



EL SABER DE MIS HIJOS
HARÁ MI GRANDEZA

UNIVERSIDAD DE SONORA

DIVISIÓN DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
Y METALURGIA

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE CARBURO DE SILICIO
PARA COMPÓSITOS EN BIOMEDICINA

TESIS

Que para obtener el título de:

INGENIERO QUÍMICO

Presenta:

PEDRO BORGÓ MORENO

Hermosillo, Sonora

Enero de 2015

Repositorio Institucional UNISON



**"El saber de mis hijos
hará mi grandeza"**



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

ÍNDICE DE CONTENIDO

	Página
ÍNDICE DE CONTENIDO	iii
LISTA DE FIGURAS	vi
LISTA DE TABLAS	viii
RESUMEN.....	ix
I. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS	1
I.1. Justificación.....	2
I.2. Objetivo General	4
I.3. Objetivos Particulares	5
II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	6
II.1. Biomateriales	7
II.1.1. Biomateriales biológicos.....	8
II.1.2. Biomateriales metálicos	8
II.1.3. Biomateriales poliméricos	9
II.1.4. Biomateriales cerámicos.....	10
II.1.5. Biomateriales ompuestos	11
II.2. Carburo de Silicio	12
II.3. Carbón Activado.....	15
II.3.1. Activación física y química	16
II.4. Proceso Sol-gel	18
II.4.1. Conceptos básicos	18
II.4.2. Química del alcóxido	20
II.4.3. Reacciones involucradas en el proceso	20
III. MATERIALES Y MÉTODOS	22
III.1. Materiales.....	23
III.2. Metodología	24
III.2.1. Procedimiento para el carbón activado	24

III.2.2. Procedimiento para la síntesis de carburo de silicio.....	28
III.2.3. Procedimiento de purificación de carburo de silicio	32
III.3 Técnicas de Análisis	36
III.3.1. Difracción de rayos-x (DRX).....	36
III.3.2. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)	36
III.3.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	36
IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	37
IV.1. Caracterización de Carbón Poroso	38
IV.1.1. Difracción de rayos-x (DRX)	38
IV.1.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	39
IV.1.3. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)	39
IV.2. Caracterización de Compósito C/SiO ₂	40
IV.2.1. Difracción de rayos-x (DRX)	40
IV.2.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	41
IV.2.3. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)	42
IV.3. Caracterización de SiC mediante el Compósito C/SiO ₂ /Mg con Tratado Térmico.....	43
IV.3.1. Difracción de rayos-x (DRX)	43
IV.3.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	44
IV.3.3. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)	45
IV.4. Caracterización de SiC Purificado.....	46
IV.4.1. Difracción de rayos-x (DRX)	46
IV.4.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	47
IV.4.3. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)	48
V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	50
V.1. Conclusiones.....	51
V.1.1. Síntesis de carbón poroso.....	51

V.1.2. Síntesis de compuesto C/SiO ₂	51
V.1.3. Síntesis de SiC mediante el compuesto C/SiO ₂ /Mg con tratado térmico	52
V.1.4. Síntesis de SiC purificado.....	52
V.2. Recomendaciones	52
VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	54

LISTA DE FIGURAS

	Página
Figura 1. Estructuras de los principales polítipos de SiC.....	13
Figura 2. Estructura del carburo de silicio	15
Figura 3. Diagrama de los distintos procesos que pueden tener lugar en la activación física.....	17
Figura 4. Diagrama de activación química	18
Figura 5. Imágenes a, b, c y d del proceso de la reacción de sacarosa con ácido sulfúrico para la formación de carbón.....	25
Figura 6. Imagen de lavado de carbón	26
Figura 7. Imagen del carbón libre de humedad.	26
Figura 8. Imagen de carbón molido en polvo fino.	27
Figura 9. Diagrama de flujo para la formación de carbono por el método activación química.	27
Figura 10. Imagen de la técnica sol-gel para formar compuesto de C/SiO ₂	28
Figura 11. Imagen del compuesto C/SiO ₂ cristalizado.	29
Figura 12. Imagen del precursor C/SiO ₂ /Mg.	30
Figura 13. Imagen de la muestra del precursor C/SiO ₂ /Mg en crisol de alta pureza.	31
Figura 14. Imagen de Horno tubular donde se lleva a cabo la reducción magnesiotérmica de sílice.	31
Figura 15. Diagrama de flujo del proceso de Carburo de Silicio mediante de la técnica Sol-Gel.	32
Figura 16. Imagen del tratamiento de purificación de carburo de silicio mediante ácidos (HF + HNO ₃).....	34
Figura 17. Imagen de neutralización de ácidos mediante hidróxido de sodio 0.1 M.	34
Figura 18. Purificación del carburo de silicio.....	35
Figura 19. Patrón de DRX para el carbón microporoso a partir de activación química en H ₂ SO ₄	38
Figura 20. Imagen SEM de los gránulos de carbón microporoso por medio de la deshidratación por ácido sulfúrico.....	39

Figura 21. Espectrograma que muestra el pico esperado de C, además de picos de oro y aluminio producidos por el soporte donde estaba colocada la muestra.	40
Figura 22. Patrón de DRX para el compuesto C/SiO ₂ producido a partir del carbón microporoso y la adición de la solución de TEOS.	41
Figura 23. Imagen SEM del compuesto C-SiO ₂ formado a partir de los granos de C y la adición de la solución de TEOS.	42
Figura 24. Espectrograma del compuesto C/SiO ₂	43
Figura 25. Patrón de DRX para el compuesto de C/SiO ₂ /Mg después del tratamiento térmico y antes del tratamiento de purificación.	44
Figura 26. Imagen del compuesto después del tratamiento térmico pero antes del lavado con ácidos.....	45
Figura 27. Espectrograma del producto después del tratamiento térmico y antes de lavados con ácidos.	46
Figura 28. Patrón de DRX para el SiC después del tratamiento de purificación mediante ácidos.	47
Figura 29. Imagen SEM de los granos de SiC obtenido después del tratamiento térmico a 973K en Ar y de los lavados con ácidos.	48
Figura 30. Espectrograma del compuesto final de SiC, después de los lavados mostrándose la ausencia del pico de Mg.....	49

LISTA DE TABLAS

Página

Tabla I. Nomenclatura de compuestos químicos en el patrón de DRX para el compósito C/SiO ₂ /Mg.....	43
Tabla II. Nomenclatura de compuestos químicos en el patrón de DRX para el SiC purificado.....	47

RESUMEN

En la actualidad, existen numerosos estudios e investigaciones acerca de nuevos biomateriales con propiedades mejoradas y de producción económica, ya sea para implantes y portadores de drogas (medicamentos, antibióticos, etc.), es decir, materiales que pueden funcionar en sistemas biológicos siendo así biofuncionales. Los biomateriales son "cualquier tipo de sustancias (diferentes a medicamentos) o combinación de sustancias, de origen sintético o natural, los cuales pueden ser usados por determinado periodo de tiempo, como sustituto completo o parcial de un sistema el cual trata, aumenta o reemplaza cualquier tejido, órgano o función del cuerpo de forma biocompatible". Los biomateriales han sido destinados para la fabricación de componentes, piezas o aparatos y sistemas médicos con el objetivo de sustituir y restaurar tejidos vivos, debido a su gran demanda cuando se presentan deficiencias óseas a causa de traumas, tumores o desarrollos anormales. En cuanto a la permanencia y la forma de interacción que se establece con el organismo, los biomateriales se clasifican como de uso temporal o permanente y de colocación intra o extracorpórea. El carburo de silicio (SiC) poroso, es un cerámico que ha sido foco de investigación interesante en el campo de los biomateriales. Los materiales cerámicos a base del carburo de silicio poseen excelentes propiedades mecánicas y de resistencia a la oxidación, la corrosión, la temperatura y el desgaste que las hacen adecuadas para su empleo en aplicaciones de ingeniería avanzada, así como para el desarrollo de nuevos materiales con fines biomédicos. Cerámicos de SiC porosos son esenciales en una variedad industrial debido a su combinación única de propiedades tales como una resistencia mecánica excelente, buena resistencia química, alta conductividad térmica, bajo coeficiente de expansión térmica, buena resistencia al desgaste, abrasión y alta resistencia al choque térmico. Estas propiedades no pueden ser alcanzadas de sus homólogos convencionales densos. Las cerámicas de SiC pueden ser porosas, por lo tanto un candidato ideal para filtros, soportes catalíticos, membranas de separación, aislantes acústicos y térmicos, materiales estructurales de alta temperatura, accesorios para hornos, conversión de energía termoeléctrica, y para reforzamiento en compósitos de biomateriales.

En este proyecto se sintetizó carburo de silicio (SiC) mediante cuatro pasos; el primer paso fue la formulación de carbón activado por el método de activación química donde se utilizó sacarosa y como deshidratante ácido sulfúrico; y se activó en un horno a 300°C. El segundo paso fue el formular compósitos de C/SiO₂ mediante una solución de TEOS donde se inmergía el carbón activado por el tiempo de 2 días para su cristalización y así obtener este producto. El tercer paso fue tratar estos compósitos agregando magnesio como catalizador para reducir la temperatura de reacción, también llamada técnica magnesio-térmica. Se agregó magnesio en una relación molar estequiométrica 2:1; para después introducir en un horno en atmósfera de argón y alcanzar producir SiC a 700°C. El cuarto y último paso fue para la purificación del producto final, mediante el lavado con una solución de ácidos fluorhídrico y nítrico. El carburo de silicio obtenido fue caracterizado por microscopio electrónico de barrido (SEM), espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS) y difracción de rayos-x (DRX). Los resultados mostraron que sí se produjo SiC con porosidad a nivel micrométrico como se observó en SEM y que la temperatura de producción de este producto sí se obtuvo a los 700°C justificado en EDS y DRX.

I. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

I.1. Justificación

Algunas enfermedades o defectos tales como fracturas, tumores o infecciones dan lugar a daños en los huesos de gran magnitud, que en muchos casos son suficiente como para que el mecanismo natural de reparación del hueso no sea suficiente para recuperar su funcionalidad; aunque el hueso es el único tejido del organismo que al ser dañado es capaz de regenerarse por medio de la creación de un tejido exactamente igual al original [1,2].

En tales casos, de insuficiencia, la colocación de injertos óseos, preferiblemente autólogos, ósea, tejidos del propio individuo, tiene varios inconvenientes, como una cirugía más prolongada, la disponibilidad limitada de tejido, daño a los nervios, el dolor de larga duración y posible infección. Por lo cual, el uso de sustitutos óseos basado en biomateriales es muy viable para obtener una excelente reparación y recuperación en la funcionalidad del hueso, sin las limitaciones de los injertos autólogos [3].

Los biomateriales son “cualquier tipo de sustancias (diferentes a medicamentos) o combinación de sustancias, de origen sintético o natural, los cuales pueden ser usados por determinado periodo de tiempo, como sustituto completo o parcial de un sistema el cual trata, aumenta o reemplaza cualquier tejido, órgano o función del cuerpo de forma biocompatible”. Estos materiales deben ser “seguros, económicos y fiables como dispositivo” [4,5].

La biocompatibilidad significa que los materiales no poseen actividad tóxica, mutágena, carcinógena o teratógena y rara vez conllevan la activación del sistema inmunitario. En otras palabras, es la habilidad de una sustancia de tener una respuesta adecuada al huésped en el que fue implantado para su función específica [5,6].

Cualquier biomaterial para sustitución o reparación ósea debe cumplir con dos requerimientos principales: tener buena resistencia mecánica y una porosidad adecuada, lo cual le permita cumplir su función en el lugar de la lesión y apoyar los mecanismos biológicos de regeneración [5].

En la actualidad, existen numerosos estudios e investigaciones acerca de nuevos biomateriales con propiedades mejoradas y de producción económica, ya sea para implantes y portadores de drogas (medicamentos, antibióticos, etc.), es decir, materiales que pueden funcionar en sistemas biológicos siendo así biofuncionales [7].

En este estudio se tratara de sintetizar carburo de silicio (SiC) poroso, que es un cerámico que ha sido foco de estudio en el campo de los biomateriales. Los materiales cerámicos a base del carburo de silicio poseen excelentes propiedades mecánicas y de resistencia a la oxidación, la corrosión, la temperatura y el desgaste que las hacen adecuadas para su empleo en aplicaciones de ingeniería avanzada, así como para el desarrollo de nuevos materiales con fines biomédicos [9].

La activación química para producción del carbono utilizado en la síntesis del SiC de esta investigación es dada por un agente deshidratante, que normalmente es un ácido y su materia prima orgánica. Lo importante de este método que es práctico, sencillo y muy accesible; ya que la materia prima que se utiliza es fácil de conseguir y relativamente económica. El tiempo de formación del carbón es muy corto ya que al poner en contacto la sacarosa seguido por el ácido sulfúrico comienza la reacción y en escasos minutos obtienes tu producto deseado.

El proceso sol-gel es uno de los métodos más importantes para la producción de nuevos biomateriales como en este caso para la infiltración y recubrimiento de dióxido de silicio (SiO_2) en el carbón que se activó químicamente. Además de las ventajas comerciales tales como bajos costos de operación, bajo consumo de energía e impacto ambiental casi nulo, hace posible tener estricto control de los parámetros del proceso con mayor flexibilidad, en relación al uso de altas temperaturas en los procesos tradicionales. Además se ha demostrado que los materiales sintetizados por esta vía tienen mejores características y respuestas bioactivas en relación con los materiales formados por los métodos tradicionales [1,5].

1.2. Objetivo General

Sintetizar y caracterizar polvos de carburo de silicio, mediante el método de pirolisis usando como materia base carbón activado macro-, micro-, y nanoporoso; sintetizado por medio de deshidratación ácida. El proceso conlleva el uso de la técnica sol-gel para adherir dióxido de silicio en la superficie del carbón activado. Seguido, por la adición de magnesio (Mg) como agente redox durante la reacción de pirolisis; esta se llevó a cabo en un horno tubular en atmósfera inerte de argón, donde la reacción pirolítica se espera que lleve a la formación de carburo de silicio (SiC) a temperaturas menores a 1000°C . Este material posteriormente será lavado con diferentes ácidos para remover las sales residuales y los precursores que no hayan reaccionado. Procedimiento del cual se espera que lleve a la formación de un método alternativo para la síntesis de polvos de SiC con arquitecturas macro-, micro- y nanoporosas a temperaturas relativamente bajas.

I.3. Objetivos Particulares

Para lograr tal objetivo se plantean los siguientes objetivos particulares:

- Producir carbón activado mediante el método de activación química utilizando sacarosa y el medio deshidratante.
- Activación del carbono en horno en atmosfera inerte.
- Sintetizar dióxido de silicio (SiO_2) mediante la técnica sol-gel, añadiendo carbón activado en esta técnica mencionada para que el SiO_2 se adhiera a su superficie.
- Mezclar magnesio como agente redox con el carbono activado recubierto de SiO_2 .
- Sintetizar el compuesto $\text{C/SiO}_2/\text{Mg}$ por medio de una reacción de pirolisis en atmosfera inerte.
- Proceso de purificación del producto obtenido por medio de tratamiento con ácidos para la remoción de componentes precursores y residuos secundarios.
- Caracterización por microscopio electrónico de barrido (SEM), espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS) y difracción de rayos X (DRX) en todas las diferentes etapas de síntesis mencionadas.

II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

II.1. Biomateriales

Un biomaterial es una sustancia formada para ser implantada o incorporada dentro de un sistema vivo. Son materiales diseñados para actuar con sistemas biológicos con el fin de evaluar, tratar, reemplazar algún tejido, órgano o función del cuerpo de forma biocompatible.

Los biomateriales han sido destinados para la fabricación de componentes, piezas o aparatos y sistemas médicos con el objetivo de sustituir y restaurar tejidos vivos, debido a su gran demanda generada cuando se presentan deficiencias corporales a causa de traumas, tumores o desarrollos anormales. En cuanto a la permanencia y la forma de interacción que se establece con el organismo, los biomateriales se clasifican como de uso temporal o permanente y de colocación intra o extracorpórea.

Los requisitos que debe cumplir un biomaterial son:

- Ser biocompatible, es decir, debe ser aceptado por el organismo, no provocar que éste desarrolle sistemas de rechazo ante su presencia ni inflamación que conlleva a que las células mueran.
- No ser tóxico, ni carcinógeno.
- Ser químicamente estable o inerte.
- Tener una resistencia mecánica adecuada.
- Tener densidad y peso adecuados al tejido a suplantar.
- Tener un diseño de ingeniería adecuado, es decir, el tamaño y la forma del implante deben ser los apropiados.
- Ser relativamente económico, reproducible y fácil de procesar, para hacer eficiente su producción en gran escala [10,11].

Los biomateriales naturales o sintéticos utilizados actualmente para el tejido óseo son cinco:

- Biomateriales biológicos.
- Biomateriales metálicos.
- Biomateriales poliméricos.
- Biomateriales cerámicos.
- Biomateriales compuestos o compósitos.

II.1.1. Biomateriales biológicos

Los biomateriales biológicos o también llamados injertos biológicos por cierta comunidad científica; los han caracterizado y dividido en tres tipos de trasplantes biológicos como autoinjertos, aloinjertos y xenoinjertos.

Los autoinjertos o son aquellos que vienen de la cosecha del cuerpo del propio paciente. Los aloinjertos son materiales biológicos provenientes de otros individuos de la misma especie (parientes, relativos o cadáveres). En esta rama de injertos también se pueden considerar los tejidos orgánicos artificiales producidos de células huésped, reproducidas en biorreactores especializados en base a la ingeniería de tejidos. Los xenoinjertos son los implantes precedentes de especies biológicas diferentes al huésped de estudio y se utilizan primeramente como injertos temporales, habiendo sus excepciones como el uso de válvulas coronarias de cerdo que pueden llegar a ser permamanentes.

En el uso de materiales biológicos en lesiones del tejido óseo, los principios de los injertos óseos exitosos incluyen osteoconducción (guiar el crecimiento de reparación del hueso natural), osteoinducción (fomentando las células no diferenciadas para convertirse en osteoblastos activos), y la osteogénesis (uso de células de hueso en el material de injerto de contribuir a la remodelación ósea). La osteogénesis se produce sólo con autoinjertos.

II.1.2. Biomateriales metálicos

Históricamente, los metales han sido los materiales más utilizados en la recuperación de la función de los huesos. Se utilizan clínicamente para los sitios de soporte de carga en el que son los únicos materiales que cumplen con los requisitos mecánicos [12].

Hay tres grupos principales de metales; aleaciones a base de cobalto, aceros inoxidables y de titanio y aleaciones de titanio. El uso de titanio como implantes quirúrgicos se inició a finales de los años 30 y continúa en la actualidad [13]. La capa natural y estable de óxido que se forma en su superficie nos conduce a

su excelente biocompatibilidad, facilitando la integración de implante-hueso [14-16].

Los requisitos indispensables para su utilización es que sean tolerados por el organismo y por las dosis que puedan aportar al tejido vivo; también otro requisito sumamente importante es que tengan una excelente resistencia a la corrosión. La corrosión es un problema general de los metales, más aún si están inmersos en un medio como el organismo humano, y a temperaturas del orden de 37°C [18].

Los biomateriales metálicos tienen algunas ventajas, tales como alta resistencia, ductilidad, dureza, formabilidad, por lo que se han utilizado especialmente para implantes, como prótesis para rodilla y cadera, cables, clavos, tornillos y placas para fijación de fracturas [17].

II.1.3. Biomateriales poliméricos

Los polímeros son el producto de la unión covalente de pequeñas moléculas llamados monómeros formando moléculas de cadena larga que son ampliamente utilizados en dispositivos biomédicos [17]. Estos materiales son altamente empleados por sus propiedades; tanto en variedad de compuestos, así como en ofrecer la posibilidad de fabricarlos de distintas maneras, con características bien determinadas, y con la facilidad de conformarlos en fibras, tejidos, películas y bloques. Los biomateriales poliméricos son ampliamente utilizados en clínicas, en implantes quirúrgicos, como en membranas protectoras, en sistemas de dosificación de fármacos o en cementos óseos acrílicos.

De acuerdo con su origen podrían ser divididos en dos grupos: los polímeros naturales y sintéticos y, en cualquier caso, se pueden encontrar formulaciones bioestables, es decir, con carácter permanente, particularmente útiles para sustituir parcial o totalmente tejidos u órganos lesionados o destruidos, y biodegradables, esto es, con carácter temporal, por lo tanto, con una función adecuada durante un tiempo determinado.

Los polímeros naturales más comunes que se utilizan en el campo biomédico son el colágeno, alginato, agarosa, fibrina, quitosana y ácido hialurónico [19]. Aunque los polímeros naturales presentan propiedades biológicas adecuadas a su inmunogenicidad, la dificultad en el procesamiento y el riesgo potencial de transmitir patógenos o epitope proteicos originados de los animales, hacen que sea necesario obtener alternativas sintéticas.

Los poliméricos sintéticos utilizados por su excelente biocompatibilidad y biodegradabilidad más comunes son los Poli (α -ésteres) como el policaprolactona (PCL), polifumarato de propileno (PPF), poli-ácido láctico (PLA), poli-ácido glicólico (PGA) y su copolímero poli-ácido glicólico láctico (PLGA); polietileno glicol (PEG) y el polimetil metacrilato) que este último es el más frecuente en prótesis ortopédicas y como cemento óseo [20,21].

II.1.4. Biomateriales cerámicos

Los cerámicos se definen como materiales sólidos inorgánicos no metálicos. Es un grupo complejo que incluyen los cerámicos basados en fosfato de calcio, vidrios bioactivos en base de sílice (SiO_2) y los cerámicos inertes como la zirconia y carburos de silicio (SiC). Los materiales cerámicos que son biocompatibles son llamados biocerámicos. Estos podrían ser los biomateriales ideales para reparación ósea, ya que poseen una buena biocompatibilidad y oseointegración, además, son los materiales más parecidos al componente mineral del hueso [24]. Su uso como biomateriales inicio a finales de 1960, cuando se introdujeron para mejorar la aplicación y función de los metales.

Los cerámicos se presentan, como sus principales ventajas, su baja tasa de desgaste en la superficies articuladas y la liberación de bajas concentraciones de partículas de desgaste inertes [22,23]. Estos compuestos minerales son refractarios duros, compuestos policristalinos, difíciles de esquivar plásticamente con altas temperaturas de fusión, baja conductividad eléctrica, resistentes a la compresión y corrosión [4].

Las propiedades mecánicas de la cerámica dependen del tamaño de grano, porosidad, densidad y estructura cristalina. Sin embargo, dado que tienden a ser materiales porosos, casi siempre se fracturan ante esfuerzos de tensión y presentan poca elasticidad, restringiendo en gran medida su campo de aplicación para ser usados en funciones que no requieran de elevados esfuerzos mecánicos.

II.1.5. Biomateriales compuestos

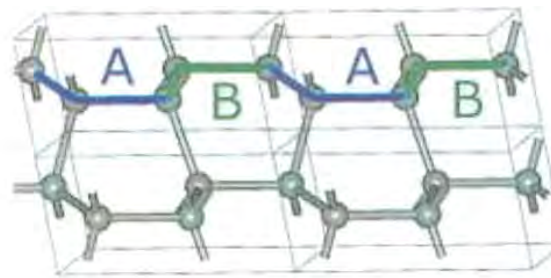
Los materiales compuestos o compósitos pueden ser definidos como la combinación de dos o más materiales (conocidos como fases) que se diferencian en función, forma o composición a escala micro- o macroscópica con diferentes propiedades físicas y químicas, cuyas características son mejoradas comparadas a las de sus materias primas. Las fases mantienen sus identidades, es decir, no se disuelven o se mezclan completamente.

El hueso es un compósito natural donde la unión de pequeños cristales de hidroxiapatita, fase mineral con la que soporta las cargas mecánicas, es reforzada efectivamente por fibras de colágeno orgánico, lo cual le proporciona flexibilidad y movimiento. Debido a esto, tanto biomateriales cerámicos como los poliméricos, ya sean naturales o sintéticos pueden combinarse para producir materiales compuestos, los cuales permiten la obtención de implantes que reúnen las mejores características biológicas y mecánicas de los materiales originales, resultando en implantes óseos más eficientes.

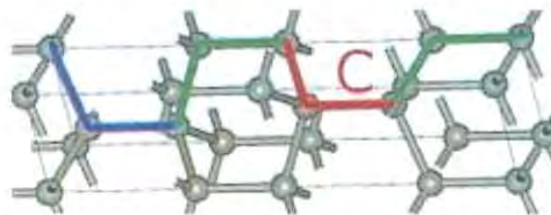
II.2. Carburo de Silicio

Material que se encuentra en la naturaleza como mineral extremadamente raro, es la moissanita. El polvo de SiC, producido por primera vez fue en 1893, puede estar presente en varios tipos de polimorfismo, siendo dos polimorfos cristalinos (politipos) los más comunes; con estructuras β -SiC para la forma cúbica y α -SiC para las variedades hexagonales y romboédricas. La forma α es la más estable a temperaturas sobre 2000°C, mientras que el β -SiC cúbico es el producto más común cuando el carburo del silicio se produce en temperaturas más bajas, ambos con diferentes e interesantes propiedades térmicas, ópticas y eléctricas [8]. El carburo de silicio es única en este sentido ya que más de 250 polimorfos se han identificado. Una nomenclatura ha sido desarrollada para catalogar la gran cantidad de posibles estructuras cristalinas. Definamos tres estructuras bicapa SiC (es decir 3 átomos con dos enlaces en el medio en las fotos de abajo) y etiquetarlos como A, B y C. Elementos A y B no cambian la orientación de la bicapa (excepto posible rotación de 120 °, que no cambia la red y se ignora en adelante); elemento C, sin embargo, tuerce la red por 60 °.

:



2H-SiC



4H-SiC



6H-SiC

Figura1. Estructuras de los principales polítipos de SiC

Utilizando estos elementos A, B, y C podemos construir cualquier polítipo SiC. Arriba en la Figura 1 se muestran ejemplos de los polítipos hexagonales 2H, 4H y 6H. La estructura de 2H-SiC se compone de sólo los elementos A y B apilados como ABABAB. La estructura de 4H-SiC es dos veces más largo, y el segundo medio se tuerce en comparación con 2H-SiC, formando el apilamiento ABCBCB. La célula 6H-SiC es el triple que la de 2H, y la secuencia de apilamiento es ABCACB.

El proceso Acheson es un proceso para sintetizar grafito y carburo de silicio, este llamado así por su inventor Edward Goodrich Acheson.

El proceso consiste en calentar una mezcla de arcilla (silicato de aluminio) y polvo de coque (carbono) en un tazón de hierro. Acheson, en 1890, originalmente intentó sintetizar diamante artificial, pero terminó creando cristales azules de carburo de silicio, que él llamó carborundo. Cuando se calienta a 4150°C, se elimina el silicio, dejando grafito. El proceso fue patentado por Acheson en 1896. Después de descubrir este proceso, Acheson desarrolló un horno eléctrico eficiente, basado en calentamiento resistivo, el diseño de las cuales es la base de la mayoría de fabricación de carburo de silicio en la actualidad. En el horno, una corriente eléctrica pasa a través de un núcleo de grafito a más de 2000°C, rodeado de arena, sal, y carbono. La corriente eléctrica calienta el grafito y otros materiales, lo que permite que reaccionen, produciendo una capa de carburo de silicio alrededor del núcleo de grafito. El proceso emite monóxido de carbono. A continuación la reacción química en el proceso que produce carburo de silicio (SiC):



Cerámicos de SiC porosos son esenciales en una variedad industrial debido a su combinación única de propiedades tales como una excelente resistencia mecánica, buena resistencia química, bajo coeficiente de expansión térmica, buena resistencia al desgaste, abrasión y alta resistencia al choque térmico. Estas propiedades no pueden ser alcanzadas de sus homólogos convencionales densos.

Las cerámicas de SiC pueden llegar a ser porosas, por lo tanto un candidato ideal para filtros, soportes catalíticos, membranas de separación, aislantes acústicos y térmicos, materiales estructurales de alta temperatura, accesorios para hornos, conversión de energía termoeléctrica, y para reforzamiento en compósitos de biomateriales [25]. En general, las cerámicas de carburo de silicio son duras y resistentes, tanto a temperatura ambiente como a temperaturas superiores, y presentan buenas propiedades tribológicas.

El carburo de silicio en el área biomédica se ha propuesto como material de recubrimiento de dispositivos como stents coronarios y válvulas ya que es capaz de incrementar su hemocompatibilidad mediante la reducción de su trombogenicidad ósea (producción de coágulos que obstruyen el flujo sanguíneo), impidiendo el suministro de oxígeno a los tejidos circundantes y también de la respuesta inflamatoria [26]. En los últimos años, el carburo de silicio se ha probado como material útil para el diseño y desarrollo de nuevos dispositivos como membranas, agentes de diagnóstico por imagen y biosensores.

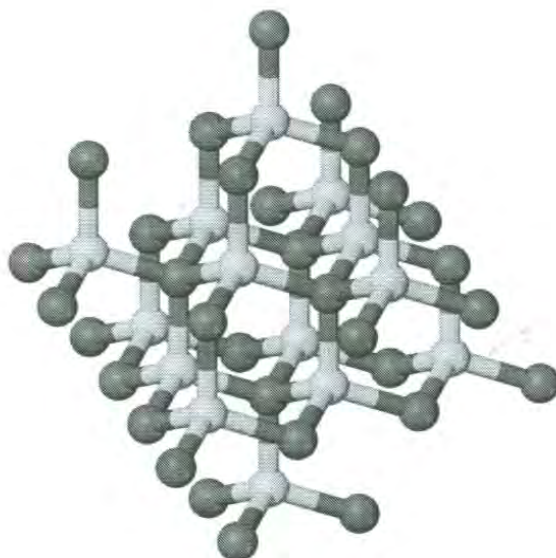


Figura 2. Estructura del carburo de silicio

II.3. Carbón Activado

El carbón activado, o carbón activo, es un término genérico que describe una familia de absorbentes carbonáceos con una porosidad interna altamente desarrollada. Los carbones activados poseen una capacidad de adsorción elevada y se utilizan para la purificación de líquidos y gases.

Los materiales de partida prácticamente son cualquier material orgánico con proporciones relativamente altas de carbono, ya que son susceptibles de ser transformados en carbón activado. Existe una amplia variedad de productos de carbón activado que muestran diferentes características, dependiendo del material de partida y la técnica de activación usada en su producción.

Los carbones activados obtenidos industrialmente pueden provenir de madera y residuos forestales u otros tipos de biomasa, turba, cortezas de almendras, cáscara de coco, petróleo, brea, polímeros, nueces, palmeras y otros carbones minerales, así como de diferentes fibras naturales o sintéticas.

El tipo de material con el que se produce el carbón activado afecta el tamaño de los poros y las características de regeneración del carbón activado. Los dos tipos de clasificación son: carbón activado en polvo, con diámetro menor o igual

a 0.25mm y el carbón granular, con diámetro superior a los 0.25mm. Los tamaños de los poros van desde los más pequeños, llamados microporos (hasta 2.0 nm), hasta los mesoporos (de 2.0 a 50 nm) y macroporos (mayores de 50 nm).

El carbón activo puede tener un área superficial mayor de 500 m²/g, siendo fácilmente alcanzables valores de 1000 m²/g. Algunos carbones activados pueden alcanzar valores superiores a los 2500 m²/g. A modo de comparación, una cancha de tenis tiene cerca de 260 m²

Este material se utiliza en la extracción de metales como oro, cobre y plata, en la purificación de agua potable (tanto para la potabilización a nivel público como doméstico), en medicina veterinaria y medicina humana para casos de intoxicación, en el tratamiento de aguas residuales, clarificación de jarabe de azúcar, purificación de glicerina, en máscaras antigás, en filtros de purificación y en controladores de emisiones de automóviles, entre otros muchos usos.

II.3.1. Activación física y química

Mediante el control adecuado de los procesos de carbonización y activación se puede obtener una gran variedad de carbones activados que posean diferentes distribuciones de tamaño de poros.

Este proceso se puede dividir en dos tipos:

- Activación física (térmica): Se lleva a cabo en dos etapas, la carbonización que elimina elementos como hidrógeno y oxígeno para dar lugar a una estructura porosa rudimentaria y la etapa de gasificación del carbonizado que se expone a una atmósfera oxidante que elimina los productos volátiles y átomos de carbono, aumentando el volumen de poros y la superficie específica. Esto se hace en distintos hornos a temperaturas cercanas a 1000°C. El desarrollo de este método se muestra en la Figura 3.



Figura 3. Diagrama de los distintos procesos que pueden tener lugar en la activación física.

- Activación química: una sustancia deshidratante, que puede ser un ácido, se mezcla con la materia prima y se somete a un tratamiento a temperaturas moderadas. Esta técnica puede ser problemática porque, por ejemplo, al usar como agente deshidratante cloruro de zinc los residuos del zinc pueden permanecer en el producto final, aún después de lavado. El desarrollo sistemático de estas etapas aparece en la Figura 4.



Figura 4. Diagrama de activación química.

II.4. Proceso Sol-gel

II.4.1. Conceptos básicos

El proceso sol-gel es un método muy importante para la producción de nuevos materiales y sus estructuras. Además de las ventajas comerciales tales como bajos costos de operación, consumo de energía e impacto ambiental casi nulos, el uso de bajas temperaturas en estos métodos, hace posible tener estricto control de los parámetros del proceso con mayor facilidad, en relación al uso de altas temperaturas en los procesos comúnmente utilizados.

Entre las ventajas de las técnicas sol-gel para la producción de biomateriales inorgánicos se encuentran: nuevas composiciones, mayor homogeneidad, altos niveles de pureza, bajas temperaturas en el recubrimiento de substratos, mejor control de distribución de tamaños en polvos, control de la química de superficie, control de las redes de poros en escalas nanométricas, entre otras.

Este proceso se puede dividir en cuatro grandes etapas fundamentales:

- Preparación del sol
- Gelificación
- Envejecimiento
- Secado y tratamiento térmico

Preparación del sol

Un sol es una suspensión coloidal de partículas sólidas en un líquido, existen dos vías básicas para obtener los soles: los sistemas acuosos y los sistemas orgánicos. En los sistemas acuosos se utilizan como precursores óxidos, hidróxidos y sales tanto orgánicas, como inorgánicas, estos compuestos se dispersan o se disuelven en agua. Los sistemas orgánicos se obtienen a partir de compuestos metal-orgánicos (principalmente alcóxidos) disueltos en un solvente orgánico, que generalmente es un alcohol. Durante esta etapa se desarrollan reacciones de “hidrólisis” de los alcóxidos metálicos con el agua, formándose hidróxidos metálicos. Asimismo, los hidróxidos metálicos se combinan para producir óxidos metálicos, liberando además una molécula de agua o de alcohol, razón por la cual, esta segunda reacción recibe el nombre de “condensación”.

Gelificación

Las reacciones de hidrólisis y condensación del proceso anterior, conducen a la formación de agregados, que se enlazan hasta formar un único agregado denominado gel. En el momento de formación del gel hay muchos agregados en el sol que se unen entre sí para formar una red sólida, responsable de la elasticidad, ocurriendo un cambio abrupto de la viscosidad.

Envejecimiento

Luego de la gelificación el sistema continúa reaccionando, dando lugar a reacciones como polimerización considerándose de las más importantes, en consecuencia aumenta la densidad y la resistencia mecánica del sólido. Se producen otras reacciones como sinéresis, maduración y cambios de fase.

Secado y Tratamiento Térmico

La fase líquida constituye la mayor parte del volumen del gel húmedo en un 70-90%. El secado de esta fase líquida ocurre mediante evaporación, la cual causa una contracción acompañada de endurecimiento del gel, estos geles secos también reciben el nombre de "xerogeles".

Durante el tratamiento térmico ocurren una serie de cambios físicos y químicos en los materiales, los cuales pueden llevar a la transformación de fases existentes y la aparición de nuevos compuestos. Por lo que con un análisis termogravimétrico y de dilatometría se podrán ver esos cambios.

II.4.2. Química del alcóxido

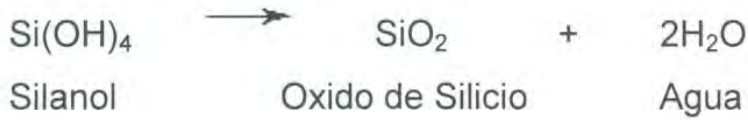
El reactivo más importante en este caso es un organometálico hidrolizable conocido como alcóxido metálico $M(OR)_x$, donde M es un metal del grupo IV y OR es un grupo alcoxilo en el que R es un radical hidrocarbonado. En el proceso Sol- Gel, el sistema modelo es la sílice. De los alcóxidos de silicio disponibles, el tetraetil ortosilicato (TEOS) es el más utilizado.

Los otros dos reactivos necesarios para que se lleve a cabo el proceso son el etanol y el agua. El etanol analítico (ETOH) y el agua deionizada son los de uso más común.

El ETOH y otros solventes orgánicos, sirven como un solvente mutuo tanto para el TEOS como para el agua, ya que este y el agua son inmiscibles y solamente con el solvente pueden reaccionar entre sí.

II.4.3. Reacciones involucradas en el proceso

Cuando el TEOS es disuelto en el ETOH para hacerlo soluble en agua, empiezan a llevarse a cabo las reacciones de hidrólisis y condensación, las cuales se representan en las ecuaciones siguientes:

Hidrólisis:**Condensación:**

Seguido de la reacción de hidrólisis se realiza la polimerización o condensación, en la cual se forman monómeros, dímeros, trímeros, trímeros cíclicos y tetrámeros, todos ellos de SiO₂, los cuales se estarán enlazando hasta formar cadenas de bajo peso molecular. La unión de las moléculas, se lleva acabo entre las cadenas de menor a mayor tamaño hasta que el crecimiento de esta sea tal que se detiene su crecimiento, quedando una cadena de alto peso molecular, que al entrecruzarse con otras cadenas, propicia que la solución empiece a formar el gel.

III. MATERIALES Y MÉTODOS

III.1. Materiales.

- Para la síntesis del carbón se utilizaron los siguientes reactivos:
 1. Sacarosa ($C_{12}H_{22}O_{11}$) (s). Marca SIGMA-ALDRICH producto de USA.
 2. Ácido sulfúrico (H_2SO_4) (l). Productos Químicos Monterrey S. A.
 3. Agua deionizada (l).
 4. Hidróxido de sodio (NaOH) (s). marca Fermont, Productos Químicos Monterrey S.A. de C.V., México.
- Para la síntesis del precursor C/SiO₂/Mg se utilizaron los siguientes reactivos:
 1. Alcohol etílico absoluto (C_2H_5OH) (l). Productos Químicos Monterrey S. A. de C.V., México
 2. Ácido clorhídrico (HCl) (l). 36.9% pureza, marca Fermont Productos Químicos Monterrey S.A. de C.V., México
 3. Agua deionizada (l).
 4. Tetraetilortosilicato (TEOS) (l). Marca SIGMA-ALDRICH, producto de Alemania.
 5. Magnesio (Mg) (s). Marca SIGMA-ALDRICH, producto de Alemania.

- Para la purificación de SiC se utilizaron los siguientes reactivos:
 1. Ácido fluorhídrico 40% (HF) (l). Marca SIGMA-ALDRICH producto de USA.
 2. Ácido nítrico 70% (HNO₃) (l). Marca SIGMA-ALDRICH producto de USA.
 3. Agua deionizada (l).
 4. Hidróxido de sodio (NaOH) (s). marca Fermont Productos Químicos Monterrey S.A. de C.V., México.

III.2. Metodología

III.2.1. Procedimiento para el carbón activado

Para producir aproximadamente 12 gr de carbón activado se utilizó el método de activación química el cual se desarrolla en las etapas siguientes: i) A temperatura ambiente se pesó 30 gr de sacarosa en una báscula digital marca Pioneer modelo PA214. ii) A este se le depositó en un vaso de precipitado de 200 ml (Pyrex) y se mezcló en 3 ml de agua deionizada con una varilla agitadora de vidrio. iii) Posteriormente se agregó lentamente 15 ml de ácido sulfúrico al 98% concentrado agitando vigorosamente sobre la mezcla, evitando que se enfríe la reacción calentando el vaso y en unos escasos minutos se obtiene la formación del carbono en forma de un residuo negro esponjoso (con gran porosidad) y se puede describir con la reacción química a continuación:



Lo que ha sucedido es una reacción de deshidratación del azúcar provocada por el ácido sulfúrico. La sacarosa se convierte en un residuo negro de carbono, mientras que el agua se desprende en forma de vapor porque la reacción es altamente exotérmica, provocando ese ascenso de la masa y esa textura esponjosa. Se muestran los pasos de la reacción en la Figura 5.



Figura 5. Imágenes a, b, c y d del proceso de la reacción de sacarosa con ácido sulfúrico para la formación de carbón.

iv) Este residuo negro (carbón) se sometió a un tratamiento de neutralización en hidróxido de sodio 0.1 M, debido al ácido restante que no reaccionó en la activación química. v) El carbón neutralizado que se obtiene se filtra y se lava con abundancia de agua deionizada hasta que este quede limpio de hidróxido de sodio como se muestra en la Figura 6.



Figura 6. Imagen de lavado de carbón.

vi) Seguido de esto, se le da un tratamiento de secado a 110°C por 1 hora en un horno marca Thermolyne modelo FB1410M y se observa como el carbón pierde su masa de agua como se puede observar en la Figura 7.



Figura 7. Imagen del carbón libre de humedad.

vii) Después de secarlo, se muele en un mortero hasta obtener polvos finos de carbón como se observa en la Figura 8. viii) El paso final es activar el carbón por medio de una pirolisis en un horno tubular marca Thermo Scientific modelo Lindberg Blue M en un medio inerte de argón a 300°C por 3 hrs. Todo este proceso se resume en los siguientes pasos que se muestran en la Figura 9.



Figura 8. Imagen de carbón molido en polvo fino.

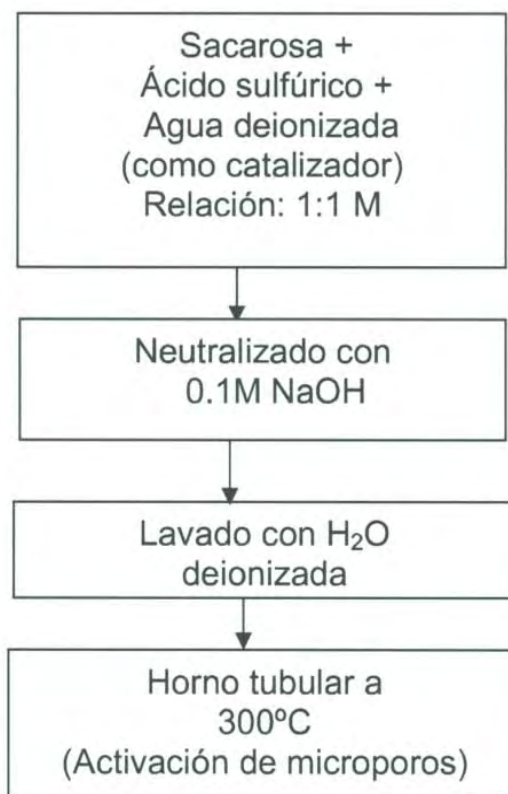


Figura 9. Diagrama de flujo para la formación de carbono por el método activación química.

III.2.2. Procedimiento para la síntesis de carburo de silicio

Para la síntesis de carburo de silicio se dividió en varias etapas comenzando primeramente con la formación del compuesto C/SiO₂ en la cual se utilizó la técnica sol-gel y por último con la producción del precursor C/SiO₂/Mg el cual se empleó en el método de reducción magnesiotérmica de sílice (SiO₂). Los cuales se plantean y desarrollan en los siguientes pasos: i) Inicialmente se introdujo 3 gr de carbón activado ya obtenido y explicado anteriormente en un recipiente de plástico de 200 ml como se muestra en la Figura 10, porque el dióxido de silicio que se forme será difícil de remover del recipiente de vidrio (pirex). ii) Enseguida se preparó el sol para formar sílice para así sucesivamente este se infiltre en los poros del carbón activado; utilizando como precursores de esta reacción alcohol etílico absoluto, agua deionizada y tetraetilortosilicato (TEOS) en una relación molar estequiométrica 1:1:1 como se describieron anteriormente estas reacciones químicas de hidrolisis y condensación en la revisión bibliográfica, en las reacciones involucradas del proceso sol-gel.



Figura 10. Imagen de la técnica sol-gel para formar compuesto de C/SiO₂.

iii) Después se sometió a un proceso de gelificación y envejecimiento por 2 días a temperatura ambiente que fue aproximadamente de 35°C para así tener totalmente recubiertos los poros del carbón activado de SiO₂ así como se aprecia en la Figura 11.



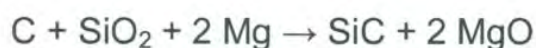
Figura 11. Imagen del compuesto C/SiO₂ cristalizado.

iv) El compuesto de C/SiO₂ obtenido por la técnica sol-gel peso aproximadamente 18 gr y se mezcla con magnesio (Mg), por lo que, la relación molar estequiométrica de Mg para el compuesto C/SiO₂ es de 2:1 como se muestra en la Figura 12.



Figura 12. Imagen del precursor C/SiO₂/Mg.

v) Por último, el proceso se finaliza mediante una reducción magnesio-térmica de sílice con el precursor (C/SiO₂/Mg) en el cual se introducen 2.6 gr (que del cual el 10% es solo de carbón activado) en un crisol de alta pureza como se muestra en la Figura 13, seguido pasa a un horno tubular marca Thermo Scientific modelo Lindberg Blue M a 700°C por 6 horas en atmosfera de argón como se observa en la Figura 14, del cual se obtiene el SiC a esa temperatura por uso del magnesio que funciona como un catalizador para la formación de carburo de silicio [27,28]; donde la reacción química está dada por :



Lo que sucede en esta reacción es que el polvo de magnesio se funde cerca de 650°C, donde la presión de vapor es de aproximadamente 130 Pa y reduce el marco de sílice a silicio en primer lugar ($2 \text{Mg} + \text{SiO}_2 \rightarrow 2\text{MgO} + \text{Si}$). Entonces, el silicio obtenido reacciona con el carbono para formar SiC ($\text{Si} + \text{C} \rightarrow \text{SiC}$). Aunque el magnesio no es un reactivo en el último paso, todavía es sumamente indispensable porque el SiC sólo puede formarse por encima de 1200°C a partir de carbono y silicio, si no hay un catalizador metálico presente. El desarrollo sistemático de todas estas etapas aparece detallado en la Figura 15.



Figura 13. Imagen de la muestra del precursor C/SiO₂/Mg en crisol de alta pureza.



Figura 14. Imagen de Horno tubular donde se lleva a cabo la reducción magnesiocarbónica de sílice.

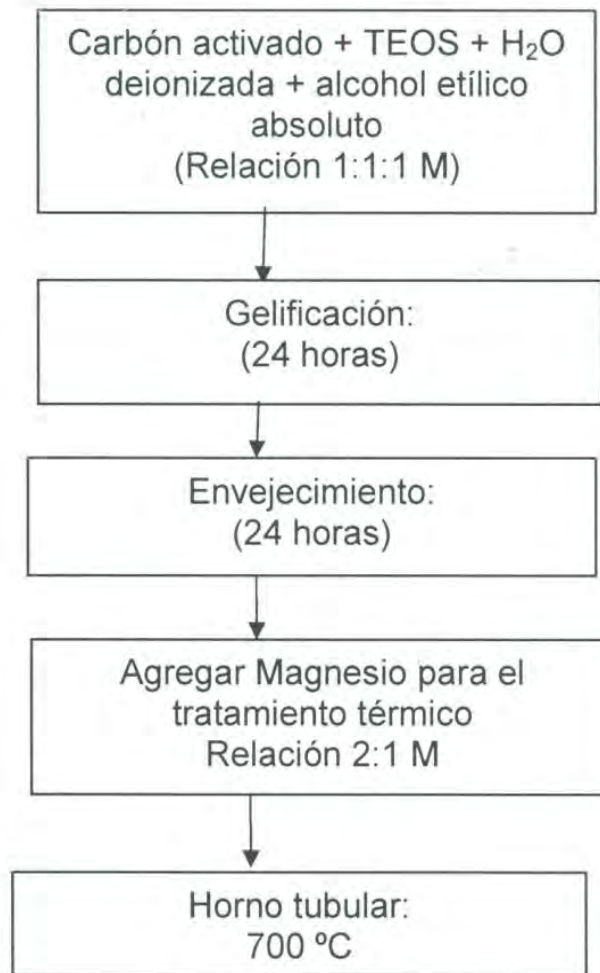


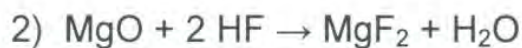
Figura 15. Diagrama de flujo del proceso de Carburo de Silicio mediante de la técnica Sol-Gel.

III.2.3. Procedimiento de purificación de carburo de silicio

La utilización de magnesio como catalizador es de gran ayuda para disminuir la temperatura de reacción para la formación de carburo de silicio, pero tiene también ciertas desventajas que es en la purificación de este y de sus residuos que no reaccionan con el carbón y de la sílice. Por lo que se elaboran lavados con ácidos muy corrosivos para extraer todos estos residuos. Usando una solución de ácido fluorhídrico (HF) al 10% v/v y ácido nítrico (HNO₃) 4M en agua. Se lava el SiC producido en un recipiente de teflón en el cual se utiliza una campana extractora de gases, guantes de nitrilo y mascarara de gases por la seguridad que se debe de obtener por estos ácidos muy corrosivos. Este lavado se deja reposando hasta que termine la reacción de disolución del SiO₂ y que todo el SiC restante quede precipitado, por lo que comúnmente tarda 6-8 horas. Después se neutraliza estos ácidos con una solución de hidróxido de

sodio (NaOH) 0.1 M y lavando con abundancia de agua deionizada hasta que su pH se mantenga neutro como se muestra en las Figuras 16 y 17. Por último, el polvo de carburo de silicio se le da un tratamiento térmico para secarlo en un horno a 110°C por 1 hora. Después en una báscula digital se pesó y el valor obtenido fue de 0.221 gr ya que solo el 10% de la muestra inicial (2.6 gr) de carbón es el que logro reaccionar con el dióxido de silicio.

Reacciones químicas del proceso de purificación:



En la reacción uno, el dióxido de silicio se disuelve en ácido fluorhídrico formando tetrafluoruro de silicio (SiF_4), en la segunda reacción, el óxido de magnesio (MgO) se disuelve en ácido fluorhídrico similarmente produciendo fluoruro de magnesio (MgF_2); estos productos mencionados son atacados con ácido nítrico debido a que son solubles en él y es lo que permite la eliminación de estos. Este tratamiento de purificación se resume en la Figura 18 que se muestra a continuación:

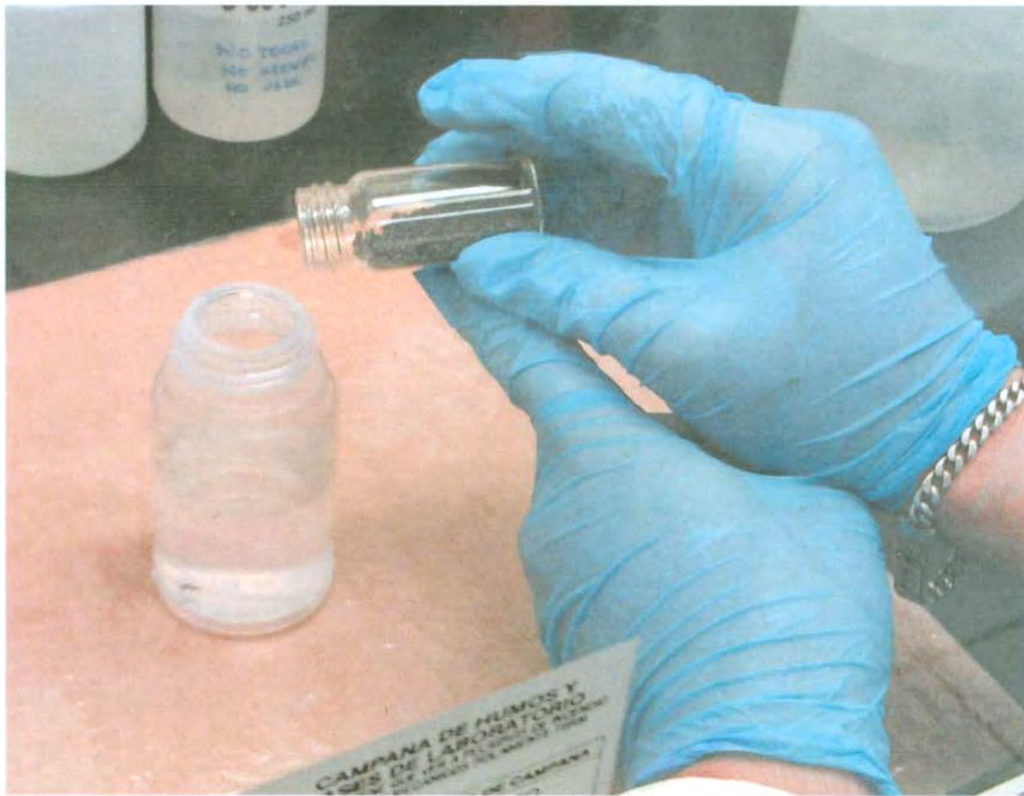


Figura 16. Imagen del tratamiento de purificación de carburo de silicio mediante ácidos ($\text{HF} + \text{HNO}_3$).



Figura 17. Imagen de neutralización de ácidos mediante hidróxido de sodio 0.1 M.

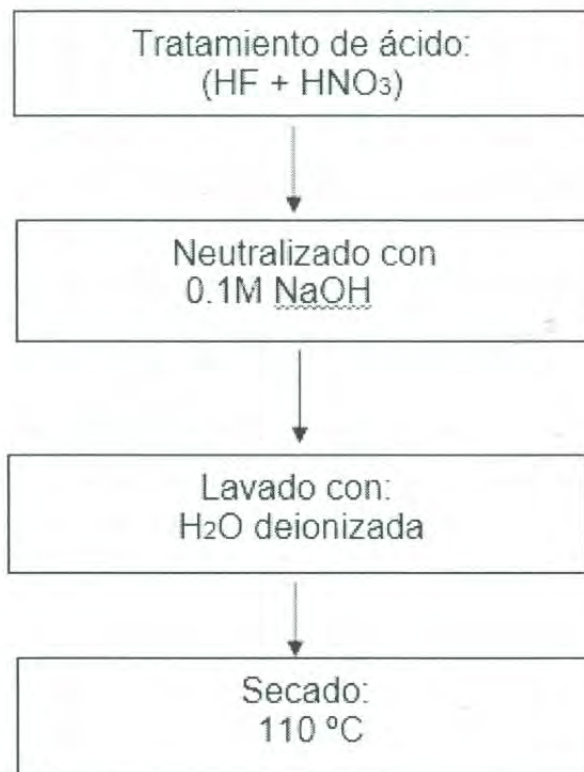


Figura 18. Purificación del carburo de silicio.

III.3 Técnicas de Análisis

III.3.1. Difracción de rayos-x (DRX)

El fundamento de esta técnica reside en el fenómeno conocido como dispersión de una radiación-x cuando incide sobre la materia. Este fenómeno consiste en que parte de la radiación-x incidente se desvía de su dirección original por interacción con el material irradiado. Esta desviación puede ser usada con ciertos algoritmos basados en las ecuaciones de la ley de Bragg para el cálculo de las distancias interatómicas características del material caracterizado. Las pruebas se llevaron a cabo en un equipo marca Broker AXS, modelo D8 Advance, utilizando una longitud de onda de 1.5406 para la $K\alpha$ del Cobre.

III.3.2. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)

Cuando el haz de electrones incidente tiene suficiente energía es posible que acceda hasta las capas más internas del átomo pudiendo expulsar un electrón de estas capas. El átomo queda excitado y se dice que está ionizado. Este sistema es inestable y en un tiempo volverá a su situación mínima de energía. Un electrón de una órbita superior cae en esta trampa y su exceso de energía se emite en un fotón de rayos-x. Evidentemente estos rayos-x pueden acceder a la superficie del material desde profundidades elevadas y como estos rayos-x son característicos del átomo que ha participado en la integración, esto nos permitirá identificar el material a nivel elemental. La detección de estos rayos-x constituye la técnica de rayos-x por dispersión de energías (EDS). Las pruebas se llevaron a cabo en un equipo marca Bruker, Modelo QUANTAX en los laboratorios NICDET de Rubio Pharma.

III.3.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Un haz de electrones incide sobre una muestra y de la interacción de estos electrones con los átomos de la misma, surgen electrones secundarios los cuales surgen de la superficie de la muestra y estos son captados por detectores y son proyectados en pantallas en forma tridimensional. Las pruebas se llevaron a cabo en un equipo marca PEMTRON, modelo SS-300 en los laboratorios NICDET de Rubio Pharma.

IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

IV.1.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La Figura 20 muestra la imagen de microscopio electrónico de barrido de los granos de carbón poroso para formular compósitos C/SiO₂. En esta figura se puede apreciar la estructura porosa amorfa (heterogénea) del carbono y que su tamaño de poros es micrométrica.

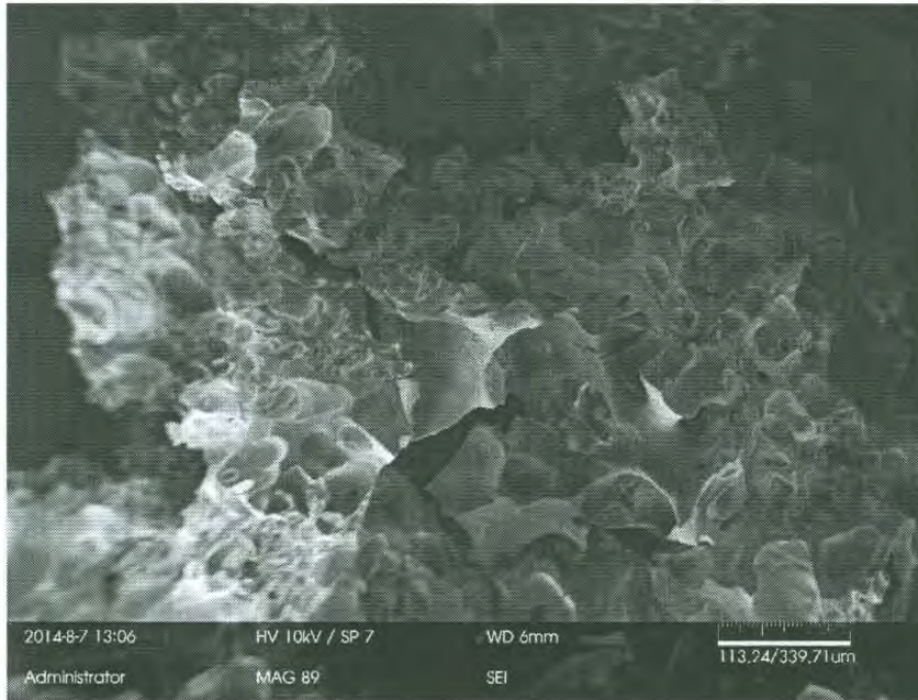


Figura 20. Imagen SEM de los gránulos de carbón microporoso por medio de la deshidratación por ácido sulfúrico.

IV.1.3. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)

La Figura 21 muestra el espectrograma del microscopio de rayos-x por dispersión de energías en el cual se muestra claramente el pico de carbón y de otros elementos como de oro y aluminio que fueron producidos por el soporte y recubrimiento donde estaba colocada la muestra de carbón activado. Los picos de oro y aluminio aparecerán de forma constante en espectrogramas posteriores por el protocolo de caracterización utilizado a menos que su descripción sea aclarada.

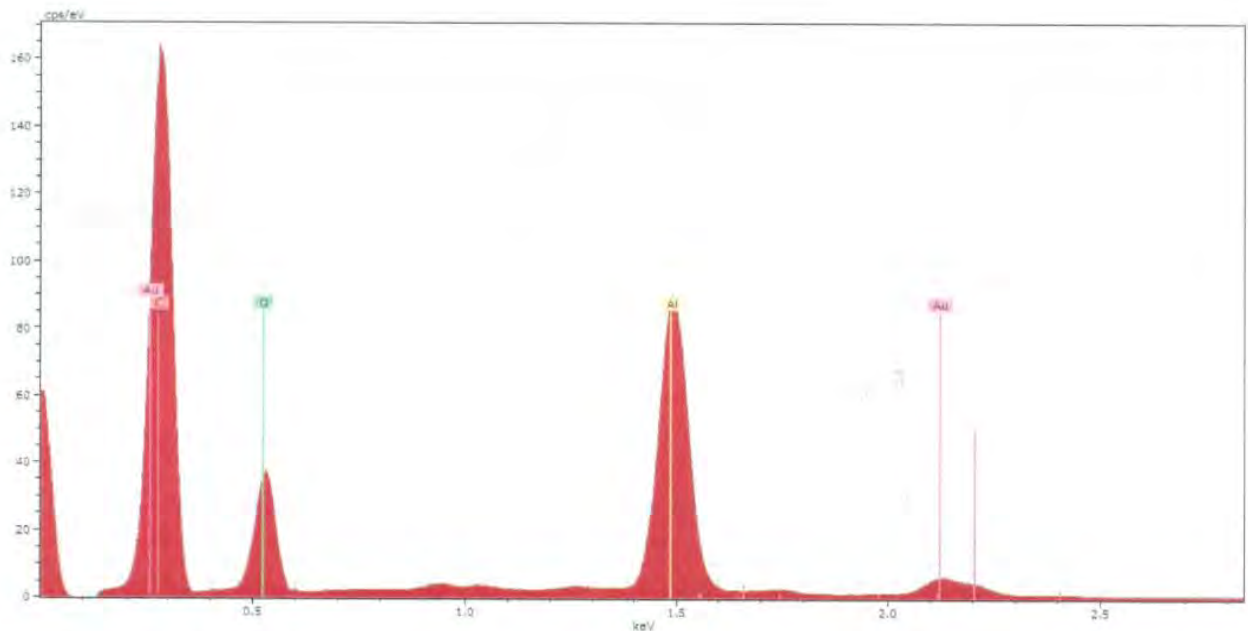


Figura 21. Espectrograma que muestra el pico esperado de C, además de picos de oro y aluminio producidos por el soporte donde estaba colocada la muestra.

IV.2. Caracterización de Compósito C/SiO₂

Siguiendo con el procedimiento de la producción de carburo de silicio, se formuló un compuesto a partir del carbón microporoso con una solución de TEOS; para así formar este compuesto C/SiO₂.

IV.2.1. Difracción de rayos-x (DRX)

En la Figura 22, se puede observar el patrón de difracción de rayos-x para el compuesto C/SiO₂ para la formulación de SiC, en la cual se muestra la ausencia de picos pocos definidos como en el patrón pasado del carbón microporoso. En esta figura se aprecia la existencia del SiO₂ y cristobalita amorfa a los 22 grados y del carbono amorfo, en el cual, este compuesto no sufrió alteraciones en su estructura.

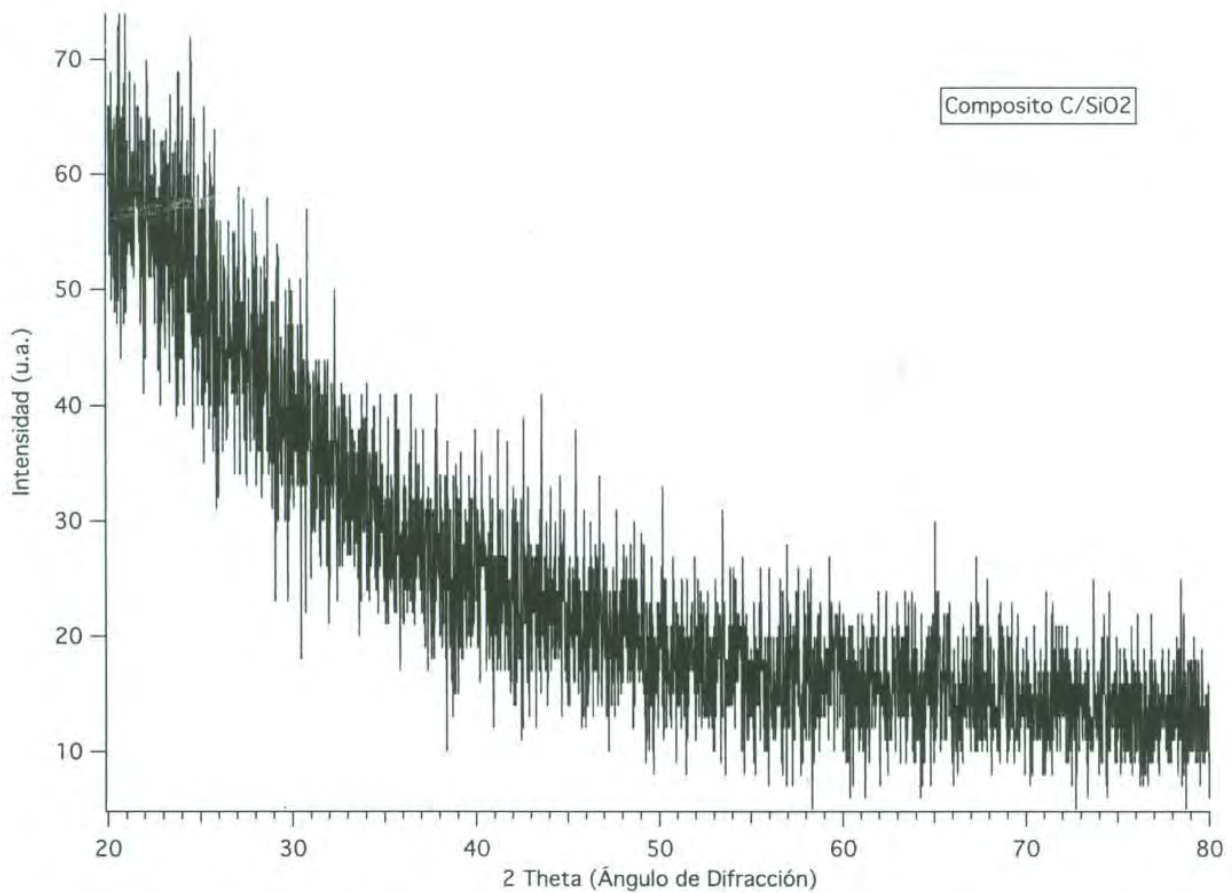


Figura 22. Patrón de DRX para el compuesto C/SiO₂ producido a partir del carbón microporoso y la adición de la solución de TEOS.

IV.2.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La Figura 23 muestra la imagen de microscopio electrónico de barrido de la muestra del compuesto C/SiO₂ donde se puede observar que la porosidad superficial del carbono fue recubierta por el SiO₂ y se puede apreciar con un tono de color menos opacado, también se ve como este compuesto coexiste en una forma amorfa y sin alterar su estructura cristalográfica.

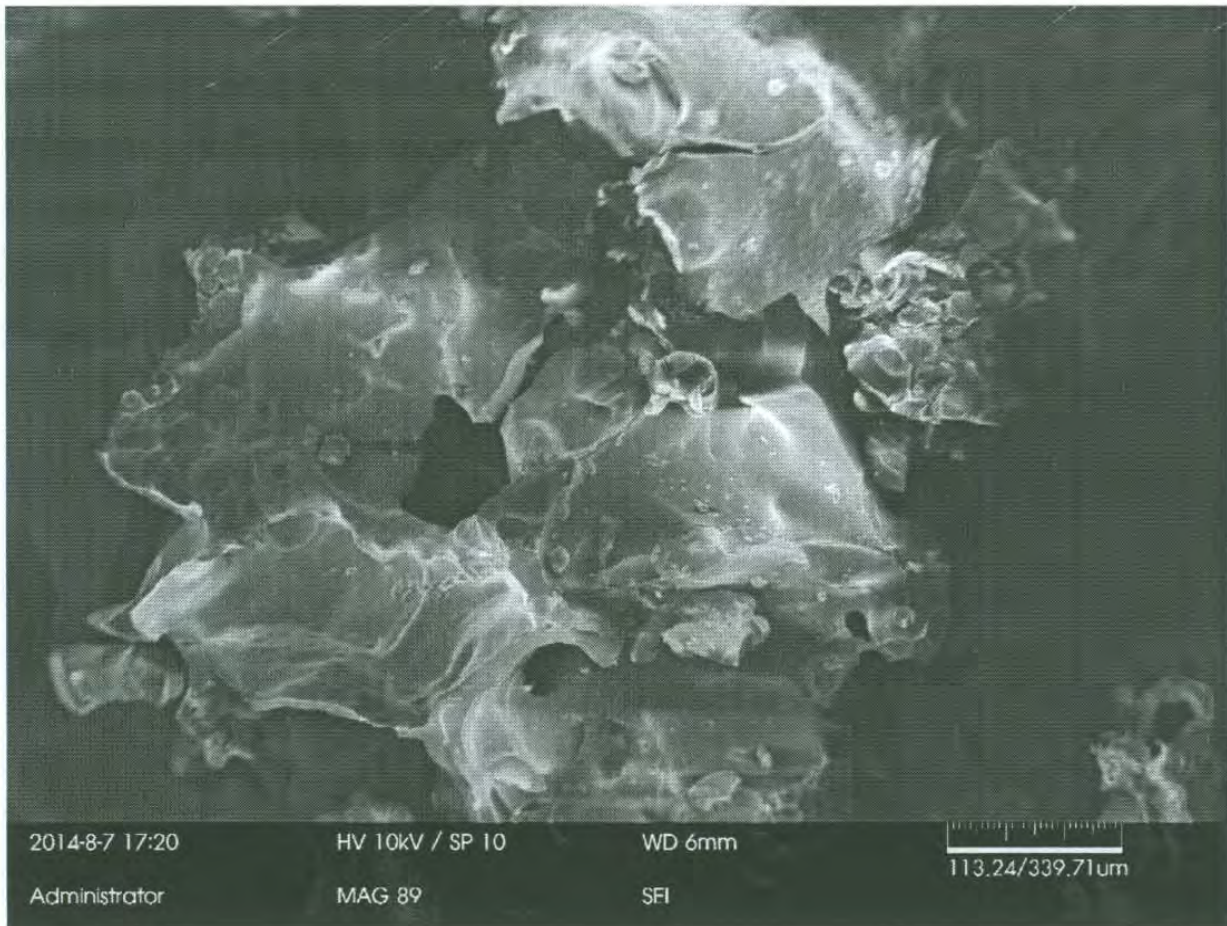


Figura 23. Imagen SEM del compuesto C-SiO₂ formado a partir de los granos de C y la adición de la solución de TEOS.

IV.2.3. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)

La Figura 24 muestra el espectrograma del microscopio de rayos-x por dispersión de energías donde se muestran los picos de los elementos de silicio, oxígeno, carbono.

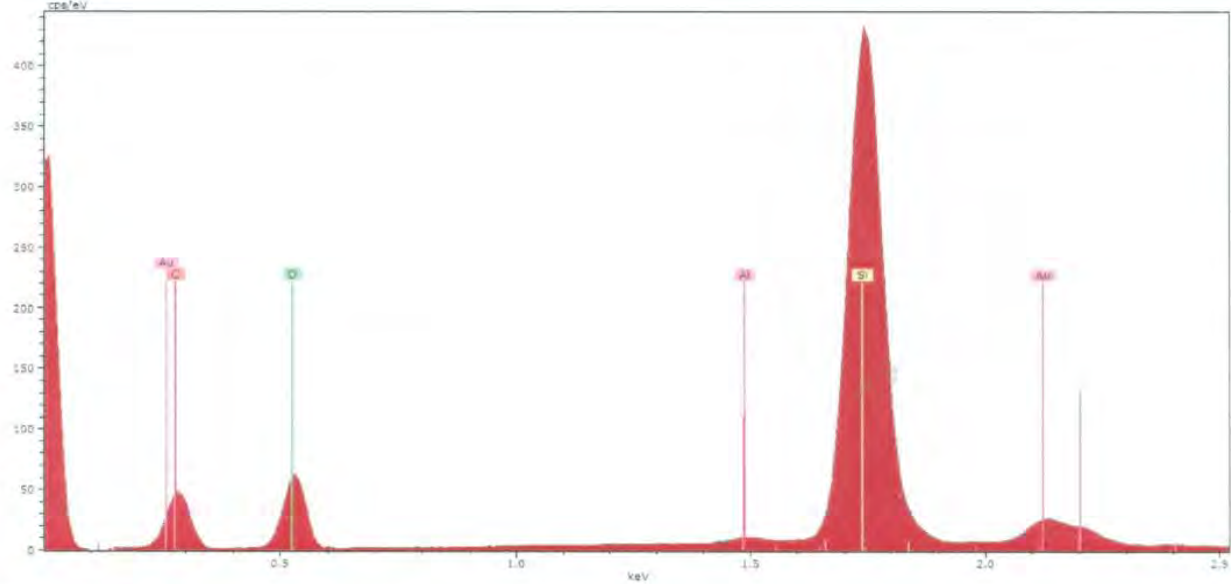


Figura 24. Espectrograma del compuesto C/SiO₂

IV.3. Caracterización de SiC mediante el Compósito C/SiO₂/Mg con Tratado Térmico

IV.3.1. Difracción de rayos-x (DRX)

En la Figura 25, se muestra el patrón de difracción de rayos-x para el compuesto C/SiO₂/Mg para la formulación de SiC después del tratado térmico a 973K y antes de ser lavado por ácidos. En este patrón de difracción de rayos-x se observa la aparición de SiC con picos característicos al polimorfismo hexagonal 2H, además de diversos compuestos residuales, esto es debido, a que fue tratada magnesio-térmicamente y dio como resultado reacciones químicas que originaron estos compuestos que se pueden ver a continuación en la Tabla I.

Tabla I. Nomenclatura de compuestos químicos en el patrón de DRX para el compuesto C/SiO₂/Mg.

Compuesto químico	Angulo de difracción	Símbolo
SiO ₂	21.6	x
MgSiO ₄	24, 52.41	&
Si	28, 48, 75, 68, 56	*
Mg ₂ Si	40, 53	+
MgO	36, 43, 62.3, 78.6, 74	#
SiC	35.7, 61, 72,	@

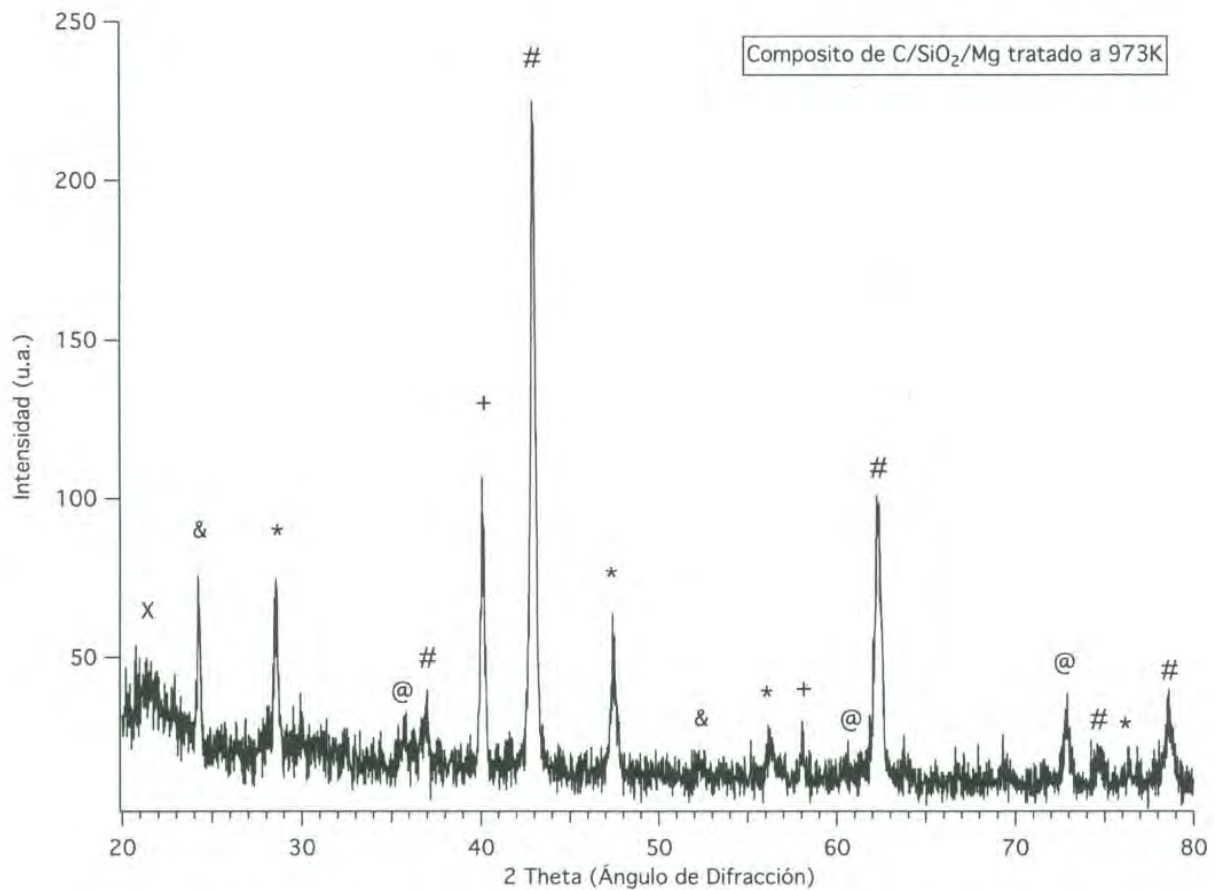


Figura 25. Patrón de DRX para el compósito de C/SiO₂/Mg después del tratamiento térmico y antes del tratamiento de purificación.

IV.3.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La Figura 26 muestra la imagen de microscopio electrónico de barrido de la muestra del compósito después del tratamiento térmico con magnesio pero antes de lavarlo con ácido. En esta imagen SEM se puede percibir cierta porosidad opacada probablemente por los remanentes de SiO₂ y MgO.

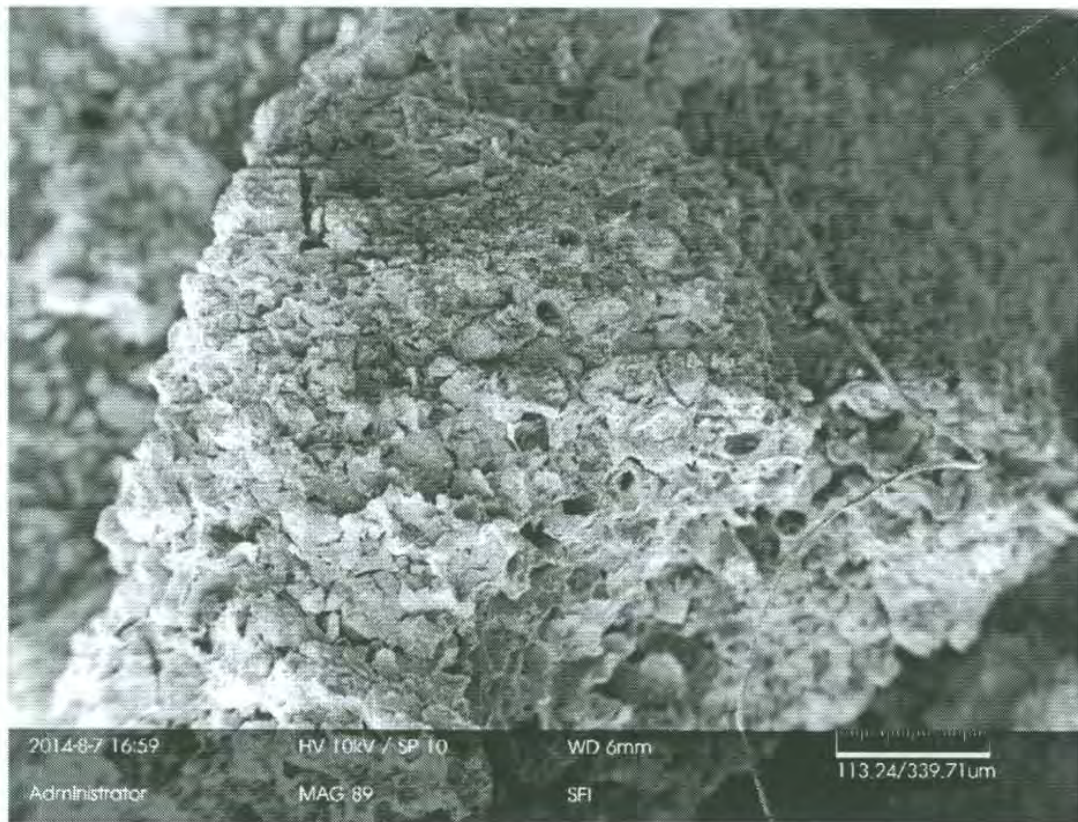


Figura 26. Imagen del compuesto después del tratamiento térmico pero antes del lavado con ácidos.

IV.3.3. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)

La Figura 27 muestra el espectrograma del microscopio de rayos-x por dispersión de energías después del tratado magnesio-térmico y antes del lavado con ácidos, donde se aprecian los picos de los elementos de silicio, oxígeno, carbono y magnesio; donde el magnesio es la contaminación más notoria ya que reacciona con el oxígeno para que así se produzca el carburo de silicio. El sodio que se observa probablemente se debe a residuos obtenidos durante la neutralización del carbón después de su producción por el método de deshidratación acida de la sacarosa.

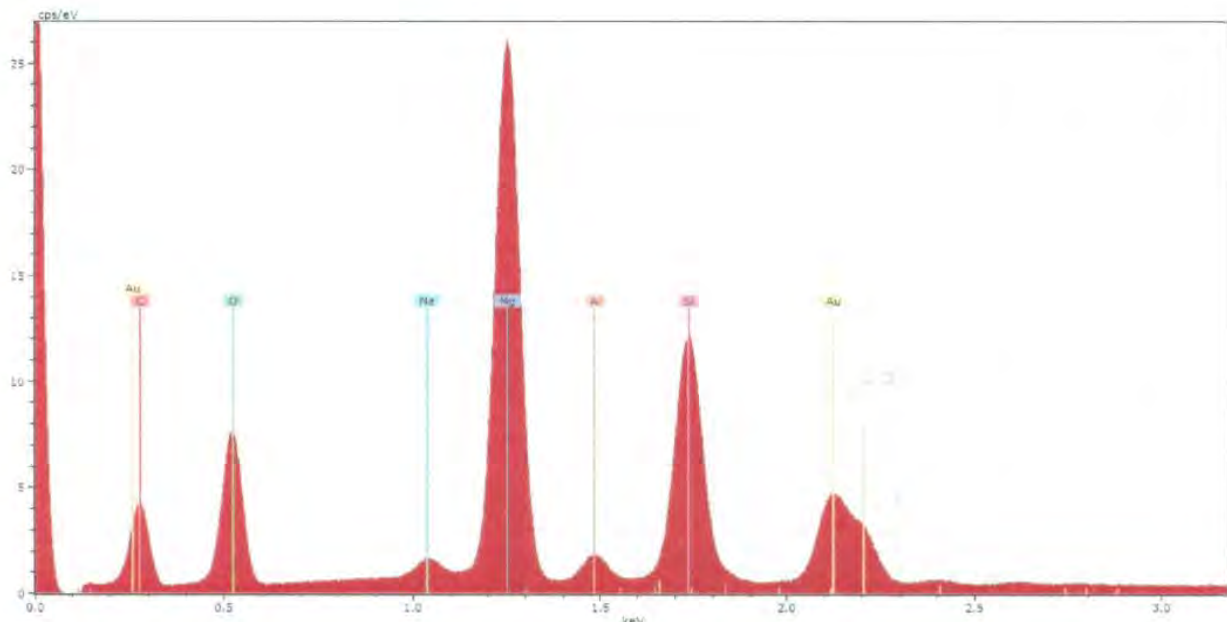


Figura 27. Espectrograma del producto después del tratamiento térmico y antes de lavados con ácidos.

IV.4. Caracterización de SiC Purificado

En este último paso para la síntesis del carburo de silicio (SiC), se llevó acabo el lavado con ácidos para la purificación de este.

IV.4.1. Difracción de rayos-x (DRX)

En la Figura 28, se muestra el patrón de difracción de rayos-x para el carburo de silicio después del tratado magnesio-térmico a 973K y después de ser lavado y purificado por ácidos. En este patrón de DRX se observa la aparición de picos característicos de SiC hexagonal con polimorfismo 2H altamente cristalizado y la casi nula aparición de magnesio y la reducción de los otros compuestos químicos que lo conformaron antes del lavado. Se puede destacar también la aparición de SiO₂ y de otro compuesto que aún no se puede determinar que es, aunque se cree que sea efecto del substrato de aluminio utilizado durante la caracterización debido al ángulo correspondiente. A continuación se muestra la Tabla II con la nomenclatura de los compuestos químicos encontrados en la Figura 28.

Tabla II. Nomenclatura de compuestos químicos en el patrón de DRX para el SiC purificado.

Compuesto químico	Angulo de difracción	Símbolo
SiO ₂	22	X
Mg ₂ SiO ₄	31	&
MgO	37, 43	#
SiC	38	@
Mg ₂ Si	40	+
Aluminio (?)	44.5	!

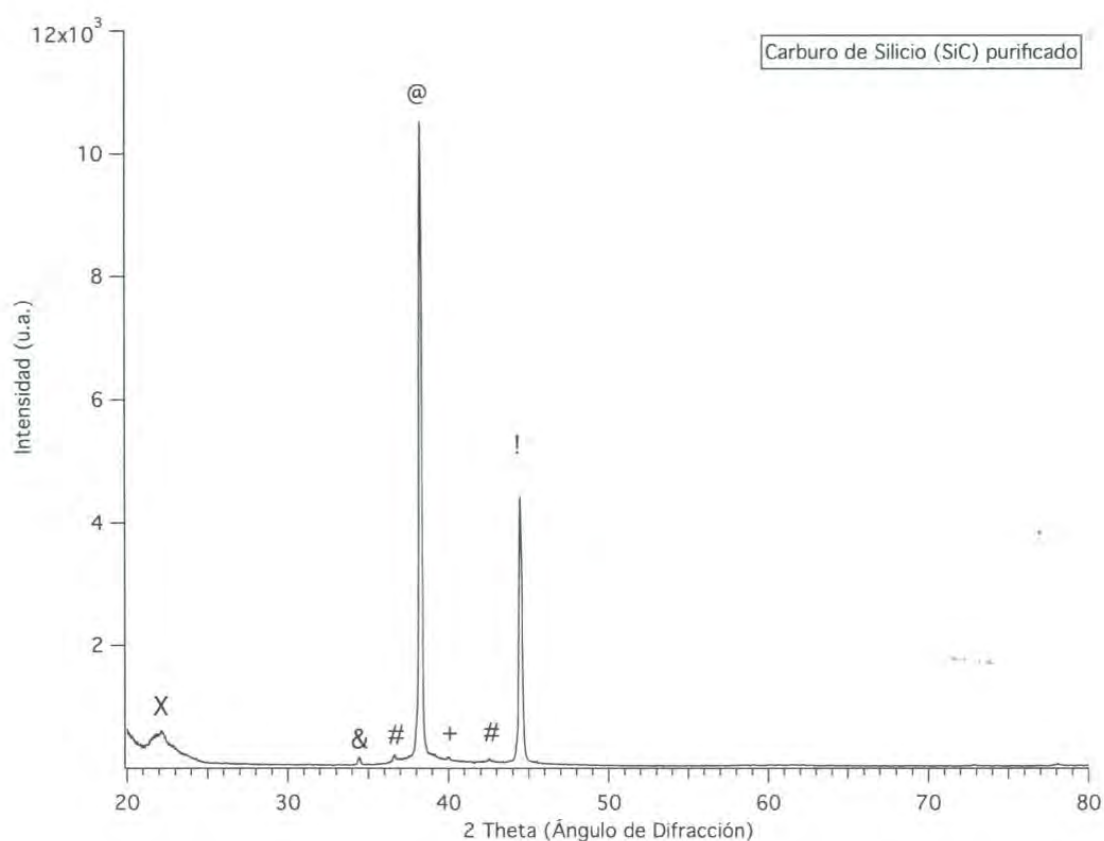


Figura 28. Patrón de DRX para el SiC después del tratamiento de purificación mediante ácidos.

IV.4.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La Figura 29 muestra la imagen de microscopio electrónico de barrido de la muestra de carburo de silicio lavado y purificado, mostrando la característica porosidad formada durante la deshidratación de la sacarosa con el ácido sulfúrico.

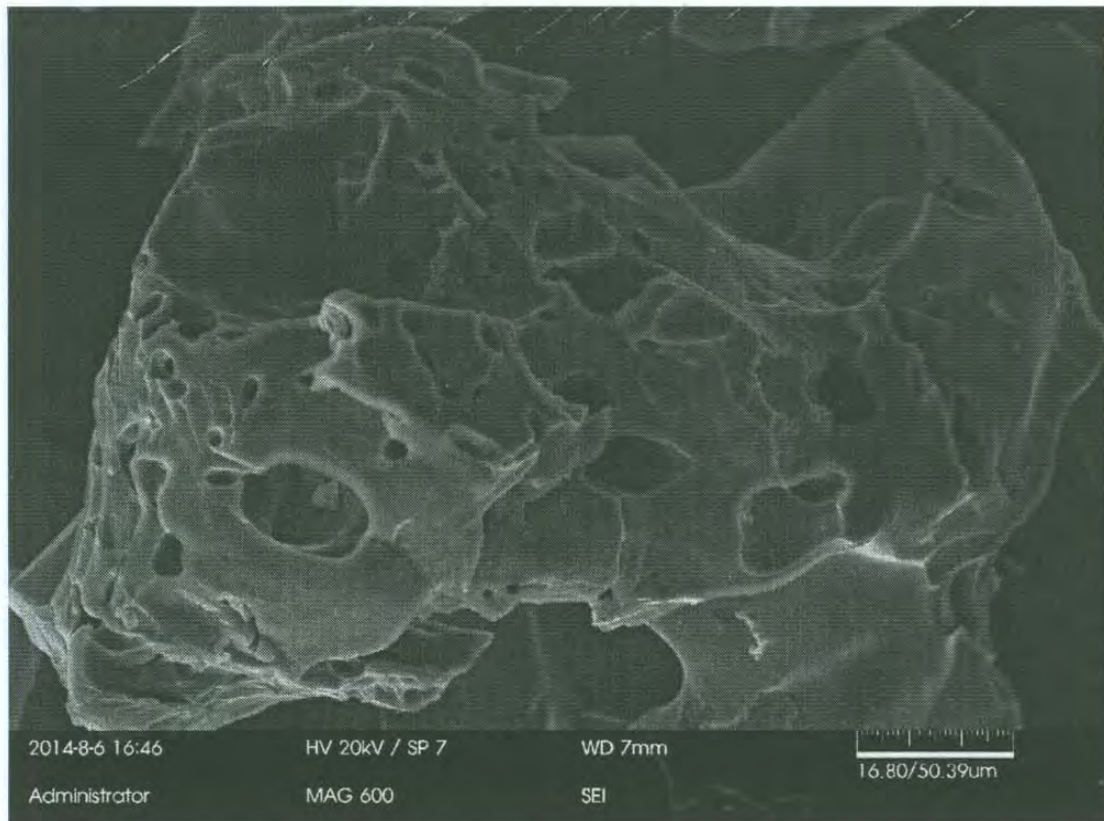


Figura 29. Imagen SEM de los granos de SiC obtenido después del tratamiento térmico a 973K en Ar y de los lavados con ácidos.

IV.4.3. Espectroscopia de rayos-x de energía dispersiva (EDS)

La Figura 30 muestra el espectrograma del microscopio de rayos-x por dispersión de energías del compuesto final de SiC después del lavado con ácidos y de esta manera obtenemos que en el espectrograma no aparece más el pico de magnesio que predominaba en el espectrograma pasado antes del lavado y purificado con ácidos. Se pueden observar residuos de cloro y sodio, esto se debe al proceso de neutralización con NaOH y HCl usado al final de la purificación con ácidos.

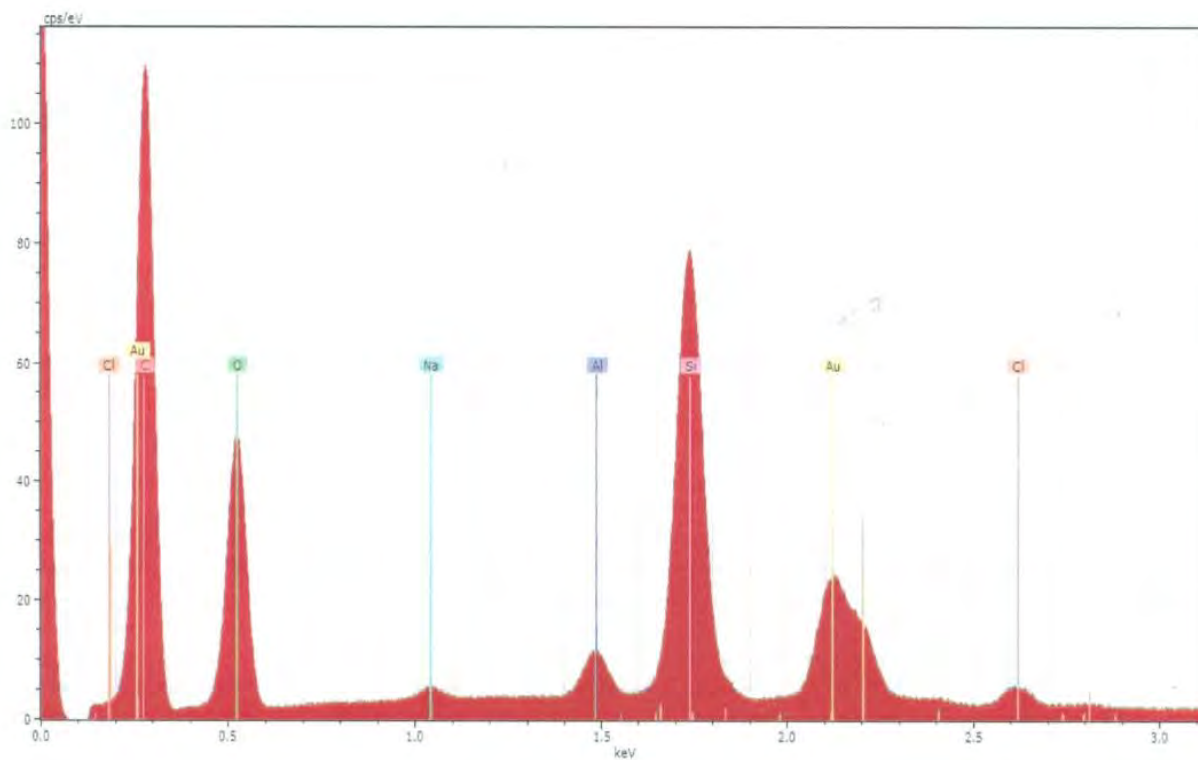


Figura 30. Espectrograma del compuesto final de SiC, después de los lavados mostrándose la ausencia del pico de Mg.

V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

7-150 056

V.1. Conclusiones

V.1.1. Síntesis de carbón poroso

- Se logró producir carbón microporoso mediante activación química utilizando como materia prima sacarosa y como deshidratante ácido sulfúrico (H_2SO_4), en el cual tuvimos excelentes resultados de una manera sencilla, práctica y económica.
- Uno de los factores económicos fue el ahorro de energía eléctrica al no utilizar el horno a altas temperaturas para obtener carbón microporoso ya que en la activación química se lograron tener de todo tipo de poros aunque se le trato a una temperatura de 300 °C, pero si hubiera sido por activación física se necesitaría de 700 a 1000 °C para lograr esto.
- Se obtuvo experimentalmente la cantidad estimada basada en la estequiometría de carbón poroso después de haber hecho los lavados y el secado.

V.1.2. Síntesis de compuesto C/SiO₂

- Se sintetizaron compósitos de carbón microporoso-dióxido de silicio mediante la técnica sol-gel, utilizando carbón microporoso inmerso en los precursores de la reacción alcohol etílico absoluto, agua deionizada, tetraetilortosilicato (TEOS) y catalizado con ácido clorhídrico de una forma fácil y sencilla.
- El método sol-gel utilizado para la síntesis de este material, fue de gran ahorro energético ya que para lograr formar compósitos de carbón-silicio como en otros procesos mencionados fundían el silicio en un horno a temperaturas de 1300 a 1500 °C y lo incrustaban en los poros de carbono, y en esta técnica se da a temperaturas ambientales por lo que es sumamente eficiente.

V.1.3. Síntesis de SiC mediante el compuesto C/SiO₂/Mg con tratado térmico

- Se logró obtener carburo de silicio mediante el tratado magnesio-térmico, por lo que, el magnesio funciona como electroreductor para disminuir la temperatura en la reacción de producción de SiC de 1400 a 700 °C y esto nos ayudó en gran manera en el consumo energético, pero también que no contábamos con un horno que llegara a tan altas temperaturas [28].
- El producto final sintetizado fue del tipo α -SiC para el polimorfismo hexagonal del tipo 2H.

V.1.4. Síntesis de SiC purificado

- Se trató el carburo de silicio para su purificación mediante una solución de dos ácidos muy corrosivos el ácido fluorhídrico y ácido nítrico ya que estos ácidos en solución disuelven al SiO₂ y MgO, que no hayan reaccionado.
- Se neutralizaron los ácidos de una manera rápida con una solución de sosa caustica 0.1 M para después lavar con agua destilada y terminar el tratado de purificación y obtener el producto final.

V.2. Recomendaciones

- Desarrollar estudios para comprobar si es factible como material semiconductor para su posible empleo en dispositivos electrónicos.
- Desarrollar pruebas como materiales estructurales de alta temperatura, por ejemplo, adsorbentes (filtros), aislantes térmicos, celdas fotovoltaicas y accesorios de hornos.
- Desarrollar el estudio de la biocompatibilidad evaluando su comportamiento en cultivos celulares, implantación tisular, pruebas de sensibilización, comportamiento mecánico entre otros.

- Fomentar pruebas en aplicaciones farmacéuticas como en la introducción de drogas medicinales en la estructura porosa de este material.
- Desarrollar pruebas de corrosividad para recubrimientos de piezas metálicas de las maquinas utilizadas en la industria de la termoeléctrica que son afectadas por ácidos muy corrosivos.

VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. M. A. Encinas-Romero, S. Aguayo-Salinas, J. L. Valenzuela-García, S. R. Payán, and F. F. Castellón-Barraza, Mechanical and Bioactive Behavior of Hydroxyapatite-Wollastonite Sintered Composites, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 7, no. 2, pp. 164-177, Mar. 2010.
2. Blitterswijk C, Thomsen P, Lindahl A, Hubbell JA, Williams D, Cancedda R, et al. *Tissue engineering*. 1st ed. Blitterswijk C, editor. London: Academic Press: Elsevier; 2008.
3. Willie BM, Petersen A, Schmidt-Bleek K, Cipitria A, Mehta M, Strube P, et al. Designing biomimetic scaffolds for bone regeneration: Why aim for a copy of mature tissue properties if nature uses a different approach? *Soft Matter*. 2010;6(20):4976-87
4. Park J, Lakes RS. *Biomaterials an introduction*. 3er ed. Park J and Lakes RS, editors. New York: Springer; 2007.
5. P. Zavala-Rivera, Síntesis y caracterización de un Material Compuesto de Hidroxiapatita, Wollastonita y Quitosana, Universidad de Sonora, 2007.
6. Groth, T., Biomateriales y biocompatibilidad. Visión general: definición del concepto, aplicación y análisis, *Revista Quintessence Técnica*, 2006 AGO-SEP; 17 (7), Página(s) 392-397.
7. P. Díaz-Rodríguez Carburos de silicio biomorficos como cerámicas portadoras de fármacos para su aplicación en implantes óseos, Universidad de Compostela, 2014.
8. Lopez-Alvarez M, de Carlos A, Gonzalez P, Serra J, Leon B. Cytocompatibility of bio-inspired silicon carbide ceramics. *J Biomed Mater Res, Part B*. 2010; 95B(1):177-83.

9. Zhu D, Gao M, Zhang S, Wu H, Pan Y, Liu Y, et al. A high-strength SiCw/SiC-Si composite derived from pyrolyzed rice husks by liquid silicon infiltration. *J Mater Sci*. 2012;47(12):4921-7.
10. L.L. Hench, "Biomaterials: a Forecast for the Future," *Biomaterials*, 19 1419–1423 (1998).
11. B.D. Ratner and L.L. Hench, "Perspectives on Biomaterials, Current Opinion," *Solid State and Materials Science*, 4 379-380 (1999).
12. Barrere F, Mahmood TA, de Groot K, van Blitterswijk CA. Advanced biomaterials for skeletal tissue regeneration: Instructive and smart functions. *Mater Sci Eng, R*. 2008;R59(1-6):38-71.
13. Ratner B. *Biomaterials science: an introduction to materials in medicine*. 2nd ed. Ratner B, editor. Amsterdam: Elsevier Academic Press; 2004.
14. Swanson TE, Cheng X, Friedrich C. Development of chitosan-vancomycin antimicrobial coatings on titanium implants. *J Biomed Mater Res, Part A*. 2011;97A(2):167-76.
15. Lee D, Yun Y, Park K, Kim SE. Gentamicin and bone morphogenic protein-2 (BMP-2)-delivering heparinized-titanium implant with enhanced antibacterial activity and osteointegration. *Bone*. 2012;50(4):974-82.
16. Jonge LT, Leeuwenburgh SCG, Wolke JGC, Jansen JA. Organic-inorganic surface modifications for titanium implant surfaces. *Pharm Res*. 2008;25(10):2357-69.
17. Ratner B. *Biomaterials science: an introduction to materials in medicine*. 2nd ed. Ratner B, editor. Amsterdam: Elsevier Academic Press; 2004.

18. M. A. Encinas, "Síntesis y Caracterización de Compósitos de Hidroxiapatita-Wollastonita Mediante la Técnica Sol-Gel". Tesis Doctoral. Universidad de Sonora. Hermosillo, Sonora. Cap 2, 2009.
19. Cabanas MV, Pena J, Roman J, Vallet-Regi M. Tailoring vancomycin release from β -TCP/agarose scaffolds. *Eur J Pharm Sci.* 2009; 37(34):249-56.
20. Porter JR, Ruckh TT, Popat KC. Bone tissue engineering: A review in bone biomimetics and drug delivery strategies. *Biotechnol Prog.* 2009; 25(6):1539-60.
21. Geurts J, Chris Arts JJ, Walenkamp GHIM. Bone graft substitutes in active or suspected infection contra-indicated or not? *Injury.* 2011; 42 Suppl 2:S82-6.
22. Boccaccini AR, Gough Julie E. Tissue engineering using ceramics and polymers. 1sted. Boccaccini AR and Gough Julie E., editors. Cambridge: Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC; 2007.
23. Arcos D, Vallet-Regi M. Bioceramics for drug delivery. *Acta Mater.* 2013;61(3):890-911.
24. C. Millán. "Análisis Termogravimétrico de la Síntesis de Hidroxiapatita Vía la Técnica Sol-Gel," Tesis de Licenciatura. Universidad de Sonora. Hermosillo, Sonora. Cap. 3-4. 2009.
25. K. Koumoto, M. Shimohigoshi, S. Takeda, H. Yanagida. *J. Mater. Sci. Lett.*, 6 (1987), pp. 1453–1455
26. Okpalugo TIT, Ogwu AA, Maguire PD, McLaughlin JAD, Hirst DG. In-vitro blood compatibility of α -C:H:Si and α -C:H thin films. *Diamond Relat Mater.* 2004;13(4-8):1088-92.

27. Xi GC, Liu YK, Liu XY, Wang XQ, Qian YT. *J Phys Chem B* 2006;110:14172–8.
28. Shi YF, Zhang F, Hu YS, Sun XH, Zhang YC, Hyung IL, et al. *J Am Chem Soc* 2010;132: 5552–3.