Hidróxido de amonio	NH_4OH	Fermont	30%

2.2. Síntesis de hidroxiapatita a partir de cáscara de huevo.

Existe una investigación previa a esta donde se explica detalladamente la síntesis de la hidroxiapatita a partir de la cáscara de huevo, es por esto por lo que, en el presente trabajo se explica de manera resumida lo que le compete a la síntesis y primer parte del proyecto.

Obtención de hidroxiapatita a partir de la cáscara de huevo. Se inició recolectando, lavando y secando durante 24 horas a 60°C la cáscara de huevo. Una vez teniendo la cáscara seca, se llevó a un molino BioloMix multifuncional GRINDER hasta obtener un tamaño de partícula uniforme. Una vez obtenido el polvo se tamizó hasta obtener un tamaño específico de partícula (53 μm). Posteriormente se desarrolló el proceso de síntesis para la obtención de la hidroxiapatita. Donde se realizaron tres variantes en el tratamiento químico para la obtención de la hidroxiapatita a lo largo de toda la investigación.

Tratamiento químico

Experimentación 1. (Solución de HNO_3 al 5%).

En un matraz de precipitado de 1 lt se adicionaron 74.8 ml de agua destilada, 12 gramos de cáscara de huevo (53 μm) y 5.03 gramos de fosfato de amonio, ^[16] dicho matraz se colocó en una parrilla de calentamiento a 40°C y 150 rpm de agitación controlada, se acondicionó la

recepción de la solución del ácido nítrico al 5% adicionándose de manera continua gota a gota al matraz, por medio de una bureta graduada, generando un efecto de efervescencia en el vaso de precipitado, la adición de la solución de HNO_3 al 5% continuo hasta dejar de observar la emisión de la efervescencia generada por la liberación del dióxido de carbono obtenida como producto de la reacción química. Al término de la reacción se midió el pH y se ajustó hasta un pH de 9.

Experimentación 2. (Solución de HNO_3 al 15%).

Esta síntesis se desarrolló de la misma forma que en la experimentación 1, donde la variante que se estableció fue la concentración de la solución de HNO_3 al 15%. Al término de la reacción, la cual se definió al no percibir efervescencia en el sistema, se procede al ajuste del pH en la solución hasta un valor de 9.

Experimentación 3. (Solución exceso de fosfato).

Para la síntesis con la variante de exceso de fosfato de amonio, se pesaron 12 gramos de las partículas de cáscara de huevo (53 μm) y 10.03 gramos de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, y se adicionaron a un matraz Erlenmeyer junto con 74.8 mililitros de agua destilada, el sistema se colocó en una parrilla a 40°C y 150 rpm, posteriormente se acondicionó la adición de 11.24 mililitros de ácido nítrico al 15% por medio de una bureta graduada generando el proceso de adición gota a gota hasta dejar de observar la efervescencia en el sistema, producto de la liberación de CO_2 generada en la reacción química. Se midió el pH y se ajustó con la adición de hidróxido de amonio hasta llegar a un pH de 9.

Cada una de las experimentaciones antes descritas fueron completadas con un proceso posterior donde, se filtraron y se lavaron con agua destilada las muestras para recuperar los diferentes precipitados generados en cada una de las reacciones químicas antes descritas. Posteriormente se realizó un proceso de secado en una estufa red LINDER durante 24 horas a 60°C. Por último, se redujo el tamaño de partícula de la muestra con un mortero de porcelana hasta obtener un polvo fino blanco.

Tratamiento térmico.

Para el proceso del tratamiento térmico en la obtención de la hidroxiapatita, se colocaron las diferentes muestras obtenidas en la experimentación 1,2 y 3, estos materiales en condición de polvo se colocaron en canoas de cuarzo y se calcinaron en un horno OFT-1200X, a una rampa isotérmica establecida de la siguiente manera:

Se parte de condición ambiental y se lleva a 450°C en un periodo de tiempo de 170 minutos, se mantiene en esa temperatura por un periodo de 30 minutos, posteriormente se lleva a 800°C en un periodo de 140 minutos y se mantiene a 800°C por un periodo de 240 minutos, terminando el proceso de sinterización hasta el enfriamiento del sistema. La combinación del proceso químico y térmico define la obtención de la hidroxiapatita.

2.3. Obtención de compuestos SBS/HAp

Para la obtención de los compuestos SBS/HAp se da inicio con el establecimiento de la matriz variando la concentración de la hidroxiapatita obtenida en las tres diferentes experimentaciones y manteniendo constante la base polimérica, en este proyecto se definen tres niveles de concentración de las partículas de la HAp en unidades de phr (partes por cien de hule) (Tabla 2.2).

Tabla 2.2. Matriz experimental para compuestos SBS/HAp.

Materiales	Formulaciones			
	1	2	3	4
SBS	100	100	100	100
HAp	0	1	5	15

Los compuestos se obtuvieron por el proceso de fundido en una cámara de mezclado marca Brabender, intelli-torque (Figura 2.1), la cual trabaja con un peso máximo de mezclado de 56 gramos. Se peso la cantidad necesaria en gramos del polímero SBS y del polvo hidroxiapatita de las 3 experimentaciones, todo esto basándose en las concentraciones en phr de cada

compuesto. Se opero la cámara de mezclado Brabender, intelli-torque a una temperatura de 130°C a una velocidad de 60 rpm por 15 minutos, estas condiciones se definieron en previas experimentaciones hasta asegurarse que el compuesto obtenido se haya mezclado completamente.



Figura 2.1. Cámara de mezclado.

Una vez que se obtuvo el compuesto (Figura 2A), se realizó por medio de un proceso de compresión, placas del compuesto con un espesor constante que permitieron la realización de pruebas de caracterización mecánica, esto se desarrolló en una prensa hidráulica marca Dake (Figura 2.2), dividiendo y dispersando el compuesto en pequeñas piezas que se distribuyeron en el molde seleccionado para la obtención de la placa de compuesto. Para la obtención del espesor

deseado en la placa se estableció una metodología de prensado con las siguientes condiciones de trabajo (Tabla 2.3).

Tabla 2.3. Condiciones de operación de la prensa hidráulica.

Presión de compresión (Ton)	Minutos
0	5
5	2
10	2
15	2



Figura 2A. Compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO₃ con 1 phr.

El resultado obtenido en la prensa Dake fueron placas con un espesor de 3 mm, las cuales fueron suajadas de acuerdo con la metodología ASTM D412, para la obtención de probetas, las cuales

posteriormente se midieron para la caracterización de las propiedades mecánicas de los diferentes compuestos.

Las probetas obtenidas del procedimiento se elaboraron con una matriz polimérica de SBS y reforzada con partículas de HAp, los factores y niveles considerados para esta investigación se muestran en la Tabla 2A.



Figura 2.2. Prensa hidráulica.

Tabla 2A. Factores y niveles del experimento.

Factores	Niveles	Variables de salida
Concentración	1 phr, 5 phr, 10 phr	Máxima carga, módulo de elasticidad, tracción, fluencia

2.4. Técnicas de caracterización

La caracterización de los materiales es el procedimiento por el cual se analizan, estudian e investigan las propiedades morfológicas y funcionales de una muestra mediante pruebas de caracterización. Las pruebas de caracterización nos dan información sobre una muestra acerca de cosas que no se conocen del material, por ejemplo, sus propiedades mecánicas, su comportamiento frente a la temperatura, su composición, etc., dicha información es de utilidad para considerar las aplicaciones en las que se puede implementar el material que se está estudiando.

2.4.1. Microscopía óptica

La microscopia óptica es una técnica de caracterización utilizada para muestras en las que se quiere conocer la microestructura de dicha muestra. En ella se analizan muestras de tamaños reducidos, buscando ampliar su imagen para posteriormente ser analizada. El equipo que se emplea es un microscopio óptico que trabaja direccionando rayos de luz que iluminan y visualizan la muestra, para así, aumentar la imagen con ayuda de un sistema de lentes, dando como resultado una imagen que muestra la morfología del material aumentando su tamaño y logrando que cada uno de sus detalles sean visibles al ojo humano. La técnica de contraste de fases aprovecha las diferencias en el índice de refracción entre las diferentes partes de una muestra para generar una imagen con contraste que permita ver detalles que de otra manera no serían visibles.

El microscopio es capaz de ajustar el enfoque, la luz y la dirección de la muestra, permitiendo encontrar la posición más favorable, que es donde se puede visualizar la interfase de la muestra de una manera más homogénea. Para la investigación se usó un microscopio óptico ZEISS Axio Lab. A1 (Figura 2.3) con lentes de 5, 10 y 40 aumentos, software utilizado en el procesado de las imágenes.



Figura 2.3. Microscopio óptico.

2.4.2. Análisis termogravimétrico (TGA)

Uno de los objetivos principales de la investigación es conocer las mejoras que la hidroxiapatita logra con el SBS comparado con dicho polímero sin refuerzo. El análisis TGA es un análisis que permite observar el comportamiento de una muestra frente a cambios de temperatura, es decir, proporciona información del comportamiento térmico del material, por ejemplo, la temperatura de degradación y de fusión, información que permite ver si el compuesto presenta mejoras al ser expuesto a temperaturas altas o no, comparado con el SBS sin refuerzo.

Este análisis térmico consiste en medir la masa perdida de la muestra cuando esta es expuesta a cambios controlados de temperatura, esto midiendo el peso de la muestra mientras se va aumentando la temperatura del sistema moderadamente.

El resultado de este análisis se obtiene mediante curvas termogravimétricas, que conforman un gráfico llamado termograma, en él se muestra el porcentaje en peso de la muestra a lo largo del análisis y la temperatura a la que se sometió dicha muestra.

El compuesto obtenido de esta experimentación se analizó por análisis termogravimétrico, utilizando un analizador simultaneo TGA/DSC marca TA instruments modelo STD Q600 (Figura 2.4).



Figura 2.4. Equipo análisis termogravimétrico.

2.4.3. Pruebas tensiles

Las pruebas tensiles nos dan información de las propiedades mecánicas del material. Para la presente experimentación, realizar pruebas de caracterización que nos den información del comportamiento mecánico de los compuestos es de suma importancia, ya que, se busca comprobar que el reforzar SBS con partículas de hidroxiapatita potencializa las propiedades mecánicas del SBS sin refuerzo, convirtiéndolo en un material más resistente.

La prueba empleada en la investigación analiza las muestras como probetas, probetas que deben estar previamente suajadas para evitar defectos y por consecuencia errores en el análisis, así como también deben cumplir con ciertas especificaciones, como lo son la longitud y el grosor.

El ensayo consiste en someter la muestra a un esfuerzo de tracción, es decir, sujetar la probeta y estirla aplicando una fuerza hasta llegar al punto de ruptura, dando como resultado datos como la resistencia a la ruptura, la elasticidad y la deformación del material, con esto se determina la capacidad que tiene el material para soportar esfuerzos aplicados sobre él.

Se realizó la prueba utilizando una maquina universal de ensayo marca INSTRON modelo 5982 (Figura 2.5), con una celda de 100 kN a temperatura controlada. Se analizaron 5 probetas para cada prueba suajadas de acuerdo con la norma ASTM D412 y excluyendo todas las probetas defectuosas.



Figura 2.5. Máquina universal de ensayo.

2.4.4. Espectroscopía infrarroja transformada de Fourier (FTIR).

La espectroscopia infrarroja transformada de Fourier es una técnica de caracterización que permite cuantificar e identificar componentes mediante grupos funcionales de una muestra, esto mediante espectros que son el resultado del análisis.

El equipo funciona emitiendo un haz de luz que atraviesa la muestra a analizar, dicha muestra absorbe parte de esa energía y deja pasar la otra parte que es recibida por un detector que envía la información a un ordenador, en el ordenador se procesa toda la información recibida y se genera un espectro.

Se llevo a cabo el análisis con un espectrofotómetro de Transformada de Fourier Perkin Elmer (Figura 2.6), con un accesorio ATR, en el que se analizaron 3 muestras de 3 variantes diferentes.



Figura 2.6. Espectrofotómetro de transformada de Fourier.

CAPÍTULO III. RESULTADOS

3.1. Microscopía óptica

Para estudiar la interfase de los compuestos SBS/HAp se realizó un análisis mediante microscopía óptica, donde se hace una interpretación visual en función a la textura de la superficie. En la Figura 3.1 se muestra el polímero SBS sin partículas de hidroxiapatita, con la finalidad de tener una referencia. El análisis se llevó a cabo con 3 diferentes aumentos en el lente 5X (Figura 3.1 a), 10X (Figura 3.1 b) y 40X (Figura 3.1 c), se observan huecos y partículas que no corresponden a la hidroxiapatita, por lo que son defectos propios del polímero, estas irregularidades de la superficie podría ser aire atrapado causado por la temperatura de prensado o el tiempo de prensado, sin embargo, la metodología de prensado que se utilizó fue la óptima para todas las mezclas.

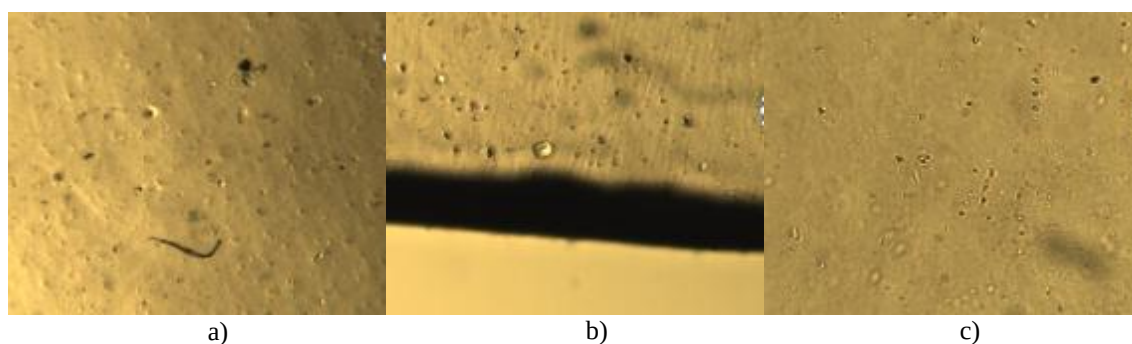


Figura 3.1. Polímero SBS sin partículas de hidroxiapatita, a) Lente 5X. b) Lente 10X. c) Lente 40X.

En la Figura 3.2 se muestra el compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO_3 . Se llevó a cabo la prueba con un aumento en el lente de 10X. Se analizaron las 3 diferentes concentraciones de el compuesto, 1 phr (Figura 3.2 a), 5 phr (Figura 3.2 b) y 10 phr (Figura 3.2 c), en este compuesto se observa que las partículas agregadas de hidroxiapatita generan aglomeraciones de forma heterogénea que van disminuyendo conforme se aumenta la concentración del compuesto, así como también se visualiza una morfología porosa, donde, se aprecia que, a medida que aumenta la concentración, aumenta la porosidad del compuesto. Otros autores (Enríquez Pérez y col. 2022) reportan la morfología de la HAp como una morfología porosa, con agregados cristalinos

sin orden, que al aumentar la concentración existe un cambio en la distribución, es decir en la separación entre los aglomerados. Se aprecia una morfología con las mismas características a las reportadas en bibliografía.

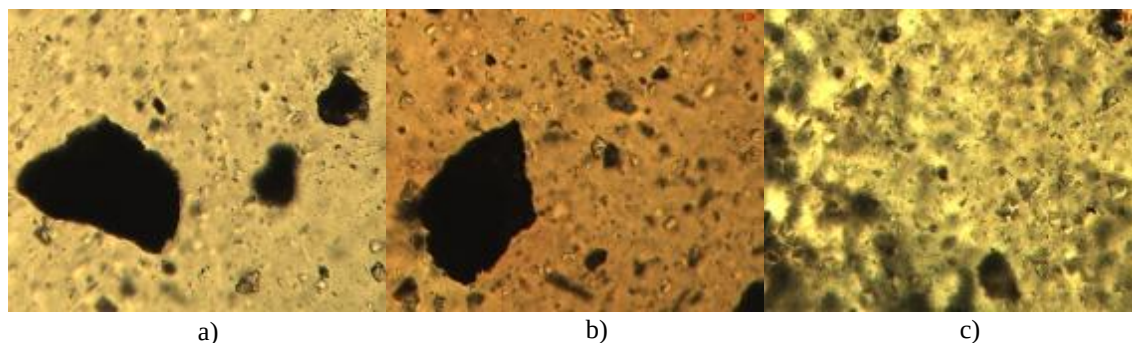


Figura 3.2. Compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO_3 con un lente de 10X, a) 1 phr. b) 5 phr. c) 10 phr.

En la Figura 3.3 se muestra el compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO_3 , donde, de igual forma que en el compuesto sintetizado al 5% de HNO_3 , se aprecia una morfología porosa generando aglomeraciones sin orden con un tamaño más homogéneo. El análisis se llevó a cabo con un aumento en el lente de 10X. Se analizaron las 3 diferentes concentraciones de el compuesto, 1 phr (Figura 3.3 a), 5 phr (Figura 3.3 b) y 10 phr (Figura 3.3 c), observando que, a mayor concentración, menos espacio entre los aglomerados. De manera general se demuestra que la morfología de la HAp es irregular, con aglomeraciones bien definidas y con superficies porosas (Sequeda y col. 2012).

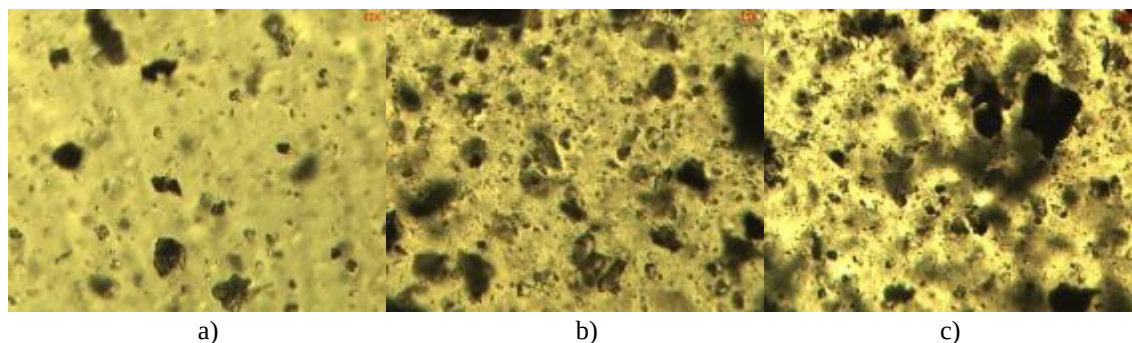


Figura 3.3. Compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO_3 con un lente de 10X, a) 1 phr. b) 5 phr. c) 10 phr.

En la Figura 3.4 se muestra el compuesto SBS/HAp sintetizado con exceso de PO_4 , donde se observa una disminución en el tamaño de los aglomerados comparados con los de la Figura 3.2.

Se analizaron las 3 diferentes concentraciones de el compuesto, 1 phr (Figura 3.4 a), 5 phr (Figura 3.4 b) y 10 phr (Figura 3.4 c), y se logra apreciar cambios en las tonalidades del compuesto a medida que aumenta la concentración.

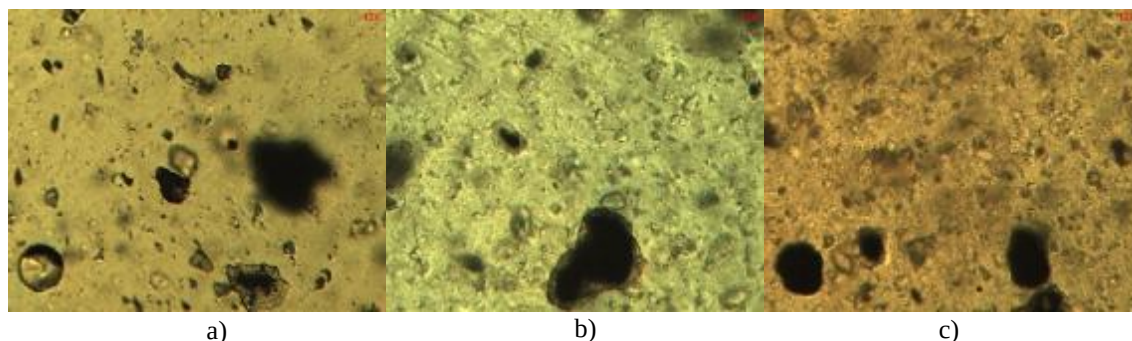


Figura 3.4. Compuesto SBS/HAp sintetizado con exceso de PO_4 con un lente de 10X, a) 1 phr. b) 5 phr. c) 10 phr.

3.2. Análisis termogravimétrico (TGA)

Con la finalidad de conocer el comportamiento térmico del compuesto SBS/HAp, se sometió una muestra de dicho compuesto a un análisis termogravimétrico, en el cual se analiza la pérdida de masa que sufre el material a medida que aumenta la temperatura.

La Figura 3.5, muestra la pérdida de peso de los materiales con respecto a la temperatura, la degradación de la descomposición de los compuestos en todas las concentraciones es muy similar, por lo que solo se presenta la comparación de la referencia del SBS y el compuesto con mayor concentración que es el sintetizado al 15% de HNO_3 con 10phr, en la que se empieza a observar una pérdida de material a los 180°C , esto concuerda con lo reportado por Fragoso y col. 2018.

Se observa que el compuesto no presenta una mejora en la degradación térmica del SBS, sin embargo, en la zona del residuo se presenta un aumento de este debido principalmente a la composición inorgánica de la HAp la cual no se degrada en ese rango de temperatura en comparación con la referencia.

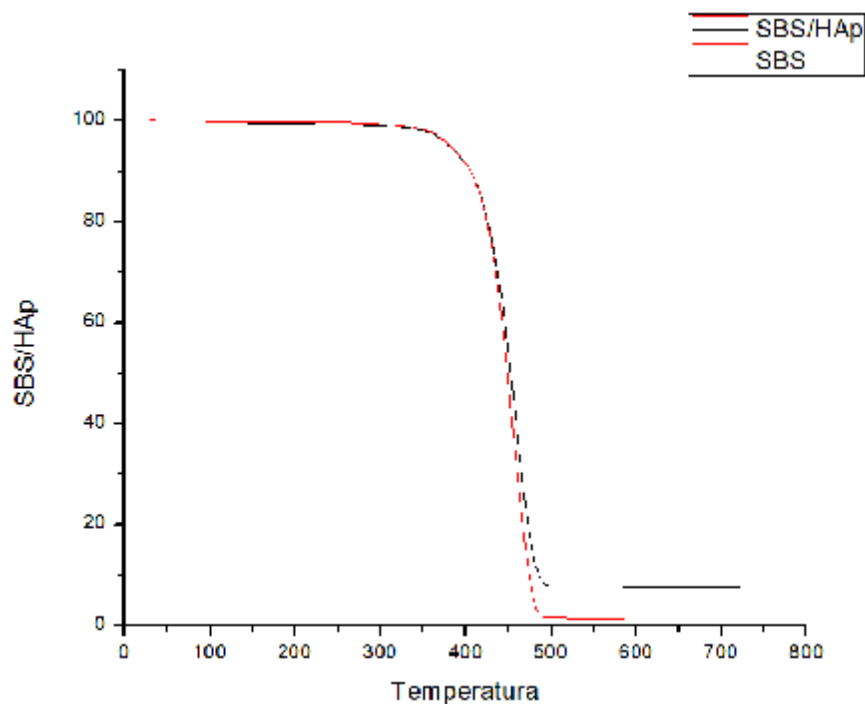


Figura 3.5. Comparativa de compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO_3 con una concentración de 10 phr y SBS sin partículas.

El análisis muestra que la muestra presenta una descomposición a partir de los 325°C hasta los 530°C y que esta presenta una pérdida de peso de manera gradual. Se estima que el SBS sin partículas empieza a descomponerse a una temperatura de 350°C, de acuerdo con lo estudiado por Martínez Reyes y col. 2022. La Figura 3.6 muestra la temperatura de degradación del compuesto sintetizado al 15% de HNO_3 con 10phr y la referencia, donde se aprecia el inicio de la temperatura de degradación que inicia a 330°C y ambos materiales presentan una temperatura de descomposición máxima correspondiente a los 459.71°C.

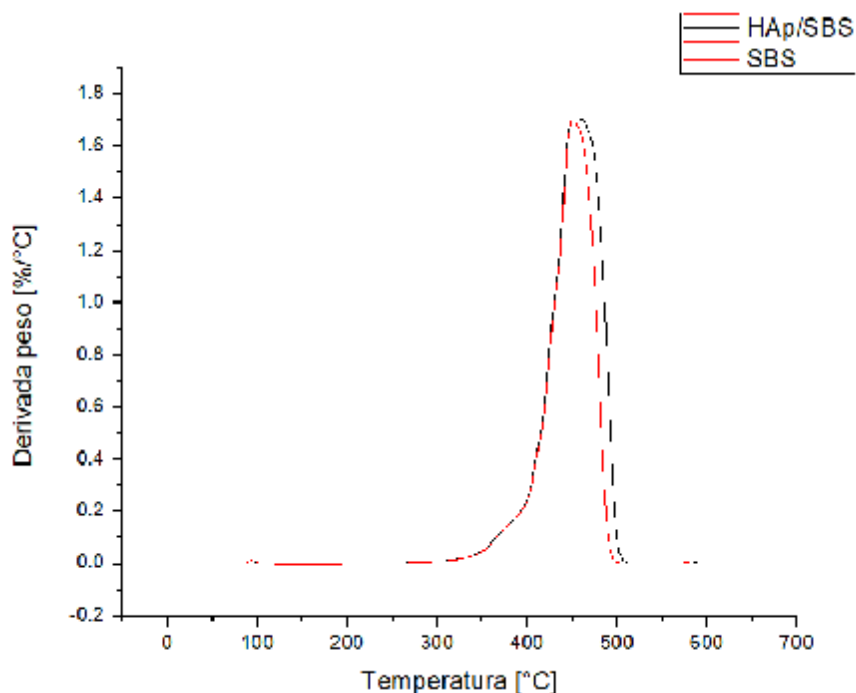


Figura 3.6. Termograma del compuesto SBS/HAp y SBS sin partículas de hidroxiapatita.

3.3. Pruebas tensiles

A manera de determinar si se logró el objetivo principal del proyecto, el cual consiste en potencializar las propiedades mecánicas del polímero, se realizaron las pruebas para evaluar las propiedades mecánicas del compuesto SBS/HAp a una máquina universal de ensayo, en la cual se sometió a un esfuerzo determinado para así obtener información sobre la resistencia y elasticidad que tiene el compuesto obtenido. Gallegos y col. 2013 observaron que la hidroxiapatita, aunque se trabaje en combinación con otro material, va a presentar un comportamiento cerámico, y que tanto el módulo de Young y la resistencia a la compresión van a disminuir conforme aumente la porosidad.

En la Figura 3.7 se muestra el grafico con el esfuerzo aplicado y la deformación que presentaron los compuestos de las tres diferentes variantes, así como la referencia que corresponde al polímero sin partículas de hidroxiapatita, observando un gran esfuerzo a la ruptura en el

compuesto sintetizado al 5% de HNO_3 , inclusive por encima del polímero sin partículas, dicha variante presenta una porosidad notoria en su morfología.

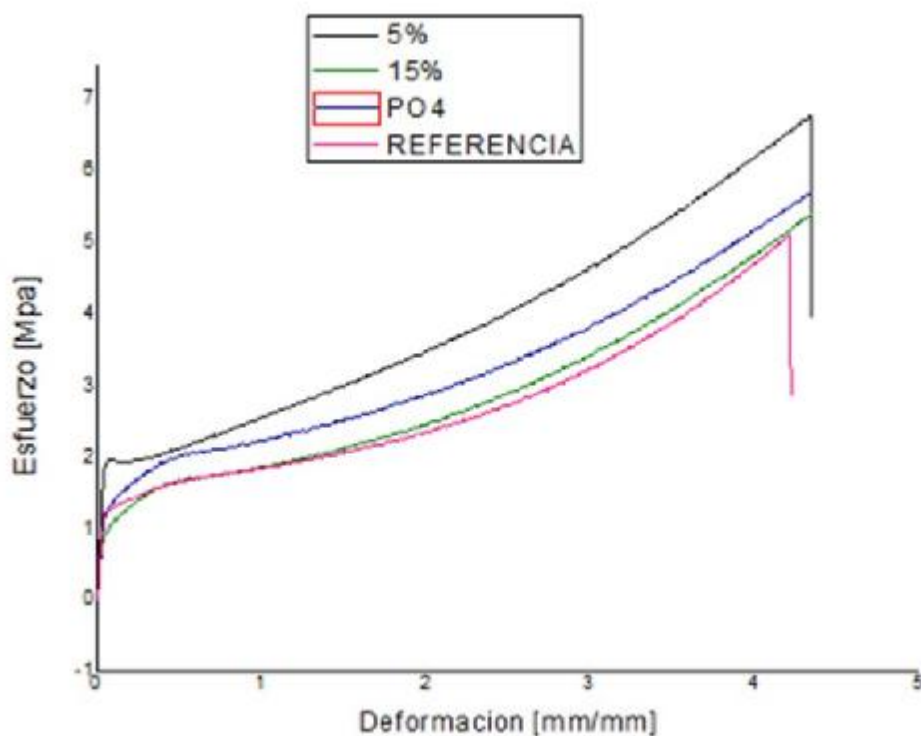


Figura 3.7. Gráfico esfuerzo vs deformación de compuesto SBS/HAp.

Por otro lado, se obtuvo información como la carga máxima aplicada en el ensayo, el módulo de Young, carga a la fluencia y deformación por tracción, que representan el aumento en la longitud de la muestra, así como la deformación de la misma. Los valores obtenidos de las 6 muestras que se analizaron fueron representados por el resultado del análisis estadístico de 6 repeticiones mostrando la media de todos los datos y estableciendo la desviación estándar que resulto de cada serie de análisis, los resultados se presentan tabulados y clasificados según la propiedad y concentración de cada compuesto, en la Tabla 2.4 se muestran los resultados correspondientes al compuesto sintetizado al 5% de HNO_3 , así como en la tabla 2.5 se presentan los resultados obtenidos del compuesto sintetizado al 15% de HNO_3 y finalmente en la Tabla 2.6 se presentan los valores del compuesto sintetizado con exceso de PO_4 .

Se observa que los resultados reportados para el compuesto sintetizado al 5% de HNO_3 presentan una menor dispersión de los valores de las propiedades mecánicas en función a la desviación estándar, respecto a los datos obtenidos del compuesto sintetizado al 15% de HNO_3 y con exceso de PO_4 , esto es provocado por las limitantes presentadas en la medición de las muestras, ya que muchas de las probetas a analizar no alcanzaron a romperse debido a la característica inherente de los compuestos, así como también se observó la migración de las partículas de HAp durante la experimentación, por lo que se establece que los compuestos sintetizados con 5% de HNO_3 presentan más compatibilidad con la matriz que las otras dos síntesis.

Así mismo, el compuesto sintetizado al 5% de HNO_3 , presenta el módulo de Young más bajo respecto a las demás variantes (Tabla 2.4), lo que lo convierte en el material menos rígido y más elástico, características que son el objetivo principal para mejorar en la presente investigación, por lo tanto, mediante este análisis se dice que se cumple con el objetivo planteado. Guadarrama y col. 2011 determinan que mayor porcentaje de relleno inorgánico disminuye las propiedades mecánicas del compuesto, siendo lo recomendable plantear formulaciones con un 55% máximo de carga inorgánica.

Tabla 2.4. Resultados de pruebas mecánicas para compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO_3 .

	SBS/HAp sintetizado al 5% con HNO_3			
Concentración (phr)	1	5	10	Referencia SBS
Máximo Carga (N)	77.52 ± 11.0	98.08 ± 21.4	67.82 ± 9.42	112.34 ± 11.7
Módulo (Automático de Young Kgf/cm ²)	500.95 ± 131.4	252.3 ± 103.2	481.29 ± 146.9	460.51 ± 324.9
CargaalFluencia (Desplazamiento 0.2 %) (N)	17.39 ± 1.7	56.19 ± 2.5	20.74 ± 2.9	24.52 ± 2.7
Deformación por tracción A ruptura (%)	535.12 ± 81.9	577.91 ± 89.1	376.48 ± 61.31	676.62 ± 26.5
ExtensiónalFluencia (Desplazamiento 0.2 %) (mm)	27.04329 ± 1.84	186.85 ± 0.77	2.07 ± 0.29	26.10 ± 1.8

Tabla 2.5. Resultados de pruebas mecánicas para compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO₃.

	Compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO ₃			
Concentración (phr)	1	5	10	Referencia SBS
Máximo Carga (N)	79.96 ± 16.8	83.33 ± 8.4	87.9 ± 5.6	112.34 ± 11.7
Módulo (Automático de Young Kg/cm ²)	317.56 ± 112.2	501.5 ± 112.7	356.85 ± 262.2	460.51 ± 324.9
CargaalFluencia (Desplazamiento 0.2 %) (N)	34.56 ± 2.0	13.68 ± 4.3	33.18 ± 4.1	24.52 ± 2.7
Deformación por tracción A ruptura (%)	517.03 ± 129.1	630.2 ± 12.3	694.13 ± 10.3	676.62 ± 26.5
ExtensiónalFluencia (Desplazamiento 0.2 %) (mm)	101.25 ± 0.2	1.69 ± 0.1	111.70 ± 0.2	26.10 ± 1.8

Tabla 2.6. Resultados de pruebas mecánicas para compuesto SBS/HAp sintetizado con exceso de PO₄.

	SBS/HAp sintetizado con exceso de PO ₄			
Concentración (phr)	1	5	10	Referencia SBS
Máximo Carga (N)	96.91 ± 5.9	98.47 ± 5.6	89.73 ± 5.70	112.34 ± 11.7
Módulo (Automático de Young Kg/cm ²)	413.76 ± 103.2	331.71 ± 246.5	360.07 ± 353.2	460.51 ± 324.9
CargaalFluencia (Desplazamiento 0.2 %) (N)	16.88 ± 4.0	43.5 ± 37.8	48.18 ± 31.8	24.52 ± 2.7
Deformación por tracción A ruptura (%)	634.15 ± 15.0	667.03 ± 6.8	593.37 ± 14.9	676.62 ± 26.5
ExtensiónalFluencia (Desplazamiento 0.2 %) (mm)	1.98 ± 0.49	124.86 ± 177.1	144.50 ± 164.6	26.10 ± 1.8

Análisis de varianza.

Con el propósito de analizar la dispersión de contenido de partículas HAp en la matriz de referencia, se realizó un análisis ANOVA. Se tomaron tres concentraciones (1 phr, 5 phr y 10 phr), donde si el factor calculado mediante el análisis ANOVA es mayor que el factor crítico de tablas se dice que la variable influye en la propiedad a analizar.

En la Tabla 2.7 se muestran los resultados obtenidos del análisis para el compuesto sintetizado al 5% de HNO_3 , donde la variable es la concentración y se reporta que en estos compuestos la concentración si influye en las propiedades del compuesto, obteniendo siempre valores del factor crítico calculado mayores al factor crítico predeterminado.

Tabla 2.7. Resultados de análisis ANOVA compuesto SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO_3 .

SBS/HAp sintetizado al 5% de HNO_3							
Modelo	Suma de cuadrados	G.L.	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F	Influye:
Módulo de Young	288639.16 7	2	144319.583	4.762	0.025	3.682	SI
Carga a la fluencia	5406.883	2	2703.441	4.888	0.023	3.682	SI
Deformación por tracción	140881.59 4	2	70440.797	6.451	0.009	3.682	SI
Extensión a la fluencia	121485.80 5	2	60742.902	5.703	0.014	3.682	SI

En la Tabla 2.8 se reporta los resultados obtenidos del análisis para el compuesto con HAp sintetizado al 15% de HNO_3 , y se observa que la única propiedad que se ve afectada por la variable es la deformación por tracción, mientras que en las demás propiedades no influye la concentración de los compuestos, ya que, se obtienen en la mayoría valores del factor crítico calculado menores al factor crítico predeterminado. Mismos resultados obtenidos para el

compuesto sintetizado con exceso de PO_4 (Tabla 2.9), se establece entonces que, en estos compuestos la concentración no influye en las propiedades, y que el hecho de que se reporte una propiedad en la que si influye la concentración es resultado de la problemática en la medición de las probetas, ya que, estas se soltaban de la mordaza y no llegaban a romperse.

Tabla 2.8. Resultados de análisis ANOVA compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO_3 .

SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO_3							
Modelo	Suma de cuadrados	G.L.	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F	Influye:
Módulo de Young	143180.758	2	71590.379	1.174	0.335	3.682	NO
Carga a la fluencia	2214.851	2	1107.425	2.113	0.155	3.682	NO
Deformación por tracción	93084.720	2	46542.360	11.098	0.001	3.682	SI
Extensión a la fluencia	60102.995	2	30051.497	1.951	0.176	3.682	NO

Tabla 2.9. Resultados de análisis ANOVA compuesto SBS/HAp sintetizado con exceso de PO_4 .

SBS/HAp sintetizado con exceso de PO_4							
Modelo	Suma de cuadrados	G.L.	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F	Influye:
Módulo de Young	82155.597	2	41077.798	0.353	0.708	3.682	NO
Carga a la fluencia	5176.438	2	2588.219	3.478	0.057	3.682	NO

Deformación por tracción	17031.793	2	8515.896	91.325	3.994E-09	3.682	SI
Extensión a la fluencia	108096.90 0	2	54048.450	3.462	0.058	3.682	NO

3.4. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Con el propósito de identificar los grupos funcionales de los compuestos obtenidos, se realizó un análisis infrarrojo por transformada de Fourier, dando como resultado las gráficas mostradas a continuación. Figura 3.8 (compuesto sintetizado con HNO₃ al 5%), Figura 3.9 (compuesto sintetizado con HNO₃ al 15%) y Figura 3.10 (compuesto sintetizado con exceso de PO₄). Dichos gráficos se comparan con los picos característicos de la hidroxiapatita y del polímero SBS de referencia bibliográfica.

En la Figura 3.8 se muestran los espectros de los compuestos SBS/HAp con la variación de concentración de 1, 5 y 10 phr de hidroxiapatita sintetizada con la variante en solución de HNO₃ al 5%, los compuestos fueron obtenidos por el método de fundido, y para la obtención de los espectros IR se realizaron películas por el método de compresión, en los espectros obtenidos se establece que las señales más significativas correspondientes a los dobles enlaces atribuidos a las unidades de polibutadieno las cuales se visualizan alrededor de los 967, 745 y 911 cm⁻¹ como estiramientos del (=C-H) trans, (=C-H) cis y el grupo vinilo (= CH₂) respectivamente, la señal de 700 cm⁻¹ correspondiente al bloque de poliestireno son la señales más significativas del copolímero SBS. Wang y col. 2019 reporta la presencia de estas señales como las características del polímero SBS.

Con respecto a las señales de la hidroxiapatita, debido a que es un compuesto que contiene enlaces covalentes y puente de hidrógeno, permite que sea sensible a las frecuencias de vibración infrarroja, por lo que se observa una serie de bandas de absorción características, las cuales corresponden a los modos vibracionales de los enlaces químicos presentes en la muestra. Algunas de estas bandas son: La banda de absorción de 3570 cm⁻¹ corresponde a la vibración de estiramiento de los grupos OH⁻ en la hidroxiapatita. La banda de absorción de 1090 cm⁻¹ corresponde a la vibración de estiramiento de los enlaces fosfato (PO₄) en la hidroxiapatita. La

banda de absorción de 960 cm^{-1} corresponde a la vibración de flexión del enlace fosfato (PO_4) en la hidroxiapatita. El análisis de estas bandas de absorción permite determinar la cantidad y la calidad de la hidroxiapatita presente en una muestra, así como su grado de cristalinidad y su pureza. Además, la espectroscopia FTIR también permite detectar la presencia de otros compuestos presentes en la muestra, lo que es útil para identificar posibles contaminantes o impurezas. En la espectroscopia FTIR, se hace pasar un haz de luz infrarroja a través de una muestra y se mide la cantidad de luz que se absorbe en diferentes longitudes de onda.

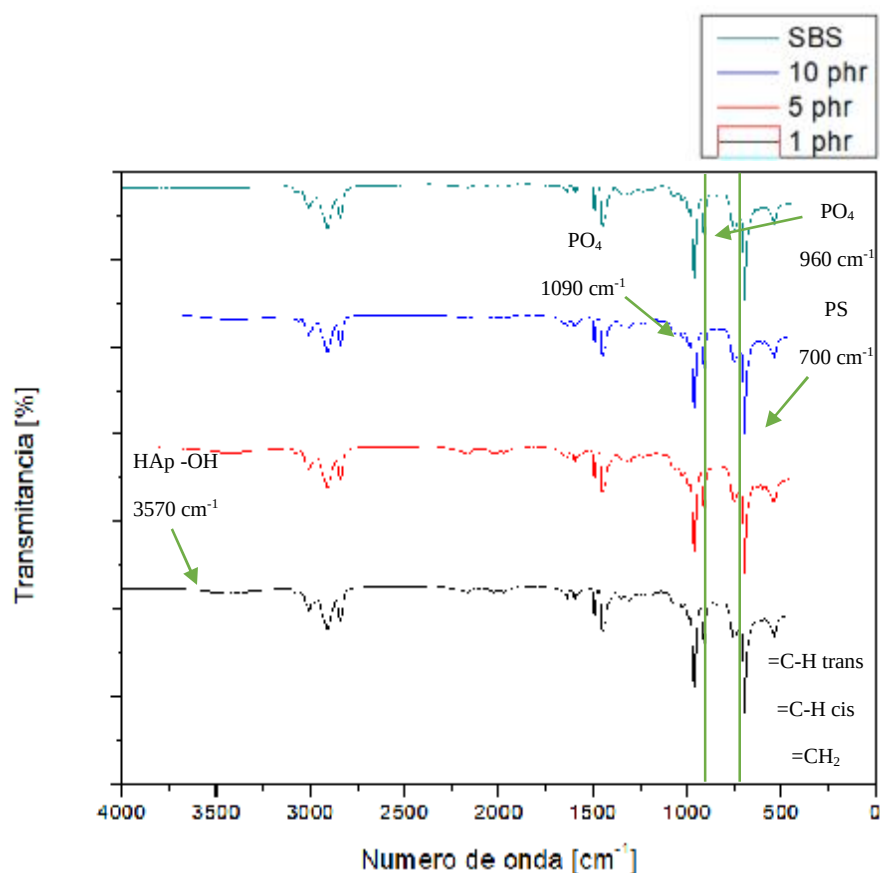


Figura 3.8. Gráfico correspondiente a compuestos SBS/HAp sintetizados con HNO_3 al 5%.

En la Figura 3.9 se muestran los espectros de los compuestos SBS/HAp con una relación de HAp de 1, 5 y 10 phr la cual fue sintetizada con un aumento en la concentración de la solución de HNO_3 al 15%, se observa en el análisis las bandas de absorción permiten determinar la presencia de las señales a 967 , 745 y 911 cm^{-1} correspondientes a estiramientos del ($=\text{C-H}$) trans, ($=\text{C-H}$) cis y el grupo vinilo ($=\text{CH}_2$) respectivamente y la señal de 700 cm^{-1} donde se

ubica al bloque de poliestireno, los cual representa las señales más significativas del copolímero SBS, con respecto a las señales de la hidroxiapatita se presentan las bandas correspondientes a los modos vibracionales de los enlaces químicos presentes en la muestra, siendo las bandas de absorción de 3570 cm^{-1} corresponde a la vibración de estiramiento de los grupos OH- en la hidroxiapatita. Por otro lado, la banda de absorción de 1090 cm^{-1} corresponde a la vibración de estiramiento de los enlaces fosfato (PO_4) en la hidroxiapatita. También se observa la banda de absorción de 960 cm^{-1} corresponde a la vibración de flexión del enlace fosfato (PO_4) en la hidroxiapatita.

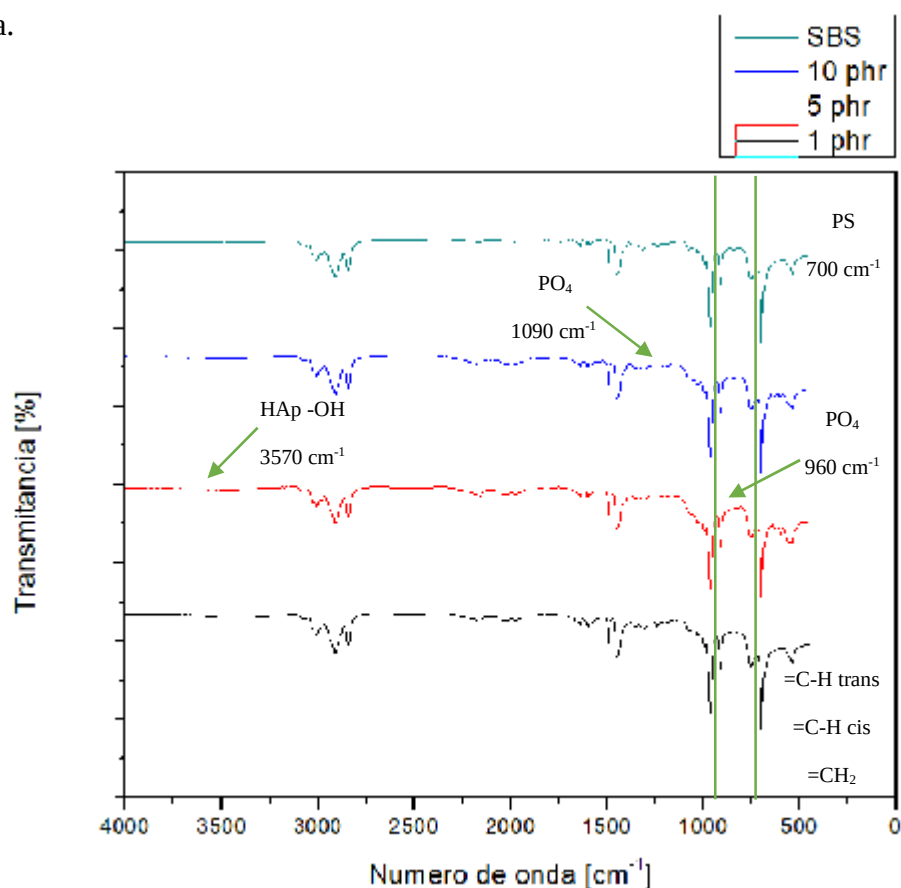


Figura 3.9. Gráfico correspondiente a compuestos SBS/HAp sintetizados con HNO_3 al 15%.

En la Figura 3.10 corresponde a los espectros de los compuestos SBS/HAp con una variación del contenido de la HAp de 1, 5 y 10 phr la cual fue sintetizada con un exceso en la concentración de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, presentando las bandas de absorción a 1090 y 960 cm^{-1} corresponde a la vibración de estiramiento de los enlaces fosfato (PO_4) y a la vibración de flexión del enlace fosfato (PO_4) en la hidroxiapatita respectivamente, así como la banda de absorción de 3570 cm^{-1} que

corresponde a la vibración de estiramiento de los grupos OH^- en la hidroxiapatita y se encuentran presentes en los espectros una intensidad fuerte. Dichas bandas de absorción coinciden con las reportadas por Sequeda y col. 2012 en el estudio de la obtención de HAp, identificando estas señales como las correspondientes a la HAp.

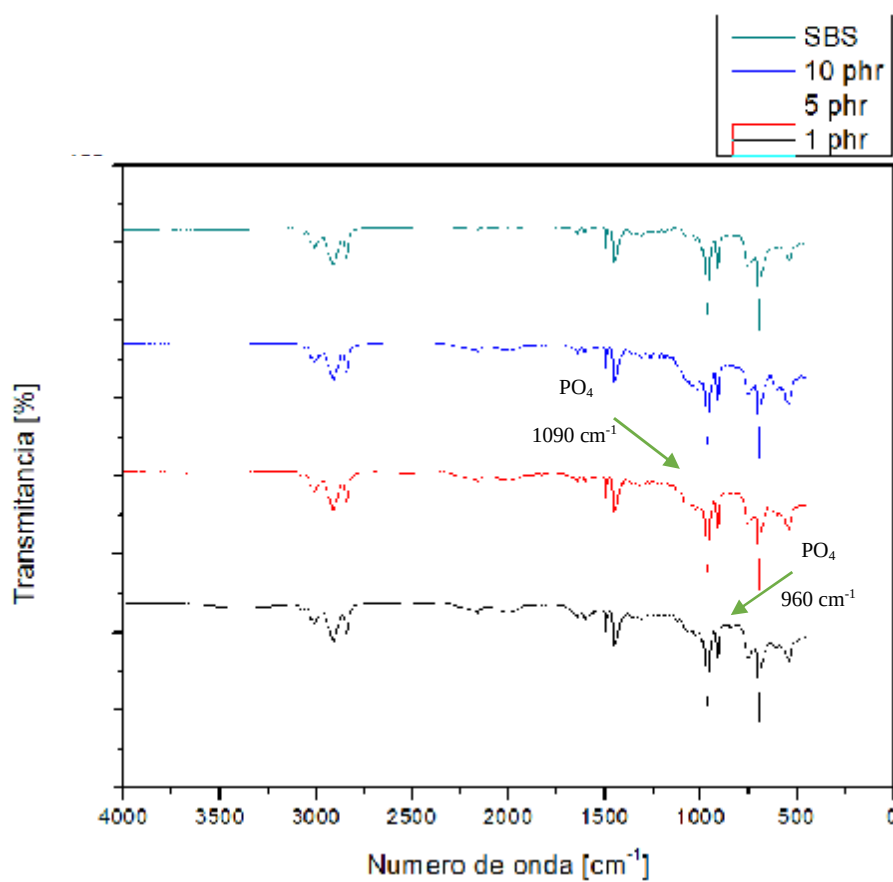


Figura 3.10. Gráfico correspondiente a compuestos SBS/HAp sintetizados con exceso de PO_4 .

CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES

De acuerdo con los resultados obtenidos en las distintas pruebas de caracterización y basándose en las modificaciones implementadas al compuesto SBS/HAp, se afirma que las partículas de hidroxiapatita si generan una mejora en las propiedades del polímero, cumpliendo con el objetivo principal de la presente investigación.

Se destacan los resultados correspondientes al compuesto sintetizado al 5% de HNO_3 y 10 phr de concentración, presentando mejoras notables, ya que, en comparación con los demás compuestos, este fue el que presentó un mayor esfuerzo a la ruptura, soportando cargas más altas respecto a las demás variantes, a sí mismo comparando dichos resultados con los obtenidos en el gráfico del polímero estireno-butadieno-estireno sin partículas de hidroxiapatita y el del compuesto SBS/HAp sintetizado al 5%, se comprueba que las propiedades mecánicas se potencializan al hacerle las modificaciones con las partículas. Así mismo mediante el análisis ANOVA se concluye que en el compuesto sintetizado al 5% de HNO_3 la concentración si influye en las propiedades del compuesto, ya que el factor crítico siempre es mayor que el factor crítico de tablas, a diferencia de los compuestos restantes, donde, en la mayoría de los casos la variable no influye en la propiedad obteniendo valores críticos menores a el valor critico predefinido.

El análisis por microscopia óptica permitió visualizar la morfología y observar si existía compatibilidad de las partículas con el polímero. Los resultados obtenidos permiten observar que el compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO_3 presenta una compatibilidad superior comparado con los resultados de los demás compuestos, observando una superficie con mayor porosidad y aglomeraciones con un tamaño y una distribución de partículas de una manera más homogénea, teniendo en cuenta que tanto la porosidad como la homogeneidad de los espacios entre las aglomeraciones aumenta a medida que aumenta la concentración.

En el apartado del análisis termogravimétrico, se observa el comportamiento del compuesto SBS/HAp sintetizado al 15% de HNO_3 y 10 phr de concentración a medida que se aumenta la temperatura. Del análisis se obtiene información sobre la temperatura máxima de degradación y la temperatura en la que empieza a descomponerse el material, comprando estos datos con la temperatura inicial de descomposición del SBS sin partículas de hidroxiapatita se tiene que, el compuesto SBS/HAp empieza a descomponerse a una temperatura de 325°C , mientras que el

SBS por sí solo empieza a descomponerse a una temperatura de 330°C, por lo que se concluye que, el material con partículas de hidroxiapatita no presenta un cambio notable ni un mejor comportamiento al calor, debido a que este se descompone a una temperatura menor que el SBS sin partículas de hidroxiapatita.

La caracterización por espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier, comprueba la presencia de hidroxiapatita en el compuesto obtenido, siendo este un punto muy importante en la investigación, ya que, la hidroxiapatita se obtuvo mediante un procedimiento químico y térmico, corriendo el riesgo de no obtener partículas de este material, sin embargo, mediante las bandas de absorción 1090 y 960 cm^{-1} correspondientes a la vibración de estiramiento de enlaces fosfatos presentes en la composición de la hidroxiapatita se corrobora la presencia de esta. Con base a la intensidad que presentan las señales del polímero SBS cis, trans y vinilos se afirma que las partículas de HAp presentan compatibilidad con la matriz.

Bibliografía.

- [1] Petit, R. (1999). The use of hydroxyapatite in orthopaedic surgery: a ten-year review. *European Journal of Orthopaedics Surgery and Traumatology*.
- [2] Komlev, V., Barinov, S., Orlovskii, V., & Kurdyumov, S. (2001). Porous ceramic granules of hydroxyapatite. *Refractories and Industrial Ceramics*. 42,195-197.
- [3] Rivera, E., Curiel, R., & Rodríguez, R. (2003). Selectivity in the hydroxyapatite synthesis from eggshell using different thermal treatments. *Materials Research Innovations*. 7,85-90.
- [4] Acevedo, J., López, J., Vargas, G., Rendón, J., & Méndez, J. (2007). Chemical synthesis of bone-like carbonate hydroxyapatite from hen eggshells and its characterization. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámicas y Vidrio*. 46,225-231.
- [5] Velásquez, G., Paleéz, J., y Giraldo, D. (2016). Uso de fibras vegetales en materiales compuestos de matriz polimérica: una revisión con miras a su aplicación en el diseño de nuevos productos. *Informador técnico*, vol. 80, no. 1, pp. 77-86.
- [6] Lázaro, K., Gonzáles, H., & Cárdenas, A. (2016). Mechanical properties of the composite material made with bamboo (*Guadua angustifolia* Kunth) and polypropylene. *Revista Mexicana de Ciencias Forestales* Vol. 7 (38): 95-110.
- [7] Mecanismos de polimerización. (2018). Recuperado de: <http://www.fcn.unp.edu.ar/sitio/fisicoquimica/wp-content/uploads/2018/08/mecanismos-de-polimerizacion.pdf>
- [8] Elastómeros TPE. (s.f.). mexpolímeros. Recuperado de: <https://www.mexpolimeros.com/tpe.html>

- [9] Rivas, A. (2012). Estudio de la factibilidad técnica de las rutas de polimerización de copolímeros anfifílicos di- y tri-bloque y su aplicación en la obtención de metamateriales. Tesis maestría. Centro de investigación en química aplicada.
- [10] García, G., y Reyes, G. (2006). La hidroxiapatita, su importancia en los tejidos. Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas, 90-95.
- [11] Gomes, D., Santos, A., Neves, G., & Menezes, R. (2019). A brief review on hydroxyapatite production and use in biomedicine. Cerámica, 65(374), 282-302.
- [12] Coreño, J., Mújica, C., y Hernández, C. (2010). Evaluación de hidroxiapatita nanoparticulada como material adsorbente de iones flúor, plomo y arsénico en soluciones acuosas. Superficies y Vacío, 161-165.
- [13] El huevo mexicano, un alimento muy valioso. (2019). Gobierno de México. Recuperado de: <https://www.gob.mx/agricultura/articulos/el-huevo-mexicano-un-alimento-muy-valioso>
- [14] Introducción a los materiales compuestos. (s. f.). Ocw.Ehu.Eus.
- [15] Seligrat, J. (2015). Estimación numérica de propiedades mecánicas del material compuesto reforzado por partículas mediante elementos finitos. Tesis maestría. Universidad Carlos III de Madrid, Departamento de Ingeniería Mecánica.
- [16] Camacho, D., Vela, R., Villanueva, A., Borja, V., Montalvo, F., y Quispe, M. (2018). Hidroxiapatita sintetizada a partir de la cáscara de huevo como potencial sustituto óseo en defectos periodontales y periimplantarios. Odontol. Sanmarquina, 296-301.
- [17] Enríquez, Ma., Castrejón, V., y Rosales, J. (2020). Hidroxiapatita sintetizada a partir del reciclaje de cascara de huevo. Revista de Invención Técnica.

[18] Sequeda, L., Milciades, J., Gutierrez, S., y Gómez, O. (2012). Obtención de hidroxiapatita sintética por tres métodos diferentes y su caracterización para ser utilizada como sustituto óseo. *Rev. Colomb. Cienc. Quím. Farm.*

[19] Estudio de microscopia electrónica de hidroxiapatita y whitlockita obtenidas en síntesis hidrotermal. (2004). Tesis maestría. Universidad Nacional Autónoma De México.

[20] Reyes, J. (2012). Observación del esmalte dental humano con microscopía electrónica. Universidad Nacional Autónoma De México. Recuperado de: https://www.uan.edu.mx/d/a/publicaciones/revista_tame/numero_3/Tam133-06.pdf

[21] Fragoso, S., Vera, R., González, G., Gómez, L., y Villareal, L. (2018). Síntesis y Caracterización de Hidroxiapatita Sintética para la Preparación de Filmes de PLGA/HAp con Potencial Uso en Aplicaciones Biomédicas. *ReCIBE*.

[22] Martínez, E. (2022). Efecto de la adición de partículas de coco modificadas químicamente sobre las propiedades termomecánicas en matriz polimérica con SBS. Tesis maestría. Instituto Tecnológico de Ciudad Madero.

[23] Marín, N., Escobar, D., y Echavarría, A. (2008). Síntesis y caracterización de hidroxiapatita microporosa, comparación con un producto comercial. *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia*.

[24] Ruiz, P. (2017). Fabricación y caracterización mecánica de barras coaxiales híbridas de hidroxiapatita/gelatina. Tesis licenciatura. Universidad de Extremadura.

[25] Gallegos, E., y Medellín, D. (2013). Análisis del desempeño estructural de andamios de hidroxiapatita utilizados en ingeniería tisular. *Revista SciELO Analytics*.

[26] Guadarrama, D., López, M., y Brizuela, N. (2011). Determinación de propiedades mecánicas y temperatura máxima de polimerización de cementos óseos acrílicos modificados con micro y nanopartículas de hidroxiapatita. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*.

[27] García, R., Tapía, A., y Reyes, J. (2002). Estudio del comportamiento térmico de la hidroxiapatita mediante las técnicas de espectroscopia infrarroja y análisis térmico diferencial. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*.

[28] Ochoa, Ma., López, Ma., y Copete, H. (2021). Síntesis y caracterización de polvos de hidroxiapatita carbonatada tipo b con diferentes contenidos de carbonato. *Revista colombiana de materiales*.

[29] González, R., Feijoo, J., y Suárez, K. (2007). Caracterización mediante FTIR y DSC de la interacción colágeno — hidroxiapatita. Springer.

[30] Zhang, X., Wang, Z., y Liu, J. (2019). A novel synthetic strategy for styrene – butadiene – styrene tri-block copolymer with high cis-1,4 units via changing catalytic active centres. *Royal Society of chemistry*.

Anexos.

A1. Especificaciones técnicas del copolímero SBS.

Solprene 416 es un copolímero termoplástico con bloques de estireno-butadieno, radial, con 30% de estireno total, la mayor parte de él formando un bloque de poliestireno que proporciona al polímero un comportamiento termoplástico. Este grado desarrolla propiedades de caucho vulcanizado sin requerir del proceso de vulcanización. A continuación, su hoja técnica. ^[22]

Tabla 2.10. Hoja técnica del copolímero SOLPRENE 416.

Propiedades del Polímero	Método de prueba	Valor
Materia volátil, % máx.	ASTM D5668	0.75
Estireno total (sobre Polímero), %	ASTM D5775	30
Estireno bloque, % mín.	NM 202-07	28
Índice de fluidez, g/10' (200°C, 5 kg)	ASTM D1238	< 0.5
Viscosidad en tolueno 5.23%, cSt	NM 300-11	11
Dureza, ° Shore A	ASTM D2240	78
Carga de rotura, MPa	ASTM D412	17
Módulo 300%, MPa	ASTM D412	2.7
Alargamiento, %	ASTM D412	800
Gravedad específica	DIN-53479	0.94