



Benemérita Universidad Autónoma de Puebla



Facultad de Ciencias Físico Matemáticas

Influencia del tamaño de partícula de hidroxiapatita en las
propiedades de una pasta dental

Tesis presentada al

Colegio de Física

como requisito parcial para la obtención del grado de

LICENCIADO EN FÍSICA

por

Alma Victoria Avelino Pérez

Asesorada por

Dr. Heriberto Hernández Cocoletzi
Facultad de Ingeniería Química BUAP
Co-directora de tesis

Dra. Claudia Olivia Mendoza Barrera
Facultad de Ciencias Físico Matemáticas BUAP

Puebla Pue.
11 de diciembre de 2024



Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

Facultad de Ciencias Físico Matemáticas

Influencia del tamaño de partícula de hidroxiapatita en las
propiedades de una pasta dental

Tesis presentada al

Colegio de Física

como requisito parcial para la obtención del grado de

LICENCIADO EN FÍSICA

por

Alma Victoria Avelino Pérez

Asesorada por

Dr. Heriberto Hernández Cocoltzi
Facultad de Ingeniería Química BUAP
Co-directora de tesis

Dra. Claudia Olivia Mendoza Barrera
Facultad de Ciencias Físico Matemáticas BUAP

Puebla Pue.
11 de diciembre de 2024

Título: Influencia del tamaño de partícula de hidroxiapatita en las propiedades de una pasta dental

Estudiante: ALMA VICTORIA AVELINO PÉREZ

COMITÉ

Dr. Víctor Manuel Altúzar Aguilar
Presidente

Dra. Martha Alicia Palomino Ovando
Secretario

Dr. Benito Flores Desirena
Vocal

Dr. Aldo Yair Tenorio Barajas
Vocal

Dr. Heriberto Hernández Cocolletzi
Facultad de Ingeniería Química BUAP
Co-directora de tesis

Dra. Claudia Olivia Mendoza Barrera
Facultad de Ciencias Físico Matemáticas BUAP
Asesor

Agradecimientos

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento a la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla (BUAP), por la sólida formación académica brindada a lo largo de mi trayectoria, así como por los conocimientos impartidos que han sido fundamentales para mi crecimiento intelectual. Además, agradezco las oportunidades de convivencia y el ambiente de camaradería, que no solo contribuyeron a mi desarrollo académico, sino también a mi crecimiento personal y a la construcción de mi identidad profesional. Extiendo mi gratitud a la Facultad de Ingeniería Química de la BUAP, por haberme brindado el apoyo necesario para el desarrollo de nuevas habilidades técnicas y conocimientos aplicados, los cuales han sido esenciales en mi formación integral y han enriquecido mi capacidad para enfrentar nuevos desafíos en el ámbito académico y profesional. Al Dr. Heriberto Cocoltzi de la FIQ-BUAP por su respaldo y constante asesoría durante la realización de esta tesis. Agradezco profundamente su apoyo incondicional y su valiosa contribución a mi formación académica y profesional. Su disposición para guiarme en cada etapa del proceso y la confianza depositada en mi desempeño han sido invaluable. Además, le agradezco por brindarme la oportunidad de participar en múltiples proyectos bajo su dirección, lo que ha enriquecido de manera significativa mi aprendizaje y crecimiento. A la Dra. Claudia Mendoza de la FCFM-BUAP por su respaldo y asesoría en la realización de esta tesis, agradezco también su generosidad al aceptar participar y ayudarme para concluir con esta etapa de mi formación, brindando su tiempo y experiencia para guiarme. Deseo expresar mi sincero agradecimiento a mis compañeros de laboratorio, quienes, con su apoyo, paciencia y disposición, me brindaron valiosa ayuda y explicaciones a lo largo de este proceso. Aprecio profundamente la convivencia que compartimos, así como los conocimientos y experiencias que intercambiamos, los cuales fueron fundamentales para enriquecer tanto mi formación académica como personal. Gracias por ser una parte esencial de este camino. A los profesores revisores de esta tesis.

Dedicatoria

La presente tesis está dedicada a Dios, a mis padres por guiarme a lo largo de este trayecto y etapa de mi vida, por sus consejos y atenciones, así como por las enseñanzas de vida y valor que me han ayudado a forjarme. A mis hermanos queridos por ser mi fuente de apoyo constante, compañeros de sonrisas y llantos y muchas veces mi consuelo. A mi tía Ofelia y a mi tío Vicente que en paz descansen, así como a Fernando por su incondicional apoyo y constante motivación, su compañía y aliento han sido una fuente de inspiración para mi crecimiento personal y profesional. Agradezco a mis amigos de la carrera Nicole, Mariela y Eduardo por su apoyo incondicional, y guía emocional, y a Nicole por darle su visto bueno al presente documento.

Resumen

El presente proyecto de tesis se centra en el desarrollo de una pasta dental que incorpora partículas de hidroxiapatita de distintos tamaños, obtenidas a partir de huesos de pollo. La hidroxiapatita se obtuvo mediante un proceso de calcinación de los huesos, seguido de la aplicación de ultrasonido. Se determinó que la temperatura óptima de calcinación es de 900 °C. Las técnicas de microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X mostraron que el tamaño promedio de partícula de la hidroxiapatita fue de 626.56 nm para 30 minutos de sonicación, 597.5 nm para 45 minutos, y 508.44 nm para 60 minutos con morfología alargada y fase cristalina hexagonal. Por su parte, la técnica por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier permitió determinar los terminales OH^- (hidroxilo), PO_4^{3-} (fosfato) y CO_3^{2-} (carbonato) característicos de la hidroxiapatita. Empleando cada tamaño de partícula fabricado, se formularon muestras de pastas dentales, garantizando la higiene y la composición óptima en cada muestra. Para asegurar el cumplimiento de los estándares sanitarios, se incorporó el biopolímero quitosano como agente antibacterial natural en la formulación de la pasta dental, dado que ha demostrado ser eficaz como inhibidor del crecimiento de microorganismos. La evaluación de las muestras de pastas dentales se realizó conforme a la norma NMX-K-539-NYCE-2020, cumpliendo con los requisitos de calidad establecidos para productos dentífricos. Todas las pastas evaluadas superaron las pruebas de pH, abrasión y consistencia.

Palabras clave: Hidroxiapatita natural, calcinación, ultrasonido, pasta dental, NMX-K-539-NYCE-2020.

Objetivos

Objetivo General

Elaborar una pasta dental biocomposita con partículas de hidroxiapatita natural recuperada de hueso de pollo, cuyo uso y beneficio es la remineralización dental.

Objetivos Específicos

1. Recuperar hidroxiapatita de huesos de pollo, mediante el proceso de calcinación.
2. Reducir el tamaño de partícula de la hidroxiapatita recuperada empleando ultrasonido.
3. Caracterizar la morfología, tamaño de partícula, fase cristalina, cristalinidad, parámetros cristalográficos y composición de las muestras de hidroxiapatita recuperada, mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier, difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido.
4. Elaborar muestras de pasta dental adicionadas con hidroxiapatita natural.
5. Estudiar la influencia del tamaño promedio de partícula de hidroxiapatita en la calidad de las muestras de pasta dental adicionadas con hidroxiapatita, aplicando la norma mexicana NMX-K-539-NYCE-2020 para dentífricos.

Introducción

La hidroxiapatita cálcica (HAp) es un compuesto químico inorgánico cuya forma cristalina de fosfato de calcio tiene la fórmula química $(Ca)_{10}(PO_4)_6(OH)_2$. Es la principal sustancia mineral de interés biológico presente en el esmalte dental, la dentina y el hueso, responsable también de su resistencia y dureza [1].

Su biocompatibilidad y propiedades osteoconductoras la han convertido en un material de elección en diversas aplicaciones biomédicas, incluyendo la fabricación de implantes óseos, recubrimientos de prótesis, y en productos para la higiene dental, como las pastas dentales. En la última década, ha surgido un creciente interés por explorar fuentes naturales de hidroxiapatita, como los huesos de animales, debido a su similitud con la hidroxiapatita humana y al potencial para reciclar subproductos biológicos, promoviendo prácticas más sostenibles y económicas en la ciencia de materiales.

Dentro de este contexto, la obtención de hidroxiapatita natural a partir de huesos de pollo presenta una alternativa viable y prometedora. Los huesos de pollo, un subproducto abundante de la industria alimentaria, son una fuente rica de HAp que puede ser recuperada mediante métodos de descomposición térmica. Este proceso no solo permite la recuperación eficiente del material deseado, sino que también contribuye a la reducción de residuos y al aprovechamiento de recursos. Estudios recientes han demostrado que la hidroxiapatita obtenida de fuentes naturales, como los huesos de pollo, presenta propiedades estructurales, químicas y biológicas comparables a las de la hidroxiapatita presente en el hueso humano [2] [3]. Un factor crucial en el uso de hidroxiapatita en aplicaciones dentales es el tamaño de partícula del material. Diversas investigaciones han demostrado que el tamaño de partícula puede influir significativamente en las propiedades físicas y químicas de las pastas dentales, afectando aspectos como su abrasividad, reactividad química y la capacidad de remineralización del esmalte dental [4]. Las partículas más finas de hidroxiapatita han

mostrado una mayor capacidad para penetrar las microfisuras del esmalte y promover la remineralización, mientras que las partículas más grandes pueden ser más efectivas en la acción abrasiva suave, ayudando a eliminar la placa dental sin dañar el esmalte [5]. Sin embargo, la influencia específica del tamaño de partícula de hidroxiapatita natural obtenida de huesos de pollo en las propiedades de una pasta dental, sigue siendo un área poco explorada en la literatura científica. Por ello, en este trabajo de tesis se propone elaborar una pasta dental biocomposita con partículas de hidroxiapatita, recuperada de hueso de pollo. En el primer capítulo se proporciona una revisión de la literatura sobre las propiedades y aplicaciones de la hidroxiapatita en odontología, la descripción de las técnicas de caracterización empleadas para la determinación de la morfología, diámetro promedio, composición y fase cristalina de la HAp, así como la descripción de la norma NMX-K-539-NYCE-2020 para dentífricos. En el segundo capítulo se describe la metodología experimental utilizada para la obtención y caracterización de la HAp natural. El tercer capítulo presenta los resultados obtenidos y la discusión de la influencia del tamaño de partícula en las propiedades de la pasta dental formulada.

Nomenclatura y Abreviaturas

H₂O	Agua
ddH₂O	Agua desionizada
(C₆H₁₀O₅)_n	Almidón (Poli-(1,4- α -D-glucopiranosil))
CaCO₃	Carbonato de calcio
SiO₂	Dióxido de silicio (Sílica)
C₃H₈O₃	Glicerina (Propano-1,2,3-triol)
Ca₅(PO₄)₃(OH)	Hidroxiapatita
C₁₂H₂₅NaO₄S	Lauril sulfato de sodio
(C₆H₁₁NO₄)_n	Quitosano (Poli-(1,4)- β -D-glucosamina)
C₇H₄NNaO₃S·xH₂O	Sacarina sódica (1,1-Dioxo-1,2-benzotiazol-3(2H)-ona)
SiO₂·nH₂O	Sílica gel
SEM	Microscopía electrónica de barrido
XRD	Difracción de rayos X
FTIR	Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier
US	Ultrasonido
-NH₂	Grupo Amino
C=O	Grupo Carbonilo
C-C	Grupo Carbono
-OH	Grupo Hidroxilo

Índice general

Agradecimientos	V
Dedicatoria	VII
Resumen	IX
Objetivos	XI
Introducción	XIII
Nomenclatura y Abreviaturas	XV
1. Antecedentes	1
1.1. Composición y estructura de los tejidos dentales	3
1.1.1. Propiedades mecánicas y funcionales	4
1.1.2. Desmineralización-remineralización del esmalte dental	4
1.2. Nanotecnología e hidroxiapatita	5
1.2.1. Importancia de la hidroxiapatita sintética y nanoestructurada	7
1.2.2. Pasta dental adicionada con nano-HA	7
1.3. Técnicas de caracterización	8
1.4. Normas para dentríficos para uso en humanos	14
2. Metodología y desarrollo experimental	15
2.1. Obtención de hidroxiapatita natural	16
2.1.1. Lavado y secado	16
2.1.2. Trituración y tamizado	17

2.1.3. Tratamiento térmico de polvos	17
2.1.4. Ultrasonido	18
2.1.5. Nomenclatura	19
2.1.6. Caracterización de polvos de hueso de pollo	20
2.2. Elaboración de muestras de pasta dental	21
2.2.1. Método en caliente	21
2.3. Evaluación de la calidad de la pasta dental	22
2.3.1. Determinación de abrasión	22
2.3.2. Determinación de consistencia	23
2.3.3. Determinación de pH	23
3. Resultados y discusión	25
3.1. Colorimetría y rendimiento de la fase inorgánica	25
3.2. Composición, morfología, tamaño promedio y fase de muestras calcinadas y ultrasónicas	26
3.2.1. Nomenclatura	26
3.2.2. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR)	27
3.2.3. Difracción de rayos X	29
3.2.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM)	32
3.3. Análisis de calidad de las pastas dentales	35
3.3.1. pH	36
3.3.2. Consistencia	37
3.3.3. Abrasión	39
4. Conclusiones	43
A. Anexo	45
Bibliografía	55

Índice de tablas

1.1. Comparación de algunas propiedades de HAp y nano-HAp.	7
1.2. Especificaciones químicas y físicas para dentífricos establecidas por la norma NMX-K-539-NYCE-2020 [30].	14
2.1. Nomenclatura de las muestras cerámicas de hueso de pollo obtenidas por calcinación y ultrasonido.	19
2.2. Formulación al 10 % de muestras de pasta dental por el proceso en caliente [34]. . .	21
3.1. Nomenclatura de las muestras cerámicas de hueso de pollo obtenidas por calcinación y ultrasonido.	27
3.2. Señales de absorción características de la HAp sintética reportadas en la literatura y las obtenidas a partir del hueso de pollo por calcinación y en diferentes tiempos de sonicación.	28
3.3. Relaciones de I_{211}/I_{002} de las muestras de HAp obtenidas por calcinación y ultrasonido. La relación determinada por el patrón estándar de HAp es $I_{211}/I_{002} = 3,1$	31
3.4. Distribución de tamaños de las muestras de HAp obtenidas por calcinación y ultrasonido, en función de la masa y el tiempo de sonicación.	34
3.5. Formulación al 10 % de muestras de pasta dental por el proceso en caliente [34]. . .	36
3.6. Pruebas de abrasión en las pastas elaboradas en esta tesis.	40

Índice de figuras

1.1. Estructura del diente.	3
1.2. Estructura química de la hidroxiapatita.	6
1.3. Espectro FTIR característico de un cerámico, en modo transmitancia [22].	10
1.4. Espectro XRD característico de un cristal [22].	11
1.5. Partes constituyentes de un microscopio electrónico de barrido [25].	13
2.1. Esquema de las etapas seguidas en la elaboración de muestras de pasta dental con nanoHAp.	16
2.2. Proceso de secado y almacenamiento de muestras. a) Muestras en el proceso de secado. b) Muestras en almacenamiento.	17
2.3. Muestra de hueso de pollo pulverizado después del proceso de tamizado.	17
2.4. Muestra de hidroxiapatita obtenida después del proceso de calcinación.	18
2.5. Segunda molienda de hidroxiapatita obtenida después del proceso de calcinación.	18
2.6. Proceso de sonicación de muestras de HAp ya tamizadas.	19
2.7. Muestra de pasta dental experimental adicionada con HAp.	22
2.8. Medición de la consistencia de la pasta dental experimental utilizando una placa y cuadrícula para análisis.	23
3.1. Muestras de polvo obtenidas a partir de hueso de pollo sin y con tratamiento térmico. a) Sin tratamiento térmico. b) Con tratamiento térmico a 900°	26
3.2. Espectros FTIR de muestras obtenidas de huesos de pollo tras 30 minutos de sonicación, para masas de 1, 2 y 3 gramos.	27
3.3. Espectros FTIR de muestras obtenidas de huesos de pollo tras 45 minutos de sonicación, para masas de 1, 2 y 3 gramos.	28

3.4. Espectros FTIR de muestras obtenidas de huesos de pollo tras 60 minutos de sonicación, para masas de 1, 2 y 3 gramos.	28
3.5. Difractogramas de rayos X de 1, 2 y 3 g de muestras cerámicas obtenidas por calcinación y 30 min de sonicación.	30
3.6. Difractogramas de rayos X de 1, 2 y 3 g de muestras cerámicas obtenidas por calcinación y 45 min de sonicación.	31
3.7. Difractogramas de rayos X de 1, 2 y 3 g de muestras cerámicas obtenidas por calcinación y 60 min de sonicación.	31
3.8. Micrografías SEM de muestras de 1, 2 y 3 g de HAp, sonicadas durante a)-g) 30 min, b)-h) 45 min o c)-i) 60 min. (X10,000, 15 kV)	33
3.9. Tamaño promedio de partícula vs. tiempo de sonicación, para cada muestra analizada.	34
3.10. Variación del pH promedio de pastas dentales fabricadas, en función del tiempo de sonicación de obtención de HAp.	37
3.11. Prueba de consistencia para pastas dentales fabricada con HAp de 2 g y sonicada 30 min. a) Previo a la colocación del peso. b) después de colocar el peso	38
3.12. Prueba de consistencia de las pastas dentales elaboradas con HAp a diferentes tiempos de sonicación.	38
3.13. Relación entre el tiempo de sonicación y la abrasión de la pasta dental (medida como pérdida de masa).	41
A.1. Espectros FTIR de muestras obtenidas de huesos de pollo tras 30, 45 y 60 minutos de sonicación, para masas de 1, 2 y 3 gramos.	45
A.2. Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 1 gramo y un tiempo de sonicación de 30 min	46
A.3. Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 1 gramo y un tiempo de sonicación de 45 min	46
A.4. Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 1 gramo y un tiempo de sonicación de 60 min	47
A.5. Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 2 gramos y un tiempo de sonicación de 30 min	47
A.6. Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 2 gramos y un tiempo de sonicación de 45	48

A.7. Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 2 gramos y un tiempo de sonicación de 60 min	48
A.8. Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 3 gramos y un tiempo de sonicación de 30 min	49
A.9. Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 3 gramos y un tiempo de sonicación de 45 min	49
A.10. Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 3 gramos y un tiempo de sonicación de 60 min	50
A.11. Relación entre el tiempo de sonicación y el pH de la pasta dental para masas de 1, 2 y 3 gr.	51
A.12. Relación entre el tiempo de sonicación y la consistencia de la pasta dental (medido como diámetro final) para masas de 1, 2 y 3 gr.	52
A.13. Relación entre el tiempo de sonicación y la abrasión de la pasta dental (medida como pérdida de masa) para masas de 1, 2 y 3 gr.	53

Capítulo 1

Antecedentes

En este capítulo se presentan los conceptos básicos relacionados con este trabajo de tesis, incluyendo las aplicaciones del cerámico hidroxiapatita de tamaños micro y nanométrico en medicina y odontología. Se brinda una descripción de las técnicas de caracterización espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier, difracción de rayos X y microscopia electrónica de barrido, empleadas para la determinación de los terminales reactivos, fase cristalina, morfología y tamaño promedio de muestras de hidroxiapatita derivadas de fuentes naturales. Así mismo, se presenta una descripción de la norma oficial mexicana NMX-K-539-NYCE-2020, que establece los estándares para garantizar la seguridad y efectividad de pastas dentales para uso humano.

La hidroxiapatita (HAp) es un compuesto inorgánico cristalino de fosfato de calcio cristalino con la fórmula química $(Ca)_{10}(PO_4)_6(OH)_2$, que constituye aproximadamente el 96 % del esmalte dental y alrededor del 50 % de la dentina, lo que la convierte en el componente mineral más abundante en los dientes humanos [6] [7]. Además, es el principal componente mineral de los huesos. Ello genera que sea responsable de su resistencia y dureza características. Naturalmente, la HAp se forma en el cuerpo humano durante el proceso de mineralización y re-mineralización ósea, pero también puede sintetizarse en laboratorio mediante diversos métodos. Debido a su composición química y estructura cristalina, la hidroxiapatita ha sido reconocida como un biomaterial altamente compatible y bioactivo, lo que ha llevado a su uso en múltiples aplicaciones dentro del campo ortopédico y odontológico. Su capacidad para integrarse con los tejidos y favorecer la regeneración ósea ha sido ampliamente documentada, destacándose en particular su empleo en productos de

higiene dental diseñados para remineralizar el esmalte y prevenir la aparición de caries [2].

Históricamente, la hidroxiapatita ha sido obtenida a partir de fuentes sintéticas o naturales, como los huesos de vacas y cerdos, que proporcionan una cantidad significativa de fosfato de calcio. Sin embargo, en años recientes, ha aumentado el interés por explorar fuentes alternativas que ofrezcan ventajas en términos de sostenibilidad y costos [8]. Los huesos de pollo han emergido como una fuente atractiva de hidroxiapatita debido a su abundante disponibilidad, derivada de la industria alimentaria, y su bajo costo. Además de contribuir a la economía circular al utilizar un subproducto que normalmente sería desechado, el uso de huesos de pollo para la obtención de hidroxiapatita, representa un enfoque más sostenible y respetuoso con el medio ambiente.

El proceso de calcinación juega un papel crucial en la obtención de hidroxiapatita de alta pureza. Mediante la calcinación controlada de los huesos a altas temperaturas, se logra eliminar la materia orgánica y se fomenta la formación de fases cristalinas de fosfato de calcio, predominando la fase hexagonal de la hidroxiapatita, que es la más estable y adecuada para aplicaciones biomédicas. Este método es particularmente eficaz porque permite ajustar las propiedades físicas y químicas del material resultante, lo que es esencial para garantizar su desempeño en diversas aplicaciones [9]. Por ejemplo, el control de la temperatura y el tiempo de calcinación puede influir en el tamaño de los cristales, la porosidad y otras características que impactan directamente en su efectividad como agente remineralizante en pastas dentales [5].

Un área de investigación emergente en el desarrollo de productos dentales a base de hidroxiapatita se centra en el tamaño de las partículas y su impacto en la efectividad del producto. Se ha demostrado que las nanopartículas de hidroxiapatita tienen la capacidad de integrarse mejor en las microestructuras del esmalte dental, aumentando su interacción con el tejido y favoreciendo la remineralización de áreas dañadas [4]. El uso de partículas en la escala nanométrica puede mejorar considerablemente la capacidad de la pasta dental para sellar microfisuras y fortalecer la superficie del esmalte, lo que previene el avance de las caries. Para lograr la reducción del tamaño de las partículas, se ha implementado el uso del baño ultrasónico como técnica *top down*, que facilita la fragmentación controlada de las partículas, generando un tamaño uniforme y más reducido. Esto no solo optimiza la formulación del dentífrico, sino que también garantiza una mejor distribución del material en las superficies dentales [4].

La caracterización de las propiedades de la hidroxiapatita obtenida a partir de huesos de pollo es fundamental para asegurar su calidad y efectividad en aplicaciones dentales. Técnicas como la

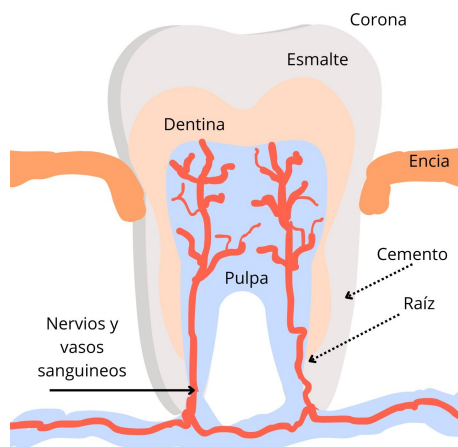


Figura 1.1: Estructura del diente.

difracción de rayos X (DRX), la microscopía electrónica de barrido (SEM) y la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), son esenciales para validar tanto la composición química como la estructura cristalina del material. La DRX permite identificar y confirmar la fase cristalina de la hidroxiapatita, asegurando que se ha logrado la fase deseada. Por su parte, la SEM ofrece imágenes detalladas que permiten evaluar la morfología y el tamaño de las partículas, factores críticos para su comportamiento dentro de las pastas dentales. Finalmente, el análisis mediante FTIR confirma la pureza del material, identificando los grupos funcionales característicos de la hidroxiapatita, asegurando que no se presenten contaminantes ni residuos orgánicos [3].

1.1. Composición y estructura de los tejidos dentales

Los dientes están compuestos por cuatro tejidos principales: esmalte, dentina, pulpa y cemento (**Figura 1.1**). El esmalte es la capa más externa y es visible en la boca. Inmediatamente debajo del esmalte se encuentra la dentina, que constituye la mayor parte de la estructura dental y es crucial en casi todos los procedimientos de odontología restauradora [10].

El esmalte dental está compuesto aproximadamente por un 96% de mineral de fosfato de calcio, principalmente hidroxiapatita carbonatada, y un 4% de material orgánico y agua. Los cristales de HAp en el esmalte son nanométricos, con unos ~ 25 nm de espesor y 100 nm de longitud. Estos cristales se organizan sistemáticamente para formar estructuras alargadas llamadas prismas, que se extienden desde la unión amelodentinaria hasta la superficie oclusal, confiriendo al esmalte una notable dureza y resistencia al desgaste [7].

Por otro lado, la *dentina* es un tejido tubular permeable compuesto por un 70 % de hidroxiapatita, un 20 % de materia orgánica (principalmente colágeno tipo I) y un 10 % de agua. La dentina da color al diente, ya que el esmalte es translúcido, y suele tener una tonalidad amarillenta. Su función principal es soportar el esmalte y transmitir impulsos desde el esmalte o la raíz, hacia la pulpa dental. La microestructura de la dentina está dominada por la presencia de túbulos dentinarios, que están rodeados por una región peritubular hipermineralizada y una matriz intertubular formada por colágeno tipo I, cristales de hidroxiapatita y fluido dentinario [6] [10][11].

Además de los cristales de hidroxiapatita, los tejidos dentales contienen cantidades de fosfatos amorfos, carbonatos, sulfatos y oligoelementos como flúor, cobre, zinc, hierro y magnesio. Estos componentes adicionales contribuyen a las propiedades físicas y químicas del diente, influyendo en procesos como la mineralización y resistencia a la caries [11].

1.1.1. Propiedades mecánicas y funcionales

A pesar de su alto contenido mineral, el esmalte dental exhibe una tenacidad a la fractura que varía entre 0.4 y 1.5 MPa, valores comparables a materiales como el vidrio de borosilicato y ciertas resinas epóxicas. Esto indica que el esmalte posee características mecánicas elevadas, esenciales para resistir las fuerzas masticatorias sin fracturarse [7].

La *dentina*, por su parte, presenta propiedades anisotrópicas debido a la organización de sus túbulos dentinarios. Los cristales de hidroxiapatita en la dentina son más pequeños y menos organizados que en el esmalte, con tamaños que varían entre 20 a 50 nm de longitud y 2 a 5 nm de grosor. Esta estructura le confiere una combinación de rigidez y flexibilidad, permitiendo que el diente absorba impactos y fuerzas sin dañarse [6][11].

1.1.2. Desmineralización-remineralización del esmalte dental

Durante el proceso de desmineralización, los ácidos producidos por las bacterias disuelven los cristales de hidroxiapatita que componen el esmalte dental, lo que causa la pérdida de iones de calcio y fosfato. Este proceso se intensifica cuando el pH cae por debajo de 5.5, lo que pone en riesgo la integridad estructural del esmalte. La pérdida de minerales no es uniforme, sino que afecta principalmente las capas internas del esmalte, mientras que la superficie externa puede mantenerse relativamente intacta durante las primeras etapas de la desmineralización [12]. Las zonas histológicas que se forman durante la desmineralización incluyen la zona translúcida, que es

el frente de avance de la lesión; la zona oscura, donde se observa una mayor porosidad debido a la pérdida mineral; el cuerpo de la lesión, que presenta la mayor cantidad de desmineralización; y, finalmente, la capa superficial, que a menudo conserva una estructura más sólida, pero puede presentar pequeñas fracturas. Cada una de estas zonas representan diferentes niveles de daño en el esmalte y refleja la complejidad del proceso de desmineralización [12].

Por su parte, el proceso de remineralización ocurre cuando las condiciones de pH vuelven a ser favorables, es decir, cuando el pH sube por encima del nivel crítico de 5.5. En este estado, los minerales que se encuentran en la saliva o en productos dentales como pastas con flúor pueden reincorporarse a las áreas del esmalte que han perdido minerales. La remineralización no solo repara el esmalte, sino que también fortalece las áreas vulnerables al formar cristales de fluorapatita, que son más resistentes a los ácidos que los cristales originales de hidroxiapatita [12]. Entonces, el flúor favorece la remineralización al atraer iones de calcio y fosfato, formando una capa de fluorapatita que es más resistente a la acción ácida que la hidroxiapatita. Además, tiene la capacidad de inhibir la actividad de las bacterias que producen los ácidos, reduciendo así el riesgo de nuevas desmineralizaciones [12]. La remineralización puede ocurrir de manera natural si la saliva contiene niveles adecuados de calcio y fosfato, y si el ambiente bucal se mantiene en un pH neutro o ligeramente alcalino. El equilibrio entre la desmineralización y la remineralización es clave para prevenir la aparición de caries dental. Este ciclo, influenciado por factores dietéticos, la higiene bucal y el uso de productos con flúor e hidroxiapatita, determina en gran medida la salud del esmalte dental [12].

1.2. Nanotecnología e hidroxiapatita

Como se mencionó, la hidroxiapatita (o hidroxilapatita, Figura 1.2) es un mineral de fosfato de calcio de importancia biológica, cuya fórmula química es $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$. Junto a otros minerales y restos de materia orgánica triturados y compactados, conforma la materia prima conocida como roca fosfórica. Contiene iones Ca^{2+} , pero también puede albergar en su estructura otros cationes (Mg^{2+} , Na^+), que corresponden impurezas que intervienen en otros procesos bioquímicos de los huesos y dientes. Es un sólido cristalino que presenta puntos de fusión elevados cercanos a $1100^\circ C$, indicativos de las fuertes interacciones electrostáticas en su estructura y una densidad de $3,05$ a $3,15 g/cm^3$. Además, HAp es prácticamente insoluble en agua ($0,3 mg/mL$), lo cual se debe a los iones fosfatos presentes en su estructura cristalina [13].

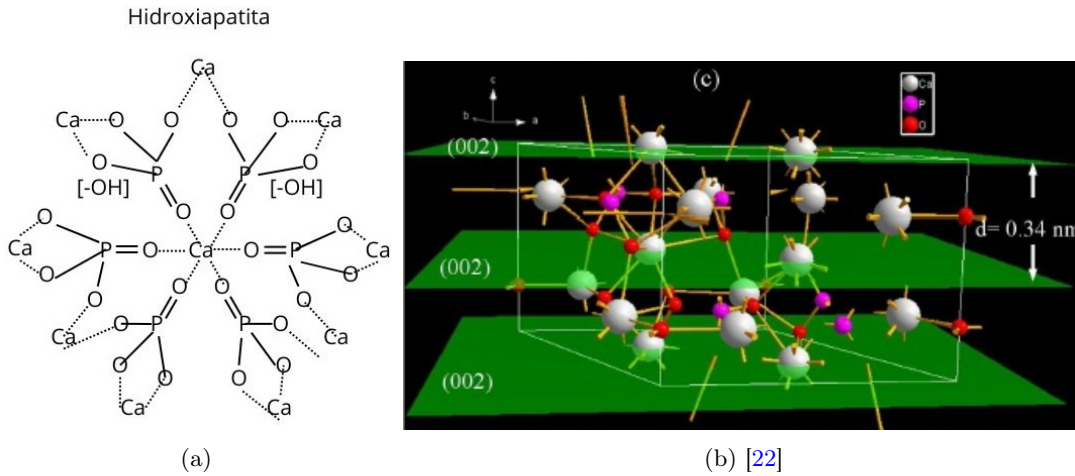


Figura 1.2: Estructura química de la hidroxiapatita.

La nanociencia busca construir nanoestructuras ($1\text{nm} = 1 \times 10^{-9}\text{m}$) para el diseño de materiales avanzados y dispositivos de alto rendimiento con una amplia aplicabilidad [9]. Particularmente, las nanopartículas inorgánicas como la nanohidroxiapatita (nano-HAp), son especialmente atractivas debido a sus propiedades únicas que pueden modularse cambiando su tamaño, forma o funcionalización de superficie. Específicamente, la reducción del tamaño de partícula a la escala nanométrica mejora la solubilidad del compuesto, lo que es crucial para asegurar que una mayor cantidad de hidroxiapatita esté disponible para ser absorbida [14].

La nanohidroxiapatita (nano-HAp) y la hidroxiapatita (HAp) son formas de fosfato de calcio que tienen composiciones químicas similares, pero propiedades físicas diferentes (Tabla 1.1). La principal diferencia entre ellos es su tamaño de partícula y por tanto su área superficial [4][13][15]. La hidroxiapatita cálcica (HAp) se utiliza principalmente como material de relleno óseo en cirugías maxilofaciales y periodontales, rellenando defectos óseos causados por la extracción de dientes o la pérdida de hueso debido a enfermedades periodontales. También se emplea en la fabricación de implantes dentales y como recubrimiento en dispositivos implantables, mejorando su osteointegración y reduciendo el riesgo de rechazo. Además, debido a sus propiedades osteoconductoras y biocompatibles, se emplea para recubrir implantes metálicos como prótesis de cadera o tornillos ortopédicos [1][2].

Por su parte, la nano-HAp tiene tamaños de partículas que oscilante entre 20 y 80 nm. Ello permite que penetre en poros microscópicos y grietas. Esto es especialmente útil en la formulación de pastas dentales diseñadas para la remineralización [4][16]. Durante el cepillado con pasas que contengan

Propiedad	Nano-HAp	HAp
Tamaño de partícula	20-80 nm	1-10 μm
Relación área superficial/masa	50-100 m^2/g	10-20 m^2/g
Bioactividad	Alta	Baja
Penetración	Inmersión profunda	Superficial
Adhesión	Fuerte	Débil
Abrasión	Baja	Alta

Tabla 1.1: Comparación de algunas propiedades de HAp y nano-HAp.

partículas de nano-HAp, éstas se adhieren a la superficie como una capa protectora tal que son rellenados los espacios y lesiones causadas por la erosión ácida, abrasión o caries del esmalte y la dentina. Este proceso de remineralización es crucial para mantener la fuerza e integridad del esmalte y la dentina, protegiéndolo del ataque de bacterias, ácidos y otros factores nocivos [4].

1.2.1. Importancia de la hidroxiapatita sintética y nanoestructurada

La hidroxiapatita sintética, especialmente en forma nanoestructurada, presenta ventajas significativas en aplicaciones biomédicas. Su similitud estructural y funcional con el tejido óseo la convierte en un material preferido para sustitutos óseos y recubrimientos de implantes. El uso de nano-HAp puede mejorar la calidad y cantidad del hueso alveolar, debido a sus propiedades de biocompatibilidad, bioactividad y osteoconductividad [5]. La aplicación de capas de nano-HAp de 50 a 200 nanómetros de espesor en implantes ha demostrado efectos positivos en la regeneración tisular, reduciendo el riesgo de infección bacteriana y la posibilidad de rechazo. Estos recubrimientos favorecen la adhesión celular y la posterior inducción y neogénesis tisular.

1.2.2. Pasta dental adicionada con nano-HA

La pasta dental con nano-HAp tiene varios beneficios para la salud y la higiene bucal. Algunos de estos beneficios son la prevención de caries ya que puede inhibir el crecimiento y la actividad de las bacterias que causan caries, como *Streptococcus mutans*. Así mismo, dado que en la cavidad bucal las bacterias secretan ácido láctico, producto de la fermentación de la glucosa, que disminuye el pH de la superficie dental a menos de 5, la solubilidad de la hidroxiapatita en ácidos tiene importancia en la fisiopatología de las caries [13]. En estas condiciones, la hidroxiapatita presente comienza a disolverse, pudiendo neutralizar los ácidos que disuelven el esmalte y la dentina, que generan la eventual desmineralización [4].

Cuando el esmalte o la dentina se desgastan o dañan, los túbulos dentinarios quedan expuestos a

estímulos externos, como alimentos y bebidas calientes, fríos, dulces o ácidos, causando un dolor agudo o palpitante en los dientes. Estos túbulos, son pequeños canales que conectan la dentina con la pulpa, donde se encuentran los vasos sanguíneos y los nervios. Entonces, la presencia de hidroxiapatita en pastas dentales es la reducción de la sensibilidad dental al ocluir los túbulos dentinarios que transmiten señales de dolor a los nervios [5].

Las manchas extrínsecas de los dientes son causadas por factores como fumar, café, té, vino o ciertos alimentos que pueden decolorar los dientes con el tiempo. La presencia de hidroxiapatita en pastas dentales, gracias a su acción abrasiva, puede restaurar el color natural de los dientes y evitar que se formen nuevas manchas, creando una capa suave y brillante sobre el esmalte que repele los agentes colorantes. Así mismo, dado que la estructura del esmalte puede verse alterada por factores como el envejecimiento, la genética, la dieta o la medicación, que provocan la pérdida o hipomineralización del esmalte, el uso de pastas con nanoHAp puede aumentar la biodisponibilidad del calcio y fósforo en el esmalte dental, ayudando a remineralizar áreas dañadas y a prevenir la desmineralización [4][14]. Entonces, si bien el flúor también fortalece el esmalte, la nanoHAp no solo lo endurece, sino que además repara eficazmente el esmalte dañado y cierra los túbulos dentinarios expuestos [16].

1.3. Técnicas de caracterización

Existe una amplia gama de técnicas de caracterización de materiales y biomateriales, que son seleccionadas dependiendo de la información que se desee conocer sobre un material específico. En este trabajo de tesis se emplearon espectroscopia infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), difracción de rayos X (XRD) y microscopia electrónica de barrido (SEM), para determinar los terminales reactivos, fase cristalina, tamaño promedio y morfología de las partículas cerámicas, obtenidas por calcinación y ultrasonido, de huesos de pollo, respectivamente.

Espectroscopía de infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR)

La espectroscopía infrarroja (IR) es una de las técnicas más ampliamente utilizadas en el análisis químico debido a su capacidad para identificar grupos funcionales y moléculas. A diferencia de la espectroscopía de microondas, que se centra en la determinación de parámetros moleculares, la IR es especialmente útil para reconocer estructuras específicas dentro de una molécula. Dado que

el espectro IR de cada molécula es prácticamente único, comparar el espectro de un compuesto desconocido con el de uno conocido es uno de los métodos más efectivos para su identificación. Es importante destacar que, a diferencia de la resonancia magnética nuclear (RMN), donde la similitud entre espectros no garantiza la misma estructura debido a que generalmente solo se detecta un tipo de núcleo (como el protón), la IR proporciona una huella digital más distintiva de la molécula [17]. Además, la espectroscopía IR puede emplearse en análisis cuantitativos, ya que es posible medir la concentración absoluta de una sustancia aplicando la ley de Beer ($A = \epsilon \cdot c \cdot l$) que establece una relación matemática entre la absorbancia (A) de una solución y la concentración (c) de una sustancia absorbente en ella. Esto permite utilizar la técnica en estudios cinéticos para monitorear la aparición o desaparición gradual de ciertas bandas al registrar el espectro de una mezcla reactiva en diferentes intervalos de tiempo, siempre que la velocidad de la reacción sea menor que el tiempo requerido para registrar el espectro [17].

La identificación de un compuesto orgánico a partir de su espectro de absorción IR consta de dos etapas. La primera implica determinar los grupos funcionales más probables presentes en la molécula, examinando la región de frecuencias características, que abarca aproximadamente de 3600 cm^{-1} a 1200 cm^{-1} . La segunda etapa consiste en comparar detalladamente el espectro del compuesto desconocido con los espectros de compuestos puros que contienen los grupos funcionales identificados previamente. En esta fase, la región conocida como huella dactilar, que se encuentra entre 1200 cm^{-1} y 600 cm^{-1} , es especialmente útil. Pequeñas diferencias en la estructura molecular provocan cambios significativos en los picos de esta región, lo que facilita la diferenciación entre compuestos similares. Por ejemplo, una banda en 1049 cm^{-1} es indicativa de las vibraciones características de los grupos fosfatos (PO_4^{3-}) [3][17].

La transformación del espacio de frecuencias y tiempo al de transmitancia y número de onda se logra mediante la técnica de **espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)**. En FTIR, se utiliza una transformada de Fourier para convertir los datos del dominio temporal en un espectro en el dominio de las frecuencias, lo cual brinda información en términos de **transmitancia** frente al **número de onda** (cm^{-1}) [18][19].

Existe un proceso de conversión que se basa en que los datos de intensidad se capturen inicialmente en función del tiempo mediante un interferograma. Este interferograma es generado gracias al movimiento de un espejo móvil en el espectrómetro de Michelson [18][19].

Después, se realiza una transformación de Fourier al interferograma, convirtiendo los datos del

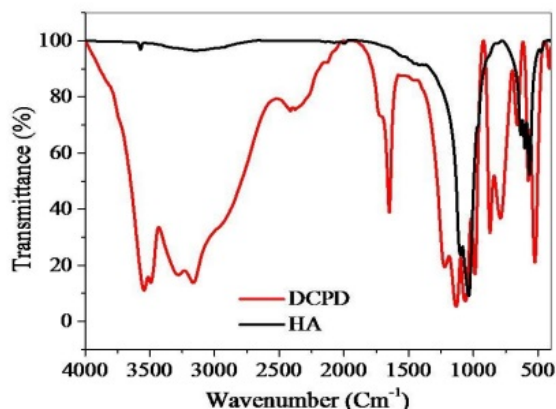


Figura 1.3: Espectro FTIR característico de un cerámico, en modo transmitancia [22].

dominio temporal al de frecuencia. Así, el espectro resultante se obtiene en términos de frecuencia, permitiendo una representación detallada de las características espectrales de la muestra [20].

Finalmente, el espectro se interpreta en términos de número de onda y transmitancia. El espectro resultante se representa en términos de transmitancia (%), mostrando cómo las diferentes frecuencias de luz IR son absorbidas o transmitidas por la muestra, con los picos de absorción correspondientes a las vibraciones de enlaces moleculares específicos [18][19].

El espectrómetro FTIR se basa en un **interferómetro de Michelson**, que utiliza un divisor de haz para dividir la luz en dos caminos diferentes: uno hacia un espejo fijo y otro hacia un espejo móvil. La interferencia entre estos haces, debido al desplazamiento del espejo móvil, genera un interferograma que es característico de la muestra y el cual contiene toda la información sobre las frecuencias que sean absorbidas [21].

Este interferograma se procesa para obtener el espectro FTIR, que se presenta como una gráfica de transmitancia o absorbancia en función del número de onda [21].

Difracción de rayos X (XRD)

La espectrometría por difracción de rayos X (*XRD*, *X-ray Diffraction*) es una técnica empleada para analizar la estructura cristalina de los materiales mediante la interacción de los rayos X con los átomos en un cristal. Esta técnica aprovecha la ley de Bragg la cual establece que, para que ocurra una difracción constructiva, la diferencia en los caminos ópticos de los rayos reflejados en los planos atómicos debe ser un múltiplo entero de la longitud de onda de los rayos X. Este fenómeno se expresa matemáticamente como $n\lambda = 2d \sin \theta$, donde n es el orden de la difracción, λ

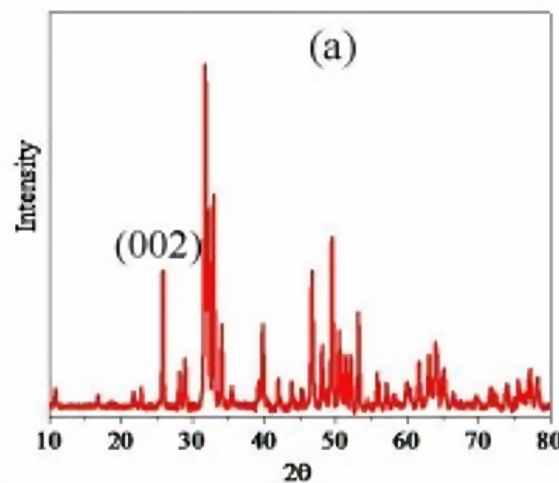


Figura 1.4: Espectro XRD característico de un cristal [22].

la longitud de onda de los rayos X, d la distancia entre planos atómicos, y θ el ángulo de incidencia. Entre sus principales aplicaciones están la identificación de fases cristalinas, la determinación de la cristalinidad, y la caracterización de la morfología de partículas [23].

El método se basa en el fenómeno físico de la difracción, que ocurre cuando un haz de rayos X incide sobre un material cristalino y se dispersa en varias direcciones debido a la disposición periódica de los átomos en el cristal [23].

En la práctica, la XRD permite obtener un patrón de difracción característico de cada material, visualizado como una serie de picos en una gráfica de intensidad en función del ángulo de difracción. Cada pico corresponde a un conjunto de planos atómicos en el cristal, y tanto su posición como su altura están directamente relacionadas con la estructura y orientación de estos planos [23].

La identificación de fases cristalinas se logra al comparar el patrón de difracción obtenido con bases de datos de patrones conocidos, permitiendo así identificar las fases presentes en una muestra. Además, la XRD proporciona datos sobre la estructura cristalina (al permitir conocer la disposición tridimensional de los átomos en el cristal); la cristalinidad ya que el análisis del patrón de difracción permite determinar la proporción de la fase cristalina frente a la amorfa y permite estimar el tamaño de los cristalitos mediante el ancho de los picos de difracción usando la ecuación de Scherrer $D = K\lambda/\beta \cos \theta$ (donde D es el tamaño promedio de los cristales, K es una constante de forma, λ es la longitud de onda utilizada, beta β es el ancho de línea de media altura del pico de difracción y θ es el ángulo de Bragg), que relaciona el ancho del pico con el tamaño del cristalito [23].

Microscopio electrónico de barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido (SEM, *Scanning Electron Microscopy*) proporciona información sobre la morfología y la estructura de cualquier tipo de material en estado sólido. Si va acompañado de un detector de electrones secundarios, es posible también detectar la composición atómica porcentual de los elementos presentes en el material, con un número atómico superior a 6 (carbono), a diferencia de los microscopios ópticos, que utilizan luz visible para formar imágenes, el SEM emplea un haz de electrones para obtener imágenes de alta resolución de la superficie de las muestras [24].

El **microscopio electrónico de barrido** (SEM) utiliza electrones emitidos y funciona según el principio de aplicación de energía cinética para producir señales sobre la interacción de los electrones con la muestra. Estas interacciones involucran **electrones secundarios**, **electrones retrodispersados** y **electrones retrodispersados difractados**, que se emplean para observar elementos cristalizados y fotones [25].

En términos sencillos, los **electrones secundarios**—que tienen baja energía (generalmente menos de 50 eV) y se emiten desde una capa superficial muy delgada de la muestra—y los **electrones retrodispersados**—que provienen de los electrones primarios que son dispersados hacia atrás por la muestra tras interactuar con los núcleos de sus átomos—se utilizan para producir una imagen. Estos electrones desempeñan un papel crucial en la detección de la **morfología** y la **topografía** de la muestra. Por otro lado, los electrones retrodispersados difractados proporcionan información sobre la **composición elemental** de la muestra [25][26].

Los **electrones primarios** son aquellos que inicialmente interactúan con la muestra, generando los demás tipos de electrones que se detectan posteriormente. Estos electrones son emitidos por el cañón de electrones del SEM y se aceleran hacia la muestra mediante un alto voltaje. Como resultado de la interacción de los electrones primarios con la muestra, se generan los electrones secundarios, retrodispersados y retrodispersados difractados, que son fundamentales para el análisis y la formación de imágenes en el microscopio electrónico de barrido [25].

Para realizar un experimento en SEM, la muestra se coloca en una **platina** dentro de la cámara de vacío del microscopio y se utiliza un tubo de alto vacío para evitar que los electrones se dispersen antes de llegar a la muestra, una vez dentro de la cámara, son emitidos desde el **cañón de electrones** y pasan a través de varias **lentes electromagnéticas** que enfocan y controlan el haz de electrones [26].

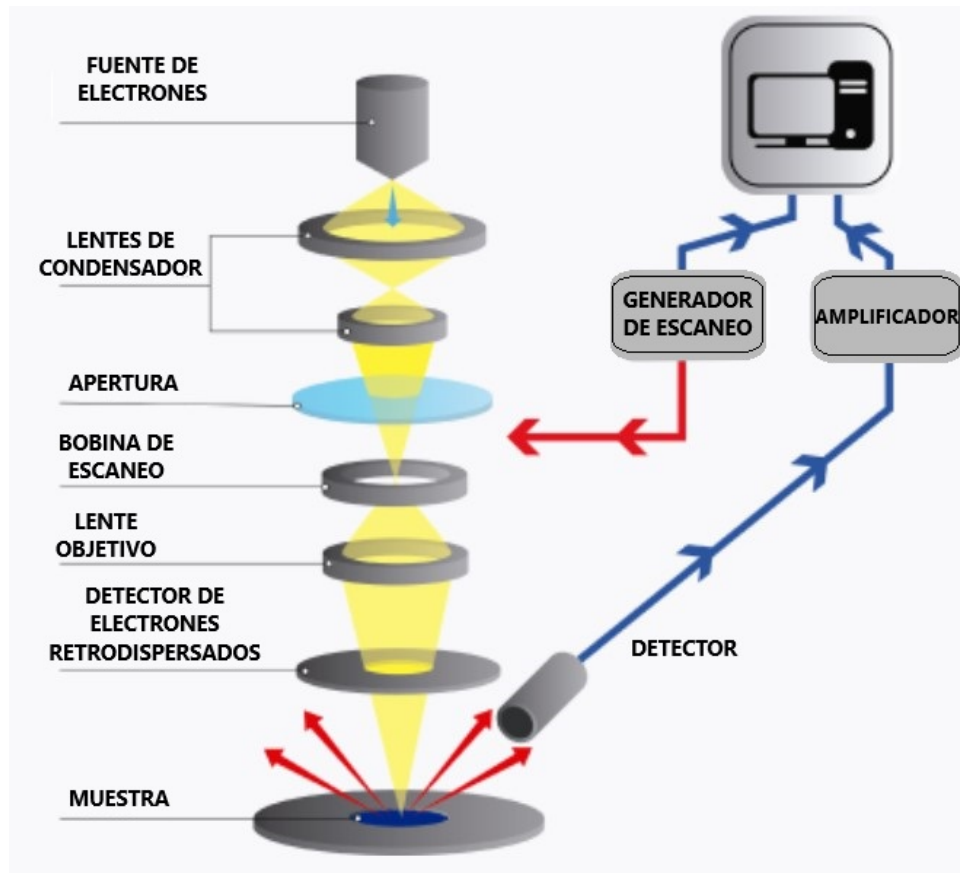


Figura 1.5: Partes constituyentes de un microscopio electrónico de barrido [25].

Las lentes electromagnéticas son de vital importancia en el enfoque del haz para obtener una resolución alta y en el escaneo del haz de electrones sobre la superficie de la muestra. El sistema de detección capta los electrones secundarios y retrodispersados, convirtiéndolos en señales de imagen que se visualizan en una pantalla [26].

En cuanto a la preparación de las muestras es relativamente fácil ya que la mayoría de los equipos SEM sólo requieren que estas sean conductoras, por lo que la muestra generalmente debe estar recubierta con una capa de carbón o una capa delgada de un metal como el oro para brindarle las propiedades conductoras que necesita la muestra; para después realizar el barrido correspondiente con los electrones acelerados [25].

1.4. Normas para dentífricos para uso en humanos

La norma NMX-K-539-NYCE-2020 [12][27][28][29][30] es una guía técnica que establece los requisitos y métodos de prueba que deben cumplir los dentífricos para garantizar su calidad, seguridad y efectividad para su uso en humanos. Esta norma es aplicada para asegurar que las pastas dentales disponibles en el mercado cumplan con ciertos estándares que protejan la salud del usuario, promoviendo una higiene bucal adecuada. A su vez, observa las normas NMX-K-543-CNCP-2014, PROY-NMX-K-542-CNCP-2012 y NMX-K-317-S-1978 de determinación de las propiedades de abrasión, consistencia y pH para dentífricos, respectivamente. Un dentífrico debe poseer una *abrasividad* controlada, suficiente para eliminar eficazmente la placa y las manchas superficiales dentales, pero sin causar daño al esmalte. La abrasividad excesiva podría erosionar el esmalte, mientras que una abrasividad muy baja no garantizaría una limpieza adecuada [27][28][29]. Otro elemento importante es el *pH* de la pasta dental, ya que un pH inadecuado podría afectar negativamente el equilibrio del ambiente oral. La norma establece un rango específico de pH que ayuda a proteger los tejidos de la boca y a evitar la proliferación de bacterias perjudiciales [27][28][29]. Finalmente, la *consistencia* del dentífrico también es evaluada bajo esta norma. Se busca que la textura sea apropiada para que el producto pueda ser fácilmente aplicado sobre el cepillo dental, facilitando su uso y garantizando su efectividad durante el cepillado [27][28][29].

Un dentífrico debe contar con ciertas especificaciones físicas y químicas, que se resumen en la **Tabla 1.2**.

Características	Rango
pH	4.5-10.0
Abrasión	Debe cumplir con la prueba NMX-K-543
Consistencia a 298 K (25°C) en mm	25-65
Fluoruro total (como ion flúor)	<0.2%

Tabla 1.2: Especificaciones químicas y físicas para dentífricos establecidas por la norma NMX-K-539-NYCE-2020 [30].

Capítulo 2

Metodología y desarrollo experimental

En este capítulo se presenta una descripción detallada del método de obtención de hidroxiapatita (HAp) a partir de huesos de pollo, abarcando desde la recolección y preparación de la materia prima hasta la caracterización completa del material obtenido por FTIR, XRD y SEM. Se explican los procedimientos de limpieza, tratamiento térmico y purificación que permiten aislar la HAp con alta pureza y propiedades adecuadas para aplicaciones biomédicas. Posteriormente, se detalla el proceso de elaboración de una pasta dental que incorpora la hidroxiapatita obtenida, incluyendo la selección de ingredientes, formulación y métodos de mezcla que garantizan una distribución homogénea del compuesto activo. Se describen las técnicas empleadas para optimizar las propiedades físicas y químicas del dentífrico, asegurando su eficacia en la remineralización del esmalte dental y la reducción de la sensibilidad. Finalmente, se lleva a cabo una evaluación exhaustiva de la calidad del producto final mediante la aplicación de la norma oficial mexicana NMX-K-539-NYCE-2020. Se analizan parámetros como la consistencia, pH, abrasividad, para verificar el cumplimiento de los estándares establecidos y garantizar la seguridad y efectividad del producto para el consumidor.

Las etapas seguidas durante el desarrollo experimental para la fabricación de muestras de pastas dentales adicionadas con nanoHAp, se presentan en la Figura [2.1](#).

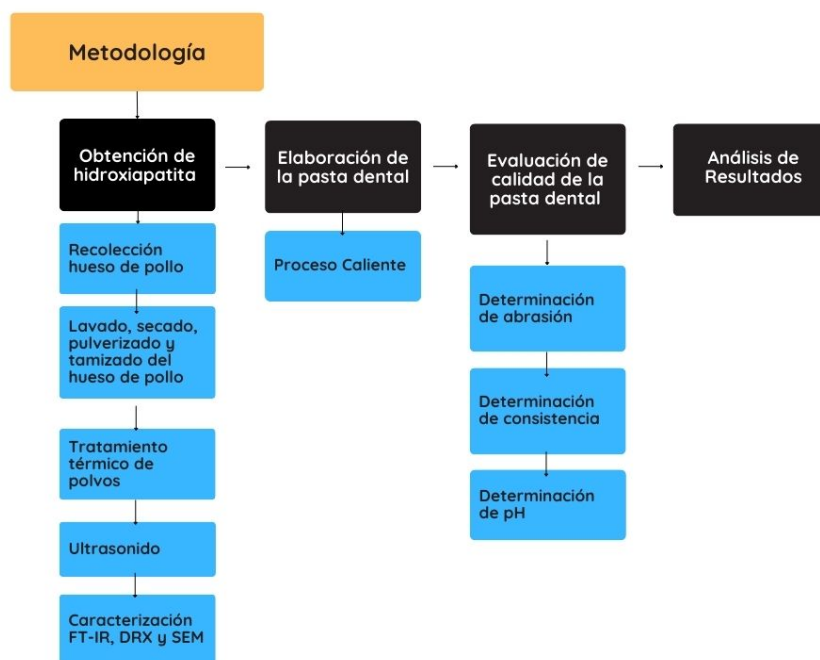


Figura 2.1: Esquema de las etapas seguidas en la elaboración de muestras de pasta dental con nanoHAp.

2.1. Obtención de hidroxiapatita natural

Materiales

Para la obtención de hidroxiapatita (HAp) se realizó la recolección de huesos de pollo, mayoritariamente de pierna, provenientes principalmente de desechos alimenticios, específicamente de preparaciones hervidas. El hervido inicial ayuda a eliminar grasas y tejidos blandos adheridos a los huesos.

2.1.1. Lavado y secado

El lavado exhaustivo de los huesos de pollo se realizó de manera manual para garantizar que toda la superficie de los huesos esté libre de materia orgánica superficial, que pueda interferir en las etapas posteriores de secado y calcinación. Concluida esta etapa, los huesos fueron secados al aire libre por tres meses (**Figura 2.2a**), verificando una exposición mínima a contaminantes ambientales, como polvo o humedad excesiva. Reducir el contenido de agua en la materia prima (**Figura 2.2b**), facilita los procesos térmicos posteriores, evitando la formación de carbonatos o fosfatos secundarios [3].

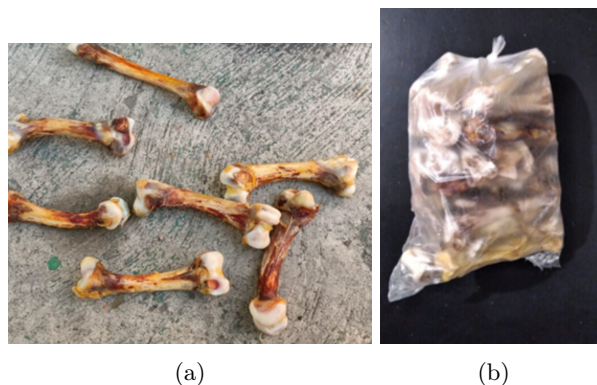


Figura 2.2: Proceso de secado y almacenamiento de muestras. a) Muestras en el proceso de secado. b) Muestras en almacenamiento.



Figura 2.3: Muestra de hueso de pollo pulverizado después del proceso de tamizado.

2.1.2. Trituración y tamizado

Las muestras secas se fragmentaron y trituraron manualmente para reducir su tamaño, empleando un mortero con pistilo, hasta que visualmente se presentó cierta uniformidad en el tamaño de partícula (**Figura 2.3**).

El material resultante fue tamizado con malla no. 60, equivalente a una apertura de 250 μm . La tonalidad de la muestra pulverizada varió ligeramente, lo cual se atribuye a la presencia de pequeños residuos orgánicos.

2.1.3. Tratamiento térmico de polvos

Las muestras pulverizadas de hueso se sometieron a un tratamiento térmico controlado con el propósito de recuperar la hidroxiapatita presente en la matriz ósea y eliminar cualquier microorganismo que pudiera causar actividad microbiana indeseada en la pasta dental final.

El tratamiento térmico se llevó a cabo en una mufra eléctrica (FE-363, Felisa), con una rampa



Figura 2.4: Muestra de hidroxiapatita obtenida después del proceso de calcinación.



Figura 2.5: Segunda molienda de hidroxiapatita obtenida después del proceso de calcinación.

de temperatura de $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta alcanzar los $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, por 4 h. Transcurrido el tiempo, el enfriamiento se realizó de manera natural hasta alcanzar la temperatura ambiente, antes de extraer las muestras. El resultado de este proceso es un polvo blanco y fino (**Figura 2.4**).

2.1.4. Ultrasonido

Después del proceso de calcinación, se realizó una etapa adicional de molienda manual con mortero para reducir y homogeneizar el tamaño de partículas de la muestra. Una tercera molienda se realizó empleando un molino eléctrico (BioloMix Multifuncional, Grinder, **Figura 2.5**). Nuevamente, el material resultante se sometió a un proceso de tamizado utilizando mallas de números 200 y 250, que corresponden a aperturas de 75 y $63\text{ }\mu\text{m}$, respectivamente.

Para reducir aún más el tamaño de las partículas, así como mejorar su dispersión, el producto resultante del segundo tamizado fue sometido a un proceso de sonicación en un baño ultrasónico. La sonicación es una técnica que emplea ondas ultrasónicas para generar cavitación en el líquido, lo que provoca la ruptura de aglomerados y generando partículas a escala nanométrica [31][32]. Muestras de 1, 2 y 3 g, fueron sonicadas por 30, 45 y 60 min, respectivamente, utilizando baño



Figura 2.6: Proceso de sonicación de muestras de HAp ya tamizadas.

ultrasónico (Fisher Scientific, **Figura 2.6**). Después de la sonicación, los polvos de hidroxiapatita fueron cuidadosamente recolectados y secados en una estufa a una temperatura controlada de 60 °C durante 24 horas para eliminar cualquier humedad residual. Posteriormente, se almacenaron en frascos de vidrio sellados para evitar la exposición al ambiente y la absorción de humedad. Los frascos se mantuvieron en un lugar seco y a temperatura ambiente hasta su análisis mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y difracción de rayos X (XRD).

2.1.5. Nomenclatura

Las muestras de 1, 2 y 3 g, después de la calcinación y de un segundo tamizado, que fueron sonicadas por 30, 45 y 60 min, respectivamente, fueron rotuladas de acuerdo con la **Tabla 2.1**.

Muestra	Masa (g)	Tiempo de sonicación (min)
1g-30	1	30
2g-30	2	30
3g-30	3	30
1g-45	1	45
2g-45	2	45
3g-45	3	45
1g-60	1	60
2g-60	2	60
3g-60	3	60

Tabla 2.1: Nomenclatura de las muestras cerámicas de hueso de pollo obtenidas por calcinación y ultrasonido.

2.1.6. Caracterización de polvos de hueso de pollo

Las muestras sonicadas fueron caracterizadas para determinar sus grupos funcionales, fase cristalina y morfología utilizando espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR), difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM), respectivamente.

Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

El análisis espectrofotométrico mediante FT-IR se realizó de 4000 a 650 cm^{-1} , midiendo el porcentaje de transmitancia (%T). Los resultados obtenidos se graficaron utilizando el software Origin2024b.

Difracción de rayos X (XRD)

La estructura cristalina de las muestras se determinó utilizando un difractómetro de rayos X (Bruker D8 Discover), con fuente $\text{CuK}\alpha$ con una longitud de onda de 1.54 Å a 40 kV y 40 mA. La detección y recolección de datos se realizó con un detector LynxEye. La identificación de las fases cristalinas presentes en las muestras se llevó a cabo mediante el análisis de los patrones de difracción obtenidos, comparándolos con las cartas de referencia proporcionadas por el International Centre for Diffraction Data (ICDD) e información previamente reportada [33].

Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La morfología del material obtenido tras la calcinación de huesos de pollo, y su evolución hacia la fase cristalina, se realizó empleando microscopía electrónica de barrido (JSM-6610LV, JEOL). El análisis de imágenes se llevó a cabo con la ayuda de ImageJ© y Python© para determinar el largo y ancho de partícula se emplearon el mayor número posible de partículas presentes por micrografía analizada, en promedio 148 partículas por micrografía, mientras que Python se empleó para el proceso estadístico de las longitudes obtenidas.

2.2. Elaboración de muestras de pasta dental

Materiales

Glicerina (propano-1,2,3-triol, $C_3H_8O_3$), agua tridestilada, Lauril sulfato de sodio ($CH_3(CH_2)_{11}SO_4Na$), carbonato de calcio ($CaCO_3$), hidroxiapatita ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$), almidón ($(C_6H_{10}O_5)_n$), sílica gel ($SiO_2 \cdot nH_2O$), sacarina sódica ($C_7H_4NNaO_3S \cdot \times H_2O$) y quitosano ($(C_6H_{11}NO_4)_n$). Todos los reactivos empleados fueron grado farmacéutico y adquiridos en Farmacias Medina©.

2.2.1. Método en caliente

Para obtener un tamaño de partícula homogéneo cercano a $53 \mu m$ [3], se pesaron todas las sustancias señaladas en la formulación (Tabla 2.2).

Cantidad	Reactivo	Función
3 mL	Glicerina	Agente humectante y preservativo
4 mL	Agua	Agente humectante
0.05 mL	Lauril sulfato de sodio	Agente detergente
2 g	Carbonato de calcio (50 % p/p)	Agente abrasivo
2 g	Hidroxiapatita (50 % p/p)	Agente abrasivo, desensibilizante y anticaries
0.6 g	Almidón	Agente emulsificante
0.3 g	Sílica gel	Agente antimanchas
0.2 g	Sacarina sódica	Endulzante
0.1 g	Quitosano	Agente microbiano

Tabla 2.2: Formulación al 10 % de muestras de pasta dental por el proceso en caliente [34].

Los ingredientes sólidos se pulverizaron en un mortero y se tamizaron para asegurar la uniformidad del tamaño de las partículas. Se disolvió la glicerina en el agua destilada, calentando la mezcla en baño maría a $90^\circ C$ durante 30 min. Posteriormente, se añadió el almidón a la solución caliente, agitando vigorosamente en parrilla mecánica, hasta obtener una mezcla homogénea. A continuación, se agregaron a la emulsión el carbonato de calcio, la hidroxiapatita previamente obtenida y la sílice, mezclando continuamente hasta lograr una consistencia uniforme. Inmediatamente después, se incorporaron el lauril sulfato de sodio, la sacarina sódica y el quitosano, mezclando nuevamente hasta obtener una pasta homogénea (Figura 2.7).

Una vez terminada la pasta, se procedió a su envasado en viales. Finalmente, las muestras se sometieron a un proceso de esterilización durante 20 min empleando radiación ultravioleta (UV, 365 nm) para eliminar microorganismos e inhibir el crecimiento bacteriano [35].



Figura 2.7: Muestra de pasta dental experimental adicionada con HAp.

2.3. Evaluación de la calidad de la pasta dental

2.3.1. Determinación de abrasión

Para la determinación de la abrasión se siguió la norma NMX-K-543-CNCP-2014 en los dentífricos, que por definición se basa en la propiedad que tienen los materiales sólidos de rayar los más duros a los menos duros [27][36].

Materiales

Ácido nítrico (HNO_3 , Merck), glicerina (propano-1,2,3-triol, $C_3H_8O_3$, Merck), portaobjetos estándar de borosilicato, disco de acero inoxidable de 15 mm de diámetro y 2 mm de espesor (Ohaus).

Procedimiento

Colocar un gramo de muestra en el portaobjetos y frotar con el canto del disco metálico dando 200 pasadas, ejerciendo una fuerza manual de aproximadamente 500 g. En otra parte del portaobjetos, se aplica glicerina y se repite la frotación con el mismo disco metálico limpio. Esta operación se realiza para comprobar la acción del disco sobre el vidrio. Después se introduce la placa en ácido nítrico caliente, aproximadamente a 333 K (60°C), para eliminar cualquier partícula metálica que haya quedado adherida. Examinar la superficie del vidrio con luz directa y reflejada. La pasta no cumple con la prueba si deja marcas o raspaduras sobre la superficie del cristal [27].

Adicional a las mediciones cualitativas, se pesaron los portaobjetos, previo al frotamiento, para poder obtener resultados cuantitativos y graficar los resultados.



Figura 2.8: Medición de la consistencia de la pasta dental experimental utilizando una placa y cuadrícula para análisis.

2.3.2. Determinación de consistencia

Para la determinación de la consistencia de las muestras de dentífrico fabricadas, se siguió la norma PROY-NMX-K-542-CNCP-2012, que se fundamenta en la propiedad de los materiales de tener diferentes cohesiones [28].

Materiales

Dos placas de vidrio plano de 15 cm por 15 cm de lado y 3 mm de espesor. Dispositivo que permita medir 0.5 cm^3 de pasta. Pesa de 500 g. Papel milimétrico de 15 cm por 15 cm de lado, con circunferencia concéntrica dibujada a partir del centro del cuadrado, cada centímetro y numeradas.

Procedimiento

Colocar horizontalmente una de las placas de vidrio sobre la hoja de papel milimétrico. Poner en el centro, 0.5 cm^3 de la muestra a una temperatura de $298 \text{ K} \pm 1 \text{ K}$ ($25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$). Entonces, superponer la segunda placa, centrándola con la primera. Sobre el centro de la segunda placa de vidrio, colocar la pesa de 500 g durante 10 min, al cabo de los cuales se observará la formación de un disco de pasta entre ambos vidrios [28].

2.3.3. Determinación de pH

Para la determinación del pH se siguió la norma NMX-K-317-S-1978 para alimentos. Se basa en la medición electrométrica de la actividad de los iones hidrógeno presentes en una muestra del

producto mediante un potenciómetro o pHmetro [29]. El pH o potencial de hidrógeno, mide el grado de acidez o de alcalinidad de una disolución. Una disolución con un pH entre 0 y 7 es ácida mientras que si tiene un pH de 7 a 14, es básica [37].

Materiales

Tiras reactivas de pH, pHmetro, viales o vasos de precipitado y espátula.

Procedimiento

Colocar en los vasos de precipitado una cantidad adecuada de la pasta dental y sumergir en ella las tiras reactivas y/o el pHmetro. Determinar el pH y registrarlo [29].

Capítulo 3

Resultados y discusión

En este capítulo se presenta el análisis y se discuten los resultados obtenidos a lo largo de este trabajo de tesis. Se evalúa cómo estos hallazgos se relacionan con los objetivos planteados inicialmente y se comparan los datos con estudios previos en la literatura científica. Además, se examinan las implicaciones prácticas y teóricas de los resultados, abordando así también las posibles limitaciones del estudio y se proponen futuras líneas de investigación que permitan ampliar y profundizar los temas estudiados.

3.1. Colorimetría y rendimiento de la fase inorgánica

En la **Figura 3.1a** se presentan los resultados derivados del lavado, secado, trituración, molienda y primer tamizado de hueso de pollo. Se observó un color marrón atribuible a la presencia residual de materiales orgánicos sobre la muestra. Por su parte, la **Figura 3.1b** corresponde a la muestra una vez que ha sido calcinada a $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, sonicada, sometida a una segunda molienda y tamizada por segunda vez. Se observó el cambio de tonalidad de los polvos marrón sin calcinar a un tono blanco.

Rajesh y colaboradores [38] reportaron que el color de hueso de pollo, varía con la temperatura, pasando por marrón claro a los $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, café claro a los $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ a blanco desde los $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$. La masa total recolectada después del lavado de la materia prima (**Figura 2.2b**) correspondió a 3.5 kg, mientras que después del proceso de calcinación, sonicación y segundo tamizado, fue de 1.75

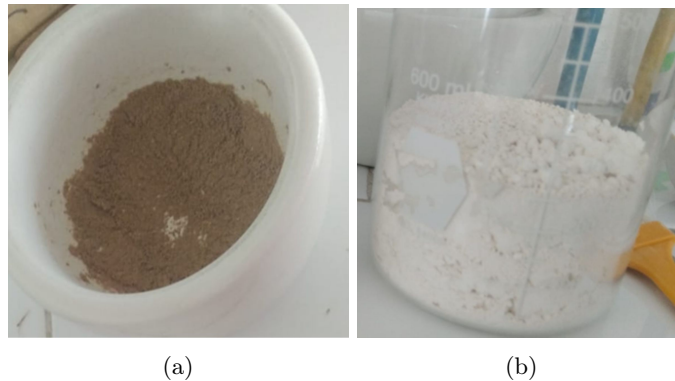


Figura 3.1: Muestras de polvo obtenidas a partir de hueso de pollo sin y con tratamiento térmico. a) Sin tratamiento térmico. b) Con tratamiento térmico a 900°

kg. Es decir, el rendimiento de la fase inorgánica de la materia prima fue está alrededor del 50%. Previamente ha sido reportado por otros autores que, para una calcinación a una temperatura de 700 °C, se obtiene un rendimiento alrededor del 57% [3]. La variación en el rendimiento obtenido en este trabajo, y el previamente reportando, puede atribuirse a la variación de las condiciones experimentales de ambos procesos. Entre 30 y 500 °C, caracterizaciones por termogravimetría reportan la pérdida de masa atribuible a agua, la parte orgánica presente en el hueso (proteínas y colágeno), mientras que que arriba de los 600 °C no se reporta pérdida significativa de masa. Sin embargo, se reporta una pérdida total de masa cercana a 60% [38]. Es decir, con la metodología propuesta, se genera una ganancia de 7-10% de la fase mineral de hueso de pollo.

3.2. Composición, morfología, tamaño promedio y fase de muestras calcinadas y ultrasonificadas

3.2.1. Nomenclatura

Se separaron masas de 1, 2 y 3 g después de la calcinación a 900 °C y de un segundo tamizado, las cuales fueron sonicadas por 30, 45 y 60 min, respectivamente. Entonces, fueron rotuladas de acuerdo a la **Tabla 3.1**, y estudiadas para determinar su composición, morfología, tamaño promedio y fase por FTIR, XRD y SEM.

Muestra	Masa (g)	Tiempo de sonicación (min)
1g-30	1	30
2g-30	2	30
3g-30	3	30
1g-45	1	45
2g-45	2	45
3g-45	3	45
1g-60	1	60
2g-60	2	60
3g-60	3	60

Tabla 3.1: Nomenclatura de las muestras cerámicas de hueso de pollo obtenidas por calcinación y ultrasonido.

3.2.2. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR)

Las Figuras 3.2 a 3.4 muestran los espectros infrarrojos de las muestras fabricadas por calcinación-sonicación (Tabla 3.1), en modo transmitancia.

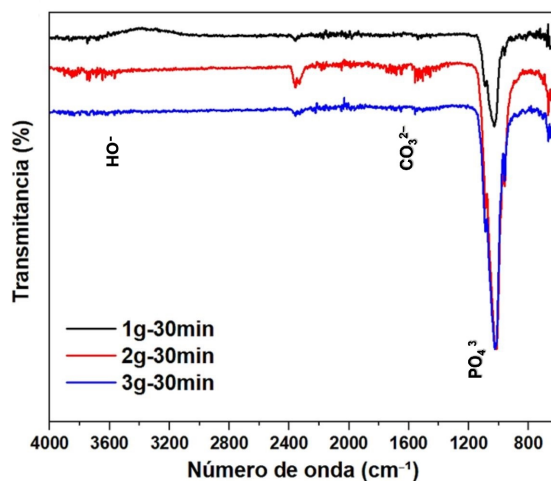


Figura 3.2: Espectros FTIR de muestras obtenidas de huesos de pollo tras 30 minutos de sonicación, para masas de 1, 2 y 3 gramos.

La Tabla 3.2 presenta los grupos químicos $-OH$, CO_3^{2-} y PO_4^{3-} asociados con las bandas vibracionales características de la HAp sintética, que han sido previamente reportadas en la literatura [38].

Esos mismos grupos químicos fueron observados en todas las muestras fabricadas, independientemente del tiempo de sonicación o masa empleada durante el proceso de fabricación de las muestras.

En las Figuras 3.2 a 3.4 se observa la presencia de las bandas de vibracionales correspondientes al grupo fosfato (PO_4^{3-}) en el intervalo de 1016.8 a 1027.9 cm^{-1} ; del grupo hidroxilo OH en 3599.1

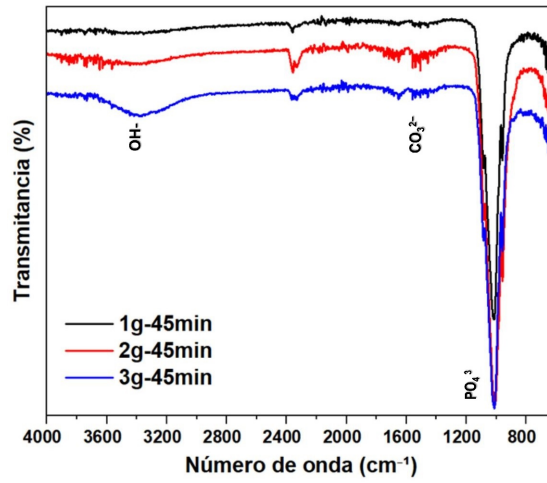


Figura 3.3: Espectros FTIR de muestras obtenidas de huesos de pollo tras 45 minutos de sonicación, para masas de 1, 2 y 3 gramos.

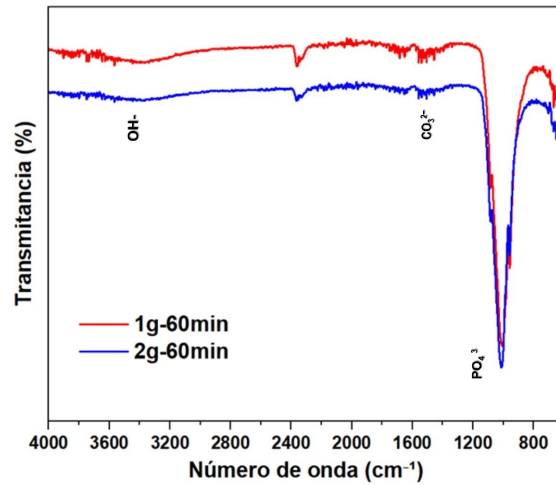


Figura 3.4: Espectros FTIR de muestras obtenidas de huesos de pollo tras 60 minutos de sonicación, para masas de 1, 2 y 3 gramos.

Muestra	Grupo Químico	Bandas de absorción (cm ⁻¹)	Bandas de absorción (cm ⁻¹) de las muestras		
			30 min	45 min	60 min
1g-30min	OH ⁻	3600	3599.1	3599.6	3601.9
2g-30min		3600	3599.1	3599.5	3600.0
3g-30min		3600	3601.9	3599.6	3600.0
1g-45min	CO ₃ ²⁻	1648, 1543, 1456,	1542.3	1544.2	1544.7
2g-45min		1404, 869, 708	1542.3	1542.3	1542.3
3g-45min			1543.3	1542.3	1542.3
1g-60min	PO ₄ ³⁻	1026, 667, 602, 559	1027.9	1025.5	1024.0
2g-60min			1025.5	1025.5	1016.8
3g-60min			1025.6	1025.5	1016.8

Tabla 3.2: Señales de absorción características de la HAp sintética reportadas en la literatura y las obtenidas a partir del hueso de pollo por calcinación y en diferentes tiempos de sonicación.

a 3601.951 cm^{-1} y del grupo CO_3^{2-} de 1542.3 a 1544.7 cm^{-1} .

En el Anexo (**Figura A.1**) se presentan los FTIR de las muestras de la **Tabla 3.1**, pero en función del tiempo de sonicación. Se observan cambios significativos que permiten inferir la relación entre el tiempo de sonicación, el tamaño de las partículas y la transmitancia del material. La dispersión de Rayleigh es un fenómeno que ocurre cuando las dimensiones de las partículas son significativamente menores que la longitud de onda de la luz que las atraviesa, por lo que partículas pequeñas dispersan más la luz incidente y, en consecuencia, se reduce la transmitancia del material [39][40]. La intensidad de la luz dispersada tiene una fuerte dependencia tanto de la longitud de onda como del tamaño de las partículas. Específicamente, la intensidad de la luz dispersada es inversamente proporcional a la cuarta potencia de la longitud de onda ($1/\lambda^4$) [39][40][41].

En la **Figura A.1.a**, las muestras de 1, 2 y 3 g a 30 min de sonicación, presentan un comportamiento de la transmitancia muy similar, lo que indica que no existe una variación significativa en la transmitancia dependiendo de la cantidad de material con el tiempo sonicado. Al incrementar el tiempo de sonicación a 45 min, se observa un descenso en la transmitancia, comparación con las muestras a 30 min (**Figuras 3.2 y A.1b**). Este descenso puede estar relacionado con la reducción en el tamaño de las partículas debido a la sonicación, pero que se ve incrementado cuando la muestra incrementa de la masa 2 a 3 g (**Figuras 3.3, 3.4 y A.1**). En cualesquiera de los casos, ello podría atribuirse a una mayor dispersión de la luz dentro de las muestras 2g-45min y 3g-45 min. Un comportamiento similar lo presentaron las muestras 2g-60min y 3g-60min, siendo la muestra 2g-60min, la que presentó una menor transmitancia (**Figura 3.4 y Figura A.1b**), indicativo de que es probable que sea la muestra que contiene las partículas más pequeñas.

3.2.3. Difracción de rayos X

Las **Figuras 3.5, 3.6 y 3.7** presentan los patrones de difracción de las muestras cerámicas derivadas de hueso de pollo cuando fueron sometidas a tratamiento térmico a 900 °C y sonicación de 30, 45 o 60 min.

Se observa que los patrones de difracción de las muestras obtenidas por calcinación-sonicación, en todos los casos independientemente de la masa o tiempo de sonicación, corresponden a la estructura cristalina en fase hexagonal de la HAp (líneas color cyan), con parámetros de red $a = b = 9,43\text{ Å}$ y $c = 6,88\text{ Å}$, y grupo espacial P63/m. Se determinó que las señales más intensas se encuentran a 26° , $31,8^\circ$, $31,9^\circ$, $33,9^\circ$, $39,8^\circ$, $46,7^\circ$, y $49,6^\circ$ en 2θ , que corresponde a los planos cristalográficos

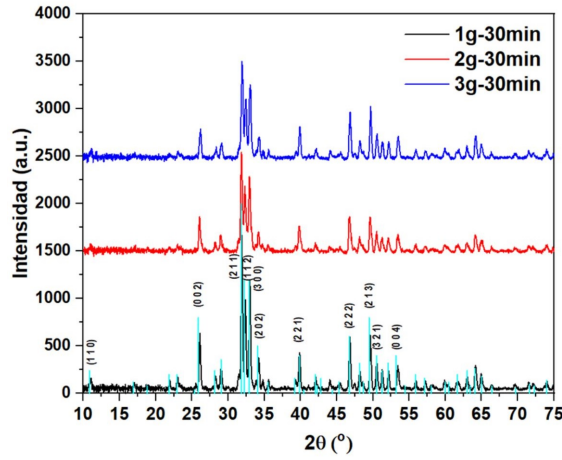


Figura 3.5: Difractogramas de rayos X de 1, 2 y 3 g de muestras cerámicas obtenidas por calcinación y 30 min de sonicación.

(002), (211), (112), (300), (221), (222) y (213), respectivamente. Diversos autores han reportado que estos mismos picos de difracción son característicos de HAp sintética [42][43][44] y natural, derivados de hueso bovino [45] y atún [46].

De acuerdo a la carta cristalográfica estándar de HAp (ID 09-0432), las intensidades de difracción de los planos (002) en $25,8^\circ$ y (211) en $31,8^\circ$, son de 40 y 100 unidades, respectivamente. El plano (002) corresponde a los planos con espaciamento interplanar d de 0.34 nm, siendo una de las direcciones preferenciales de crecimiento [22]. Sean I_{211} e I_{002} , las intensidades de los picos difractados correspondientes a los planos (211) y (002), por lo que la relación entre sus intensidades $I_{211}/I_{002} = 3,1$. En la **Tabla 3.3** se presentan los resultados, determinados a partir de los espectros de difracción de cada muestra cerámicas fabricada por calcinación-sonicación obtenidas de hueso de pollo, de I_{211}/I_{002} , el ancho de pico a media altura (FWHM, *Full Width at Half Maximum*) del plano (002), el tamaño del cristal X_S (nm) y el grado de cristalinidad X_C . Para determinar el tamaño del cristal X_S (nm) se empleó la ecuación de Debye-Scherrer $X_S = 0,9\lambda\beta \cos \theta$, donde (nm) es la longitud de onda de la radiación incidente de $CuK\alpha$ ($= 0,15406$ nm), (radianes) es el ancho de pico a media altura y θ ($^\circ$) es el ángulo de difracción del pico [47]. Por su parte, el grado de cristalinidad X_C se determinó empleando la ecuación $X_C = (\frac{0,24}{\beta})^3$, donde (radianes) es el ancho de pico a media altura del plano (002) [48]. Para esta ecuación, un valor menor de X_C , corresponde a una mayor grado de orden estructural de los átomos de la muestra.

De la **Tabla 3.3** se puede agrupar las muestras por sus relaciones I_{211}/I_{002} . El grupo que presentó la relación más cercana al estándar incluye a las muestras **3g-30, 2g-45 y 3g-60 (grupo 1)**,

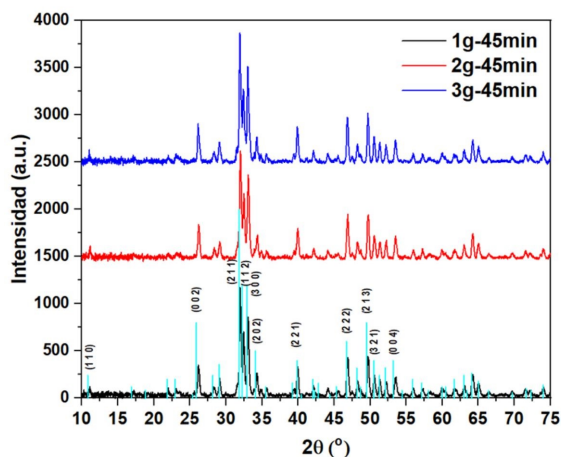


Figura 3.6: Difractogramas de rayos X de 1, 2 y 3 g de muestras cerámicas obtenidas por calcinación y 45 min de sonicación.

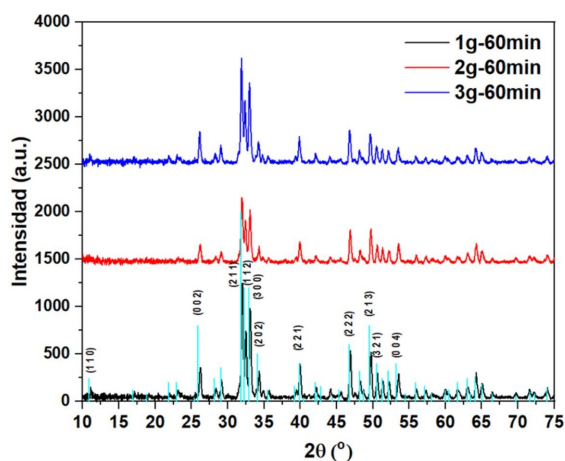


Figura 3.7: Difractogramas de rayos X de 1, 2 y 3 g de muestras cerámicas obtenidas por calcinación y 60 min de sonicación.

Muestra	I_{112}/I_{002}	β_{002}	X_S (nm)	X_C
1g-30	2.7	0.228	37.34	1.166
2g-30	2.8	0.243	35.03	0.963
3g-30	3.2	0.305	27.92	0.487
1g-45	3.8	0.283	30.09	0.609
2g-45	3.2	0.272	31.31	0.686
3g-45	2.9	0.267	31.89	0.726
1g-60	3.6	0.33	25.81	0.384
2g-60	3.4	0.39	21.83	0.233
3g-60	3.2	0.3	28.38	0.512

Tabla 3.3: Relaciones de I_{211}/I_{002} de las muestras de HAp obtenidas por calcinación y ultrasonido. La relación determinada por el patrón estándar de HAp es $I_{211}/I_{002} = 3,1$.

mientras que el grupo integrado por **1g-30**, **2g-30** y **3g-45** (**grupo 2**) son las muestras que no guardaron la relación de intensidades entre sus picos difractados. Por su parte, las muestras **1g-45**, **1g-60** y **2g-60** (**grupo 3**) fue el grupo cuyas muestras presentaron una relación superior a la del estándar. Estos resultados brindan un indicativo de la cristalinidad de cada muestra. Para las muestras a un mismo tiempo de sonicación se observa que si se efectúa por 30 min, el tamaño de la cristalita se reduce en función de la masa. La muestra de 1 g y 30 min de sonicación fue la que presentó el mayor tamaño, mientras que la muestra 3g-30min fue la que presentó el menor. Caso contrario sucedió con las muestras sonicadas por 45 min. A mayor masa (muestra 3g-45min), mayor tamaño de cristalita. Para las muestras sonicadas a 60 min no se presentó un comportamiento lineal, siendo la muestra 2g-60min la que presentó el menor tamaño de cristalita. De hecho, de todas las muestras caracterizadas, se encuentra que la muestra con una masa de 2 g y sonicada por 60 min, es la que presentó el tamaño de cristalita menor (21.83 nm), relación $I_{211}/I_{002} = 3,4$, y la mejor cristalinidad. Por su parte, la muestra de masa 1 g y sonicada por 30 min mostró la mayor cristalita (37.34 nm), la menor relación $I_{211}/I_{002} = 2,7$, y el menor ordenamiento atómico.

La sonicación tiende a reducir el tamaño de las partículas al romper las partículas más grandes en fragmentos más pequeños. Si el tiempo de sonicación es adecuado, puede mejorar la cristalización del material, exponiendo una mayor cantidad de planos cristalinos que son responsables de los picos de difracción en los difractogramas. Sin embargo, si el tiempo de sonicación es demasiado largo, puede ocurrir un fenómeno de "sobresonicación". Esto implica que la energía ultrasónica podría dañar la estructura cristalina, provocando la amorfización parcial del material.

Sin embargo, bajo cualesquiera de las condiciones de fabricación empleadas (**Tabla 3.1**), se fabricaron muestras puras, altamente cristalinas y en fase hexagonal de HAp, con estructura nanométrica entre 21.8 y 37.3 nm.

3.2.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

La **Figura 3.8** presenta las micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), de las muestras de hidroxiapatita que fueron obtenidas por tratamiento térmico y diferentes tiempos de sonicación, a partir de hueso de pollo. Las imágenes corresponden a muestras de 1, 2 y 3 g, sonicadas durante 30, 45 y 60 min, respectivamente (**Tabla 3.1**).

Se observa que las partículas presentaron mayoritariamente morfología tipo cilíndrica, de diversos tamaños. Se observa que el tiempo de sonicación y la cantidad de material afectan la morfología y

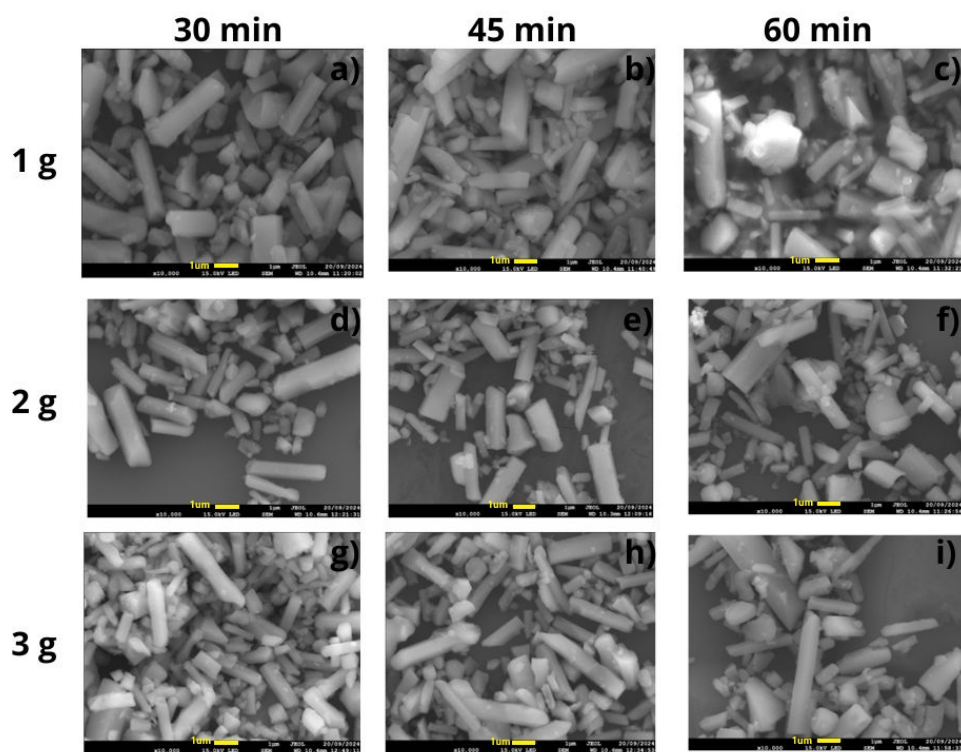


Figura 3.8: Micrografías SEM de muestras de 1, 2 y 3 g de HAp, sonicadas durante a)-g) 30 min, b)-h) 45 min o c)-i) 60 min. (X10,000, 15 kV)

distribución de las partículas de hidroxiapatita, desde aglomerados más grandes (**Figura 3.8 a-g**) a estructuras más finas (**Figura 3.8 c-f**) conforme aumenta el tiempo de sonicación. Sin embargo, en todos los casos, se presentaron mezclas de partículas de tamaño microscópico.

Se observa que las muestras con menor gramaje (muestras de 1 g) presentaron mayor fragmentación conforme se incrementa el tiempo de sonicación. Caso contrario sucede en las muestras con mayor masa. Esto sugiere que una mayor cantidad de material puede reducir el efecto de la sonicación en la fragmentación de las partículas individuales.

Mediante ImageJ© y Phyton©, se determinó la distribución de tamaño de las partículas obtenidas por calcinación-sonicación. Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla 3.4.

Por su parte, la **Figura 3.9** corresponde al promedio de cada rango de tamaño de partícula para cada muestra, en función del tiempo de sonicación.

En cuanto a los resultados obtenidos para las muestras calcinadas y sonicadas, se observó que el tamaño y la morfología de las partículas de hidroxiapatita se ven significativamente afectados por

Resultados y discusión

3.2 Composición, morfología, tamaño promedio y fase de muestras calcinadas y ultrasonificadas

Muestra	Intervalo de tamaños (nm)
1g-30	849.7-1265.5
2g-30	260.0-647.1
3g-30	178.0 - 559.0
1g-45	657.1-996.2
2g-45	401.7-681.3
3g-45	208.0-640.7
1g-60	322.0-875.8
2g-60	253.0-763.0
3g-60	175.0-661.9

Tabla 3.4: Distribución de tamaños de las muestras de HAp obtenidas por calcinación y ultrasonido, en función de la masa y el tiempo de sonicación.

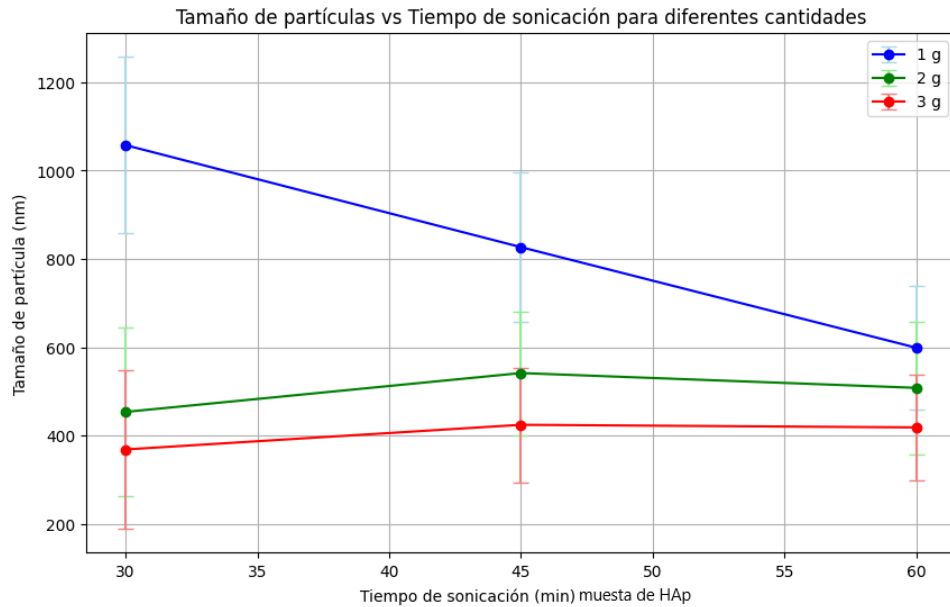


Figura 3.9: Tamaño promedio de partícula vs. tiempo de sonicación, para cada muestra analizada.

el proceso de sonicación.

Para las muestras calcinadas y luego sonicadas, los tamaños de partícula disminuyen notablemente a medida que aumenta el tiempo de sonicación. Los valores promedio muestran una tendencia decreciente desde aproximadamente 626.56 nm para 30 minutos de sonicación, a 508.44 nm para 60 minutos, lo que indica que tiempos de sonicación más prolongados favorecen la fragmentación de las partículas.

En cuanto a la morfología, se observa que las partículas mantienen una forma alargada y angular después de la calcinación y durante los primeros tiempos de sonicación. Sin embargo, conforme aumenta el tiempo de sonicación, las partículas tienden a desintegrarse y adoptar una forma más irregular, lo cual es evidente en las muestras de mayor sonicación. Esta fragmentación es más pronunciada en las muestras de menor peso, lo que sugiere que la cantidad de material influye en el efecto de la sonicación: a mayor cantidad de muestra, el efecto de reducción de tamaño es menos evidente.

Estos resultados confirman que la sonicación es un método efectivo para reducir el tamaño de partícula en muestras de hidroxiapatita calcinada, y que tiempos prolongados de sonicación producen partículas más pequeñas y morfologías menos definidas.

Entonces, el efecto de la sonicación en la reducción del tamaño de partícula es más significativo en las muestras con menor cantidad de material (muestras con 1 g). A medida que aumenta la cantidad de muestra (2g y 3g), el efecto de la sonicación se vuelve menos efectivo para fragmentar las partículas, lo que puede ser consecuencia de una mayor densidad de material que limita la propagación de las ondas ultrasónicas. Sin embargo, esto no sugiere que para obtener partículas más pequeñas sea necesario emplear menores cantidad de material durante la sonicación.

3.3. Análisis de calidad de las pastas dentales

Como se mencionó en la sección metodológica, las pastas dentales elaboradas siguieron la formulación descrita en la **Tabla 3.5**, y fueron evaluadas en pH, consistencia y abrasividad, siguiendo las directrices de la norma NMX-K-539-NYCE-2020 [30]. Los análisis de pH, consistencia y abrasividad realizados a las pastas dentales formuladas se realizaron empelando muestras de 1, 2 y 3 g obtenidas después de 30, 45 o 60 min de sonicación (**Tabla 3.1**). Se fabricó una muestra de dentífrico control, la cual no contiene presencia de HAp en la formulación.

Cantidad	Reactivo	Función
3 mL	Glicerina	Agente humectante y preservativo
4 mL	Agua	Agente humectante
0.05 mL	Lauril sulfato de sodio	Agente detergente
2 g	Carbonato de calcio (50% p/p)	Agente abrasivo
2 g	Hidroxiapatita (50% p/p)	Agente abrasivo, desensibilizante y anticaries
0.6 g	Almidón	Agente emulsificante
0.3 g	Sílica gel	Agente antimanchas
0.2 g	Sacarina sódica	Endulzante
0.1 g	Quitosano	Agente microbiano

Tabla 3.5: Formulación al 10% de muestras de pasta dental por el proceso en caliente [34].

3.3.1. pH

La **Figura 3.10** muestra el pH promedio, que corresponde al promedio de los pH de cada masa, para cada tiempo de sonicación empleado. Se observa que, independientemente del tamaño de partícula empleado, todos los valores de pH medidos se encuentran dentro de los valores permisibles por las normas nacionales para productos de higiene bucal, que es de 4.5 a 10. Este intervalo de pH es considerado seguro y adecuado para mantener la salud de los tejidos bucales y evitar la desmineralización del esmalte dental.

Independientemente del error de la muestra de dentífrico fabricada con HAp sonicada por 30 min, las pastas dentales desarrolladas presentaron valores de pH dentro del rango de la norma sin la necesidad de utilizar estabilizadores de pH, como los que comúnmente se emplean en las pastas comerciales. Ello es un indicador positivo de la formulación, que sugiere que los componentes seleccionados y las proporciones utilizadas contribuyen de manera natural a mantener un pH neutro o ligeramente básico. Entonces, dado que la hidroxiapatita es un material biocompatible y semejante al componente mineral del esmalte, no altera significativamente el pH de la pasta dental, lo que es beneficioso para la prevención por erosión ácida. Se observa que el pH muestra un ligero incremento cuando se emplean las HAp en la formulación de dentífrico. Cuando se adiciona la HAp, independientemente del tiempo de sonicación durante la obtención de las muestras, se mantuvieron en un rango de pH entre 8 y 8.5. Este comportamiento podría estar relacionado con el agotamiento de los cambios químicos más reactivos que inicialmente afectan el pH derivado de la concentración de HAp como función del tiempo de sonicación. Si bien no se emplearon estabilizadores de pH, la incorporación de quitosano como agente antibacteriano también puede contribuir a mantener el pH, ya que este polímero posee propiedades que favorecen un ambiente bucal saludable [49]. El quitosano tiene una ligera capacidad buffer y puede inhibir el crecimiento

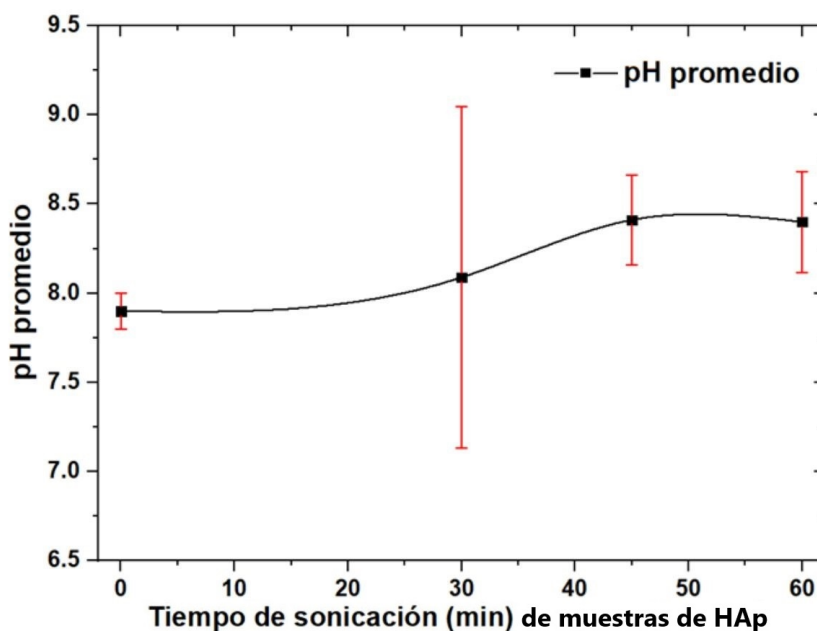


Figura 3.10: Variación del pH promedio de pastas dentales fabricadas, en función del tiempo de sonicación de obtención de HAp.

de bacterias acidogénicas, reduciendo la producción de ácidos en la cavidad oral [49].

En el anexo en la Figura A.11 se puede observar la relación entre el tiempo de sonicación y el pH de la pasta dental para masas de 1, 2 y 3 gr.

3.3.2. Consistencia

La norma NMX-K-539-NYCE-2020, en cuanto a la consistencia de dentríficos, indican que si los valores son mayores o menores al rango 2.5 – 6.5 cm, entonces la pasta es demasiado o insuficientemente espesa, lo cual dificulta el cepillado de los dientes.

En la **Figura 3.12** se presentan los resultados de consistencia de cada formulación de dentrífico fabricados, empleando muestras de 1, 2 y 3 g obtenidas después de 30, 45 o 60 min de sonicación. Se observa que todas las formulaciones fabricadas cumplen con los requerimientos establecidos en la norma, dado que se encuentran dentro de los límites permisibles (2.5 – 6.5 cm), medidos en función del desplazamiento de la pasta (**Figura 3.11**). La consistencia se expresa como una gráfica de diámetro final promedio en función del tiempo de sonicación de cada muestra de HAp empleada, dado que se obtuvo el promedio resultante por tiempo de sonicación aplicado.

Para la muestra control, es decir sin presencia de HAp en la formulación, el diámetro final promedio

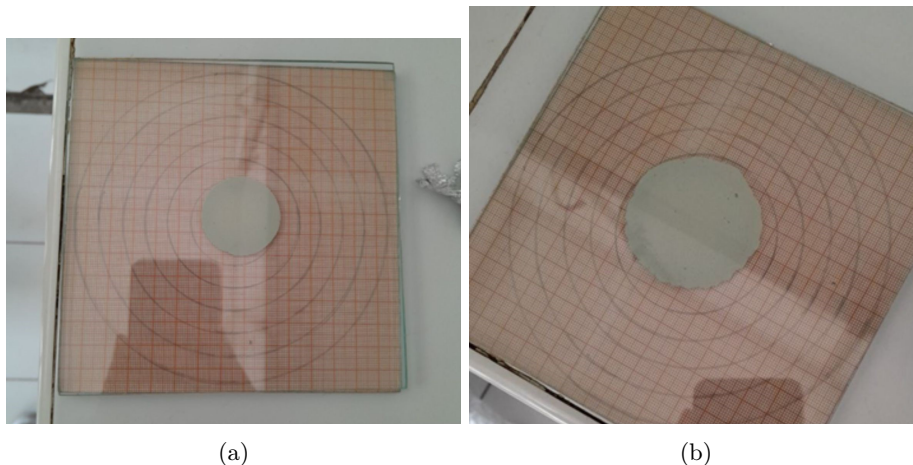


Figura 3.11: Prueba de consistencia para pastas dentales fabricada con HAp de 2 g y sonicada 30 min. a) Previo a la colocación del peso. b) después de colocar el peso

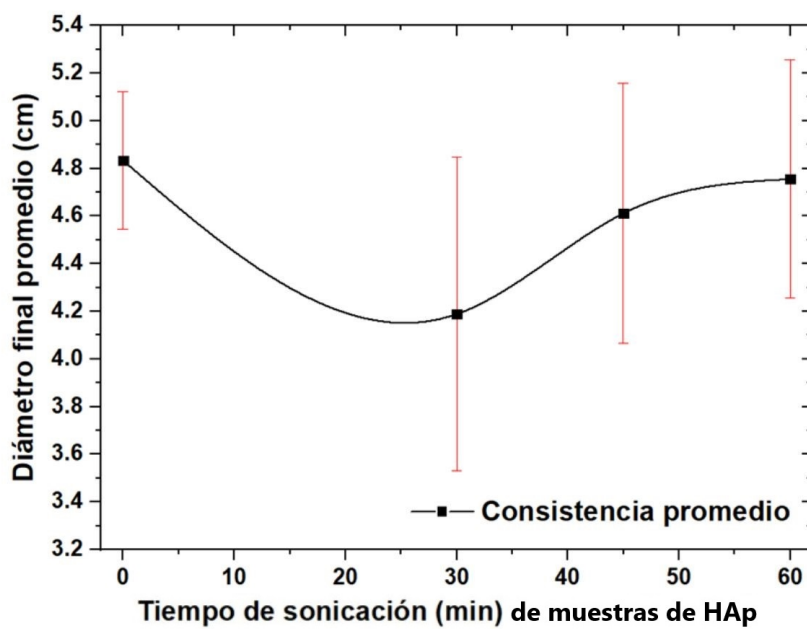


Figura 3.12: Prueba de consistencia de las pastas dentales elaboradas con HAp a diferentes tiempos de sonicación.

fue cercano a 4.8 cm, el cual disminuyó a cerca de 4.2 para la muestra de HAp sonicada por 30 min. Esto sugiere que a los 30 min, aumenta el espesor de la pasta. Conforme se incrementa el tiempo de sonicación de las muestras de HAp, el diámetro promedio final se incrementa a cerca de 4.6 y debajo de 4.8, lo que indicaría que la pasta recupera fluidez, aunque no alcanza la misma consistencia inicial. Entonces, el proceso de sonicación parece provocar un incremento inicial de la viscosidad (mayor espesor), seguido de la recuperación de la fluidez hasta casi el valor del dentrífico control.

Las barras de error amplias reflejan una variabilidad significativa en las mediciones de consistencia a lo largo del proceso, lo que podría estar relacionado con cambios en la homogeneidad de la pasta, pero que en cualesquiera de los casos, asegura que todas las formulaciones adicionadas con HAp, permanecieron dentro de la norma.

En el anexo en la Figura [A.12](#) se puede observar la relación entre el tiempo de sonicación y la consistencia de la pasta dental (medido como diámetro final) para masas de 1, 2 y 3 gr.

3.3.3. Abrasión

De acuerdo con la norma establecida, al pasar 200 veces la pasta dental sobre un portaobjetos de vidrio, utilizando el canto de un disco metálico y aplicando siempre la misma fuerza, el producto no debe dejar marcas o raspaduras significativas. Esta prueba evalúa la abrasividad de la pasta dental, garantizando que no sea excesivamente abrasiva y, por lo tanto, no dañe el esmalte dental durante el cepillado.

Las muestras de dentríficos elaborados en este trabajo de tesis, que contiene diferentes masas y tamaños de partícula de HAp, generó raspaduras muy ligeras sobre el sustrato, cumpliendo así con las especificaciones establecidas por la norma. Esto indica que el nivel de abrasividad de la pasta es bajo y seguro para su uso en la higiene bucal cotidiana.

En la **Tabla 3.6** se resume la clasificación registrada según el grado de raspadura observado para cada pasta probada, utilizando las siguientes categorías:

- **Nulo:** Sin raspaduras visibles.
- **Leve:** Raspaduras muy ligeras, apenas perceptibles.
- **Moderado:** Raspaduras claramente visibles, pero no profundas.
- **Sustancial:** Raspaduras profundas y fácilmente observables.

Resultados y discusión
3.3 Análisis de calidad de las pastas dentales

Para complementar los resultados cualitativos con datos cuantitativos, se pesaron los portaobjetos antes y después de realizar cada prueba de abrasión. Ésta medición permitió determinar la pérdida de masa causada por la abrasión de cada muestra de pasta dental fabricada (**Tabla 3.6**).

La **Figura 3.13** corresponde a la pérdida de masa de los portaobjetos, facilitando la comparación visual del nivel de abrasividad entre las diferentes pastas evaluadas. Se observa para el control que la abrasión de la formulación es cercana a 0.003 g. Este valor sugiere que, antes de incorporar la HAp, la pasta tiene un mayor impacto abrasivo. Cuando se adiciona la HAp, como función del incremento del tiempo de sonicación durante su obtención, se observa que disminuye la abrasión de todas formulaciones, dado que disminuye la masa perdida.

Folio (n-gt)	Grado de raspadura	Peso inicial del portaobjetos	Peso final del portaobjetos
1130	moderado	5.0467	5.0466
2130	nulo	5.0199	5.0198
3130	nulo	5.0456	5.0455
1230	sustancial	5.0417	5.0417
2230	moderado	5.0255	5.0243
3230	sustancial	5.0332	5.0312
1330	sustancial	5.1876	5.1859
2330	sustancial	5.2490	5.2441
3330	sustancial	5.6530	5.6516
1145	nulo	5.0482	5.0481
2145	leve	4.8077	4.8076
3145	sustancial	5.0381	5.0376
1245	moderado	4.7227	4.7218
2245	leve	4.8799	4.8777
3245	leve	5.1812	5.1802
1345	nulo	5.3834	5.3822
2345	leve	5.3084	5.3082
3345	moderado	5.4314	5.4295
1160	moderado	5.0563	5.056
2160	leve	4.7334	4.7323
3160	moderado	4.7176	4.7166
1260	moderado	5.2233	5.2218
2260	moderado	5.7128	5.7126
3260	nulo	5.4697	5.4694
1360	nulo	5.2996	5.2992
2360	leve	5.4486	5.4478
3360	leve	5.4555	5.4545
S/U1	moderado	5.3558	5.3547
S/U2	leve	5.4447	5.4439
S/U3	moderado	5.3991	5.3911

Tabla 3.6: Pruebas de abrasión en las pastas elaboradas en esta tesis.

Para la muestra de HAp con un tiempo de sonicación de 30 min, la pérdida de masa fue de 0.00132 g, siendo un valor 50 % menor que el de la pasta control. Es decir, la adición HAp a la formulación control, indujo una reducción en la abrasión de la formulación.

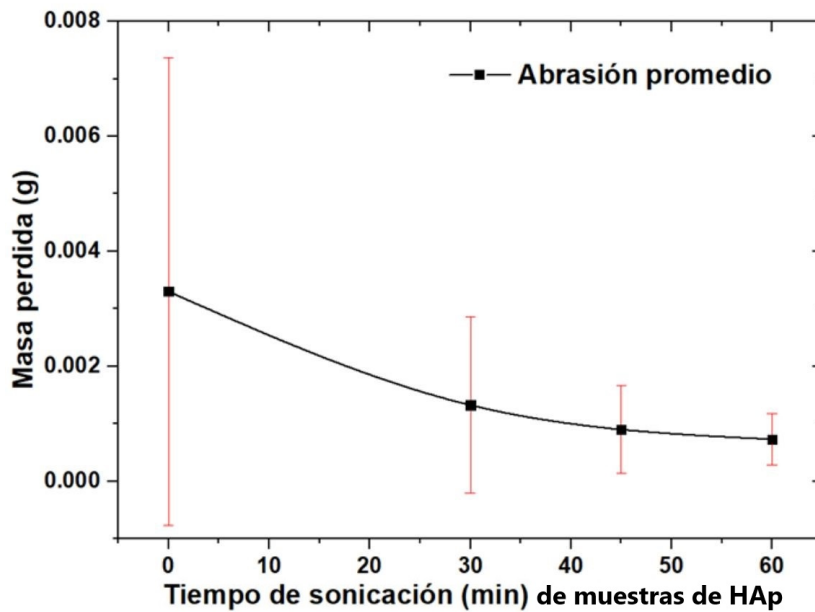


Figura 3.13: Relación entre el tiempo de sonicación y la abrasión de la pasta dental (medida como pérdida de masa).

Conforme aumenta el tiempo de sonicación, la pérdida de masa disminuye gradualmente, lo que indica que también la abrasividad de la pasta va reduciéndose. A los 45 min, la pérdida de masa es de 9×10^{-4} g, mientras que para 60 min es de $7,2 \times 10^{-4}$ g, es decir, la pasta se ha “suavizado” considerablemente al incorporar HAp sonicada por 60 min.

La barra de error muestra una variabilidad más amplia para el dentífrico control, lo que indica que la abrasión es menos consistente. Ésta variabilidad disminuye con la adición de HAp y su tiempo de sonicación para obtenerla, lo que sugiere que la pasta se comporta de manera más uniforme y predecible después de un mayor tiempo de sonicación.

En resumen, la abrasividad de la pasta dental disminuye con la incorporación de HAp y del tiempo de sonicación. A mayor tiempo de sonicación, menor tamaño de cristalita, mayor cristalinidad y menor tamaño promedio de partícula. Un menor tamaño de partícula, pudiera relacionarse con una mayor “suavidad” de la pasta.

En resumen la evaluación de las formulaciones, con variación en tiempo de sonicación de HAp (30, 45 y 60 min), bajo la norma NMX-K-539-NYCE-2020 confirman que la pasta dental desarrollada no ocasiona un desgaste significativo en superficies duras como el vidrio, lo que sugiere que será igualmente suave con el esmalte dental. Así mismo, que su pH y abrasividad permanecen dentro de la norma, por lo cual se espera ofrezca una limpieza eficaz del diente, pero sin comprometer la

integridad del esmalte.

En el anexo en la Figura [A.13](#) se puede observar la relación entre el tiempo de sonicación y la consistencia de la pasta dental (medido como diámetro final) para masas de 1, 2 y 3 gr.

Capítulo 4

Conclusiones

En este estudio, se logró sintetizar hidroxiapatita a partir de huesos de pollo mediante un proceso de calcinación a 900 °C, seguido de sonicación en distintos tiempos (30, 45 y 60 minutos). Este método demostró ser efectivo para transformar material biológico en HAp con las características estructurales deseadas, incluyendo la fase hexagonal relevante para aplicaciones biomédicas.

Las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) permitieron caracterizar la morfología de las partículas. Se observó que, al aumentar el tiempo de sonicación, las partículas tendían a fragmentarse y desintegrarse más. En las muestras de mayor masa, las partículas resultaron ser más compactas, lo que disminuyó el efecto de la sonicación en su fragmentación, aunque mantuvieron una estructura alargada y cristalina.

Los análisis de difracción de rayos X (XRD) confirmaron que la hidroxiapatita obtenida presentaba una estructura cristalina hexagonal en el rango nanométrico, con tamaños de cristalita entre 21.8 y 37.3 nm. La relación de intensidad entre los picos difractados (I_{211}/I_{002}) fue cercana al valor estándar en algunas muestras, lo que sugiere una óptima cristalinidad en ciertas combinaciones de masa y tiempo de sonicación. En particular, la muestra de 2 gramos sonicada durante 60 minutos mostró el tamaño de cristalita más pequeño y una mayor cristalinidad, indicando que estas condiciones favorecen la obtención de partículas pequeñas y bien ordenadas estructuralmente.

El tiempo de sonicación resultó ser un factor clave en la modificación de las propiedades cristalinas de las partículas dado que los tiempos adecuados de sonicación ayudaron a mejorar la cristalinidad al exponer planos cristalográficos responsables de los picos de difracción observados. Sin embargo, tiempos excesivos provocaron un fenómeno de "sobresonicación", afectando parcialmente la

estructura cristalina y promoviendo cierta amorfización del material. Esto indica que es importante controlar el tiempo de sonicación para optimizar la calidad cristalina de la HAp. Por otro lado pareciera que la cantidad de material sonicado deja de importar a partir de los 60 min de sonicación.

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) confirmó la presencia de los grupos funcionales característicos de la hidroxiapatita, como los grupos $-OH$ y PO_4^{3-} , corroborando su pureza y composición. Este análisis permitió verificar que la HAp obtenida es química y estructuralmente estable.

En cuanto a los resultados de las pruebas en las pastas dentales, las pruebas de abrasión realizadas a pastas formuladas con hidroxiapatita cumplieron con los estándares de raspadura, mostrando niveles de abrasión aceptables para aplicaciones en productos de higiene dental. La reducción de peso observada en los portaobjetos tras las pruebas de abrasión indica que las pastas con HAp ofrecen una resistencia adecuada para su posible uso en este tipo de productos. Cuando se adiciona la HAp, independientemente del tiempo de sonicación durante la obtención de las partículas, el pH se mantuvo en un rango de entre 8 y 8.5. La consistencia de la pasta mostró un comportamiento de espesamiento con la sonicación, posiblemente debido a la reducción del tamaño de partícula y a la posible reordenación de las partículas en una matriz más compacta, pero manteniéndose dentro del rango 2.5 – 6.5 cm. Así mismo, los ensayos de abrasión para las muestras de dentífrico, mostraron que las muestras presentan pérdida de masa cuando se incrementa de tiempo de sonicación, durante la obtención de la hidroxiapatita. Es decir, la sonicación contribuyó a mejorar la estabilidad mecánica y cohesión de la pasta, posiblemente debido a la homogeneización y refinamiento de partículas en las pastas dentales. Entonces, las muestras de dentífrico fabricadas cumplieron con los valores permitidos por la norma NMX-K-539-NYCE-2020 para pH, consistencia y abrasión.

Los análisis del tamaño de partícula revelaron que la sonicación no solo facilitó la dispersión de las partículas, sino que también redujo su tamaño en algunos casos a rangos nanométricos.

Por lo que podemos concluir que este estudio demuestra que es posible obtener hidroxiapatita de alta pureza y cristalinidad a partir de huesos de pollo mediante calcinación y sonicación. Las propiedades finales de las partículas dependen significativamente de las condiciones de síntesis, especialmente del tiempo de sonicación.

Apéndice A

Anexo

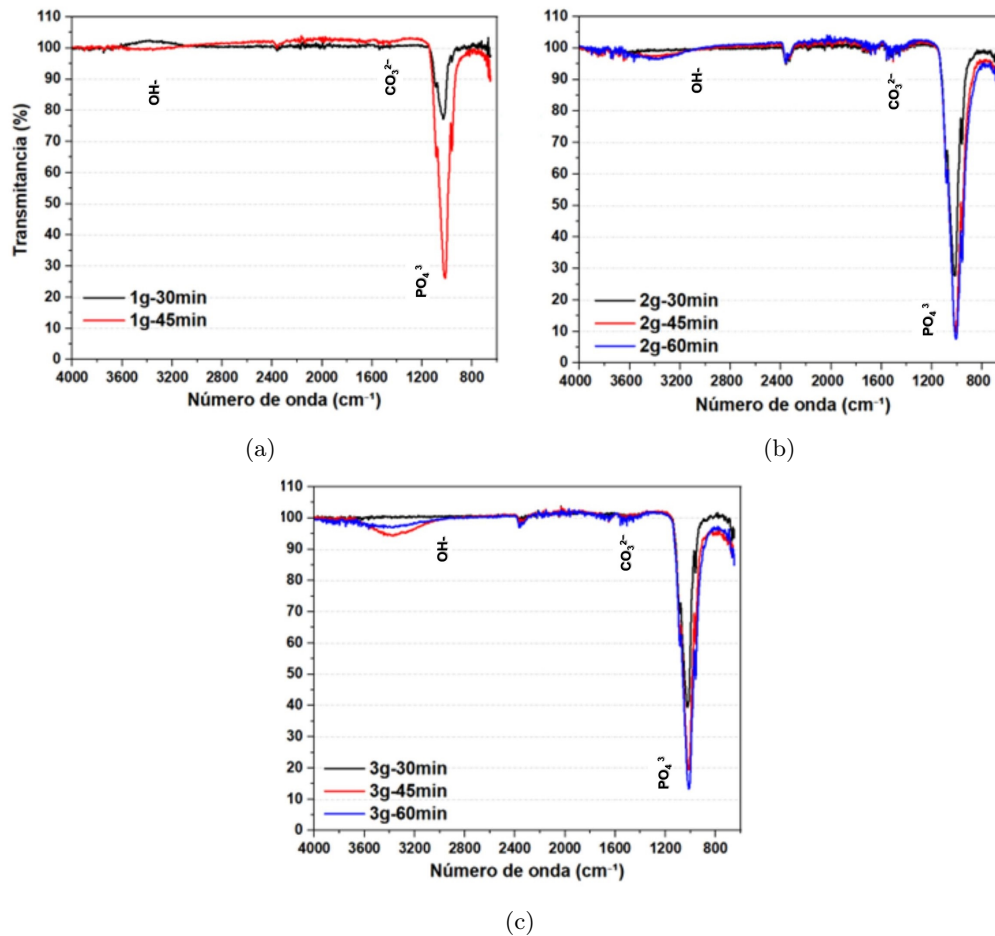


Figura A.1: Espectros FTIR de muestras obtenidas de huesos de pollo tras 30, 45 y 60 minutos de sonicación, para masas de 1, 2 y 3 gramos.

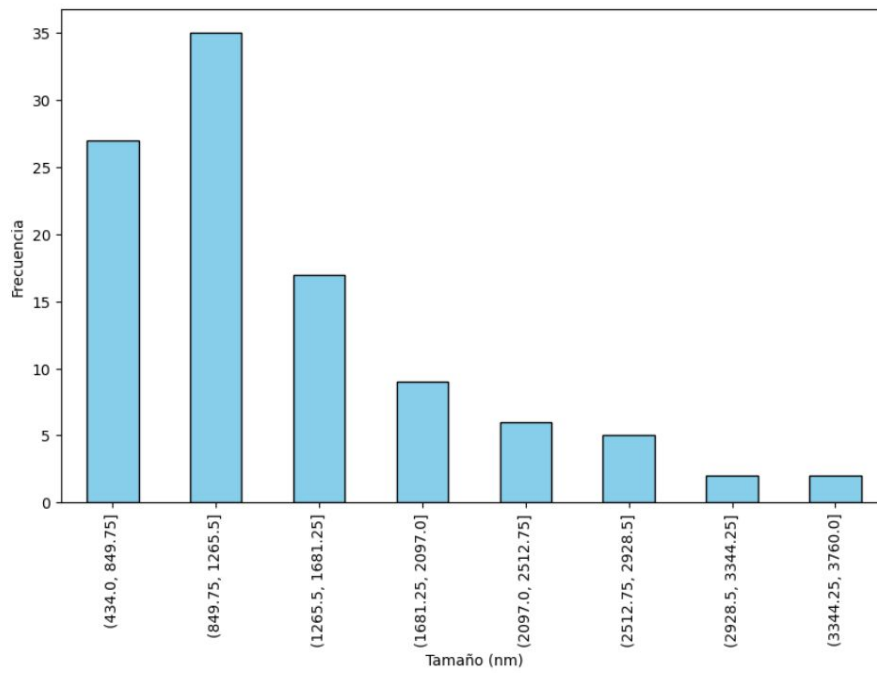


Figura A.2: Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 1 gramo y un tiempo de sonicación de 30 min

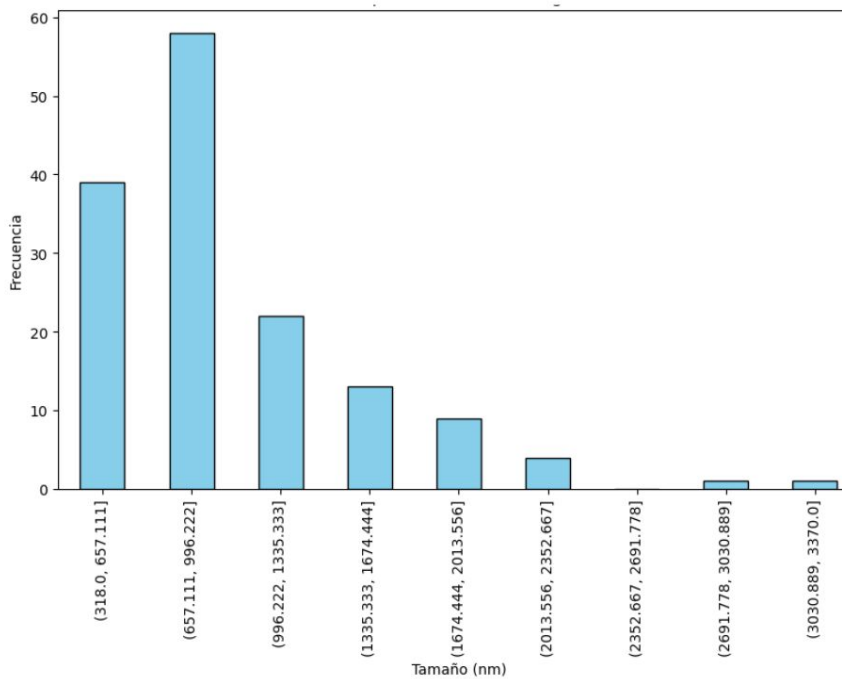


Figura A.3: Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 1 gramo y un tiempo de sonicación de 45 min

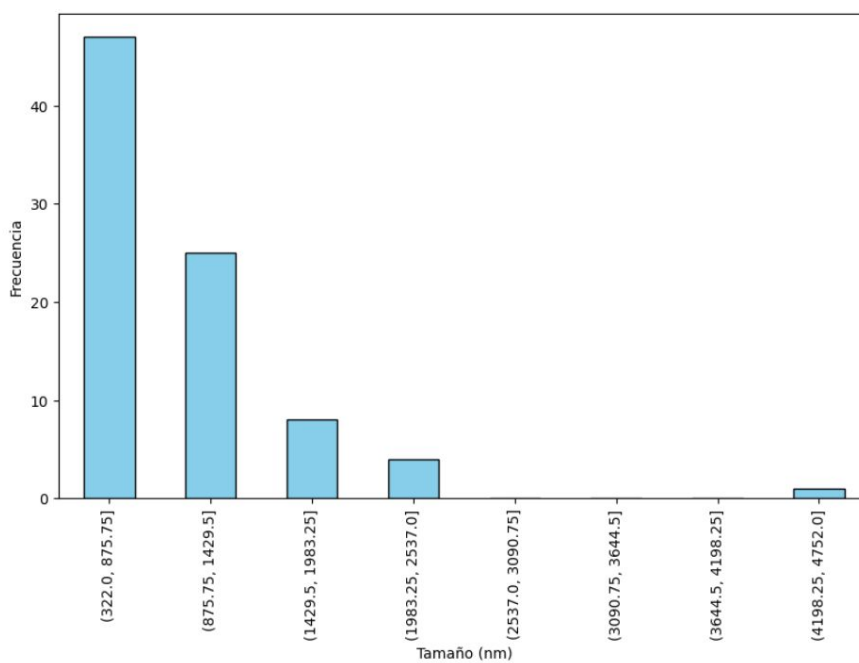


Figura A.4: Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 1 gramo y un tiempo de sonicación de 60 min

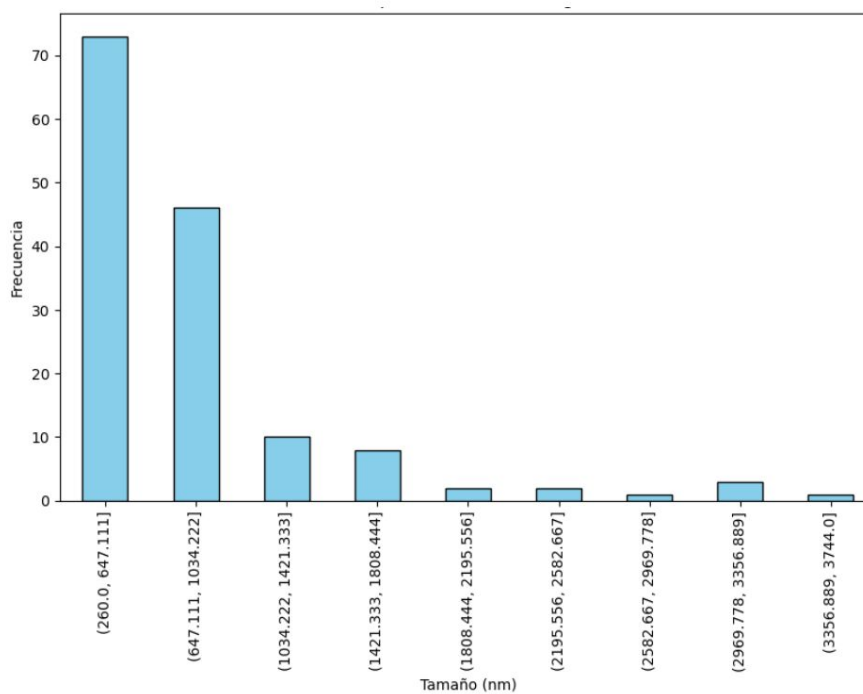


Figura A.5: Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 2 gramos y un tiempo de sonicación de 30 min

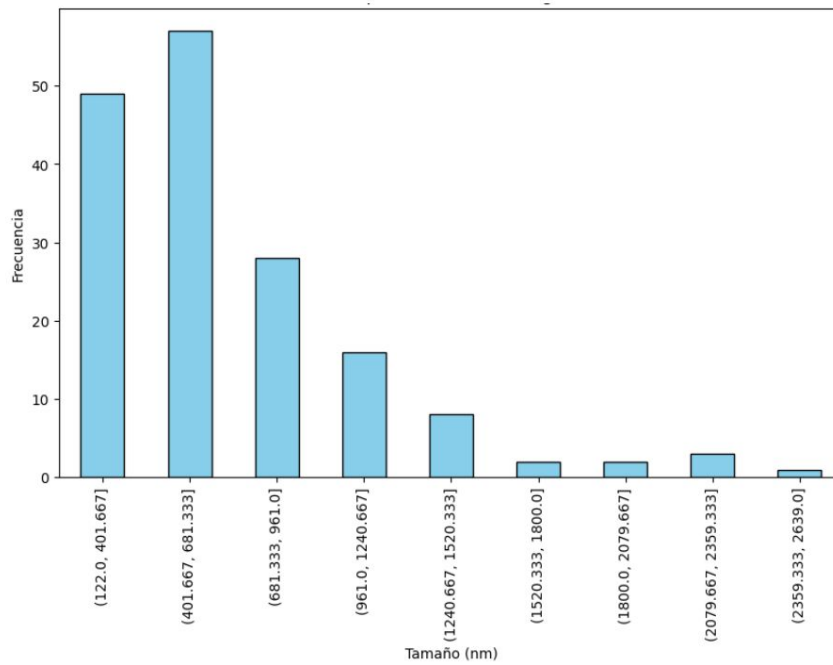


Figura A.6: Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 2 gramos y un tiempo de sonicación de 45

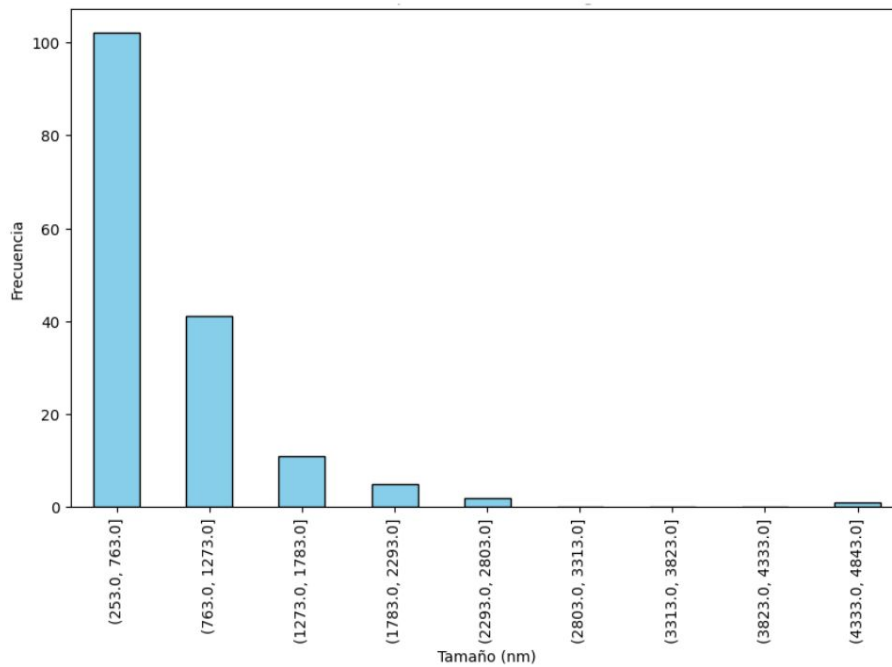


Figura A.7: Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 2 gramos y un tiempo de sonicación de 60 min

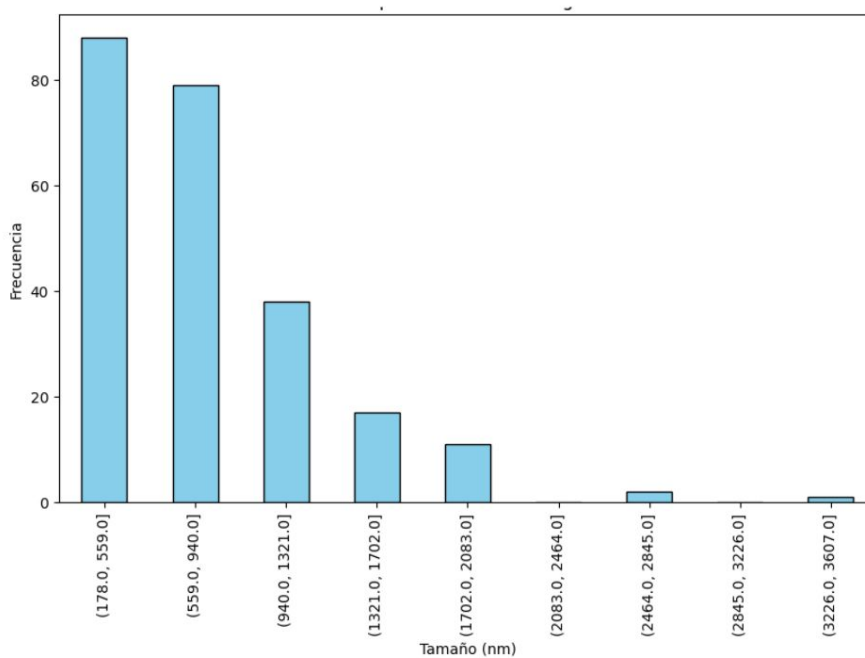


Figura A.8: Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 3 gramos y un tiempo de sonicación de 30 min

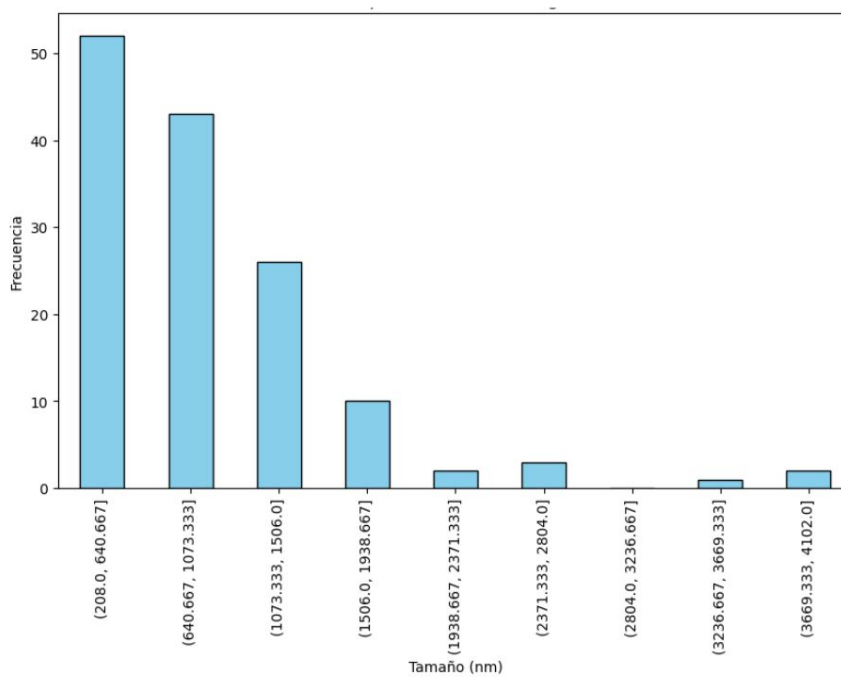


Figura A.9: Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAp correspondiente a 3 gramos y un tiempo de sonicación de 45 min

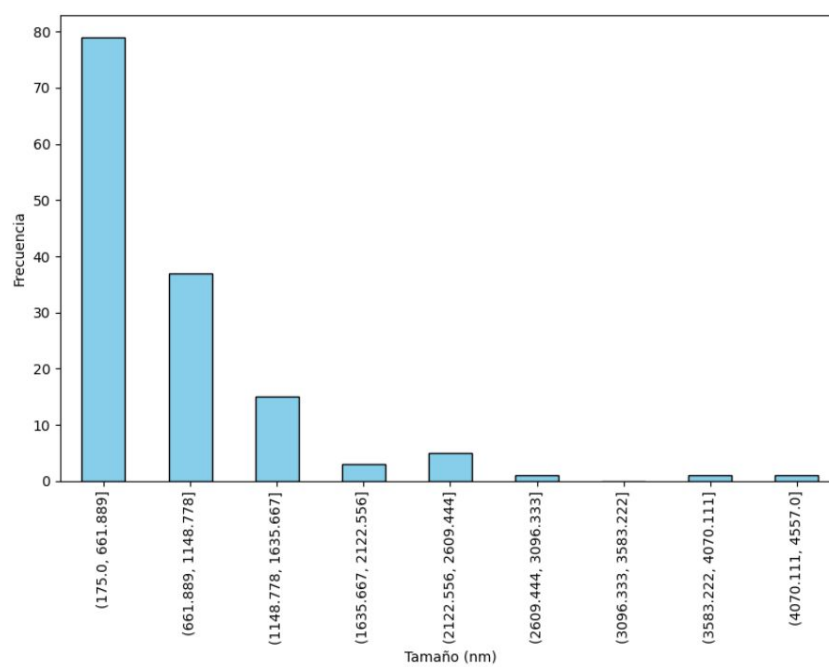
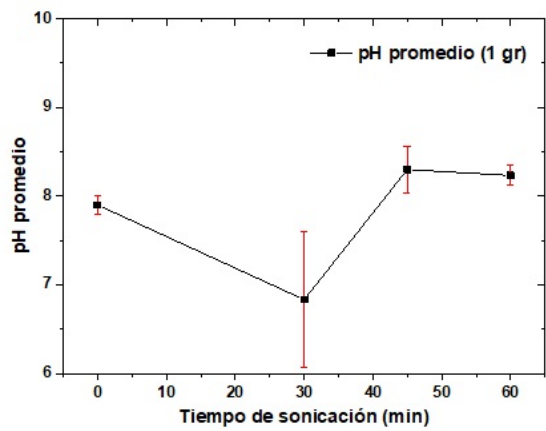
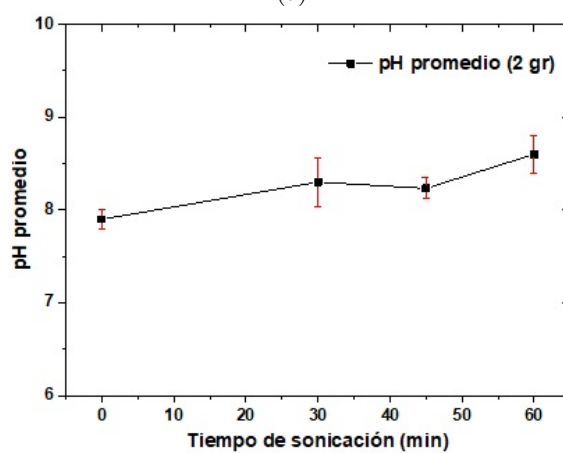


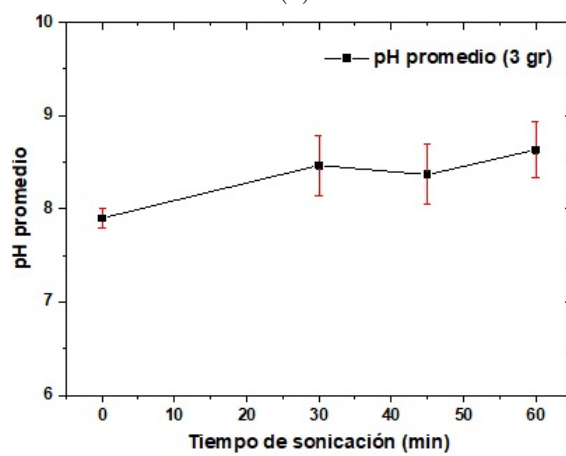
Figura A.10: Tabla de frecuencia del tamaño de partícula de HAP correspondiente a 3 gramos y un tiempo de sonicación de 60 min



(a)

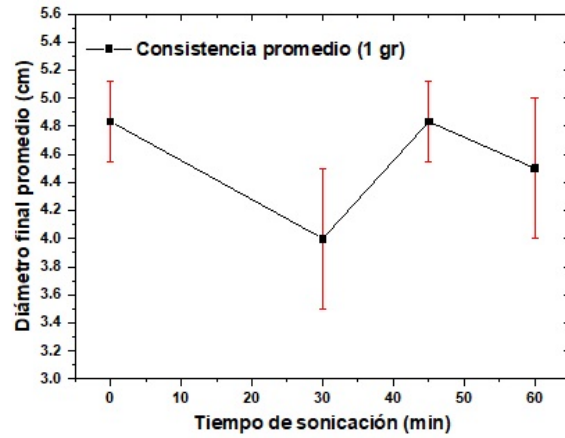


(b)

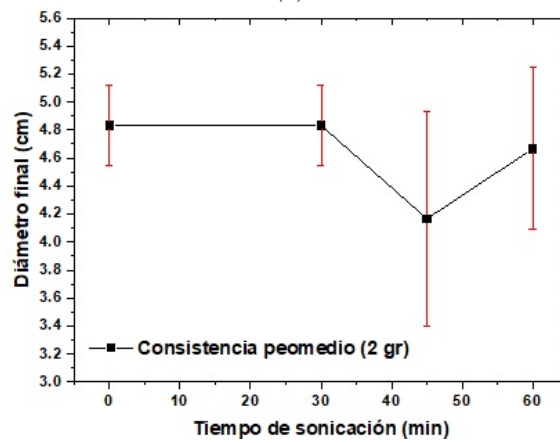


(c)

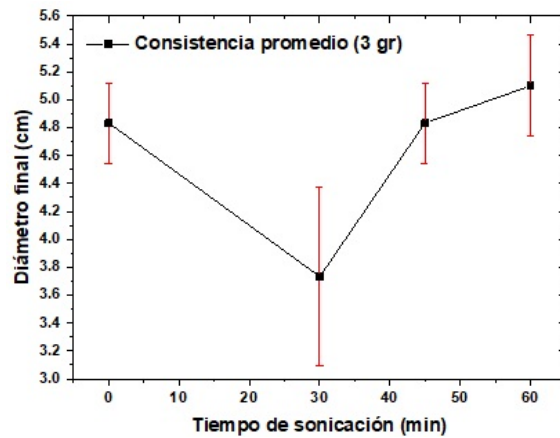
Figura A.11: Relación entre el tiempo de sonicación y el pH de la pasta dental para masas de 1, 2 y 3 gr.



(a)

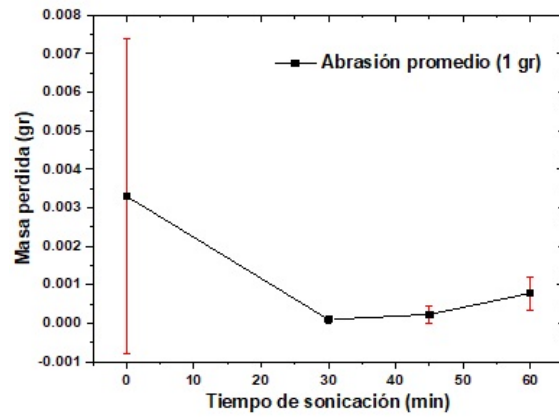


(b)

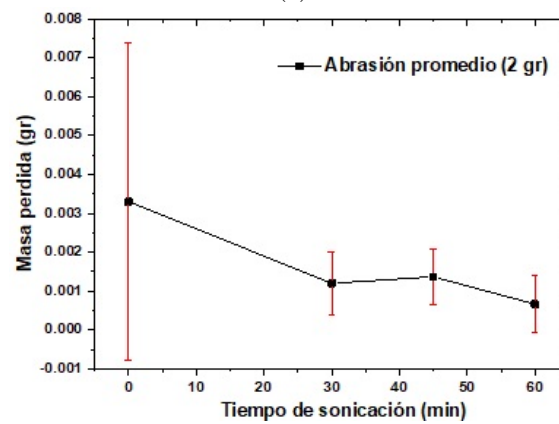


(c)

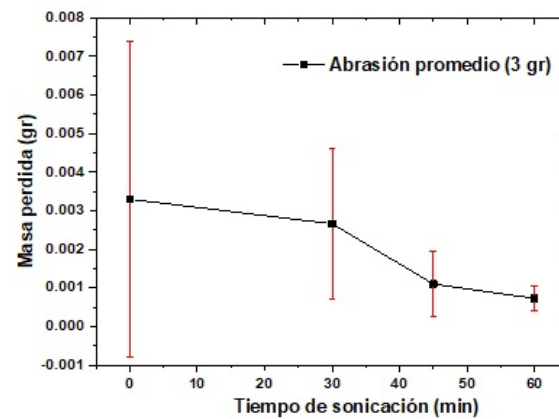
Figura A.12: Relación entre el tiempo de sonicación y la consistencia de la pasta dental (medido como diámetro final) para masas de 1, 2 y 3 gr.



(a)



(b)



(c)

Figura A.13: Relación entre el tiempo de sonicación y la abrasión de la pasta dental (medida como pérdida de masa) para masas de 1, 2 y 3 gr.

Bibliografía

- [1] Sisneo Bioscience (2024), “Hidroxiapatita cálcica”, Sisneo Biociencia. Recuperado de [https://sisneo.com/glosario/hidroxiapatita-calcica/#:~:text=La%20hidroxiapatita%20c%C3%A1lcica%20\(HAp\)%20es,la%20dentina%20y%20el%20hueso](https://sisneo.com/glosario/hidroxiapatita-calcica/#:~:text=La%20hidroxiapatita%20c%C3%A1lcica%20(HAp)%20es,la%20dentina%20y%20el%20hueso)
- [2] Biovac (2022), “La hidroxiapatita y su importancia en los tejidos mineralizados”, Biovac. Recuperado de <https://biovac.es/la-hidroxiapatita-y-su-importancia-en-los-tejidos-mineralizados/>.
- [3] G. Méndez Alcaide (2015), “Elaboración de una pasta dental utilizando hidroxiapatita natural”, Tesis de licenciatura, Facultad de Ingeniería Química, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.
- [4] C. Lorenzo (2024), “Beneficios de la nanohidroxiapatita en la pasta de dientes: una guía para empresas”. Recuperado de <https://www.cinoll.com/es/blog/pasta-de-dientes-con-nano-hidroxiapatita/>.
- [5] R. Rojas, N. Sepúlveda, R. Cartes-Velásquez (2020), “Uso de hidroxiapatita como recubrimiento en odontología: Una revisión breve”, *Appli Sci Dent.*, 1(3):7-13.
- [6] Ma. V. Fuentes Fuentes (2004), “Propiedades mecánicas de la dentina humana”, *Avances en Odontoestomatología*, 20(2):79-83.
- [7] C.A. Rivera Velásquez, A. Ossa, D. Arola (2012), “Fragilidad y comportamiento mecánico del esmalte dental”, *Revista Ingeniería Biomédica*, 6(12):1-13. Escuela de Ingeniería de Antioquia - Universidad CES, Medellín, Colombia.

- [8] V.S. Bermúdez García, K. Huamán Mujica, J.A. Castañeda-Vía, C.V. Landauro, J. Quispe, L.Y. Tay Chu Jon (2021), “Obtención de hidroxiapatita a partir de residuos biológicos para injerto óseo dental”, *Revista Estomatológica Herediana*, 31(2):111-116. Universidad Peruana Cayetano Heredia.
- [9] R. Zanella (2012), “Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño”, *Mundo Nano*, 5(1):1-13. Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, Universidad Nacional Autónoma de México.
- [10] M. Á. Rodríguez Campo (2019), “¿Qué es la dentina dental?”, Adeslas Dental. Recuperado de <https://www.adeslasdental.es/dentina-dental/>.
- [11] R. Rivas Muñoz (2013), “Notas para el estudio de Endodoncia”, FES Izta- cala, UNAM. Recuperado de <https://www.iztacala.unam.mx/rrivas/NOTAS/Notas6Histologia/comdentina.html>.
- [12] M.E. Monterde Coronel, J.M. Delgado Ruíz, I. Martín Martínez Rico, C.E. Guzmán Félix, M. Espejel Mejía (2002), “Desmineralización-remineralización del esmalte dental”, *Revista de la Asociación Dental Mexicana*, Noviembre-Diciembre 2002.
- [13] G. Bolivar (2021), “Hidroxiapatita”, Lifeder. Recuperado de <https://www.lifeder.com/hidroxiapatita/>.
- [14] W.J. Starkloff, S.D. Palma, N.L. Gonzalez-Vidal (2013), “Nanosuspensiones: Disminución del tamaño de partícula como herramienta para mejorar la biodisponibilidad de fármacos liposolubles”, *Revista mexicana de ciencias farmacéuticas*, 44(4):7-16.
- [15]] METTLER TOLEDO (s.f.), “Tamaño de las partículas en las formulaciones: Medición de partículas y gotas en formulaciones sólidas y líquidas para optimizar el desarrollo del proceso”, METTLER TOLEDO. Recuperado de https://www.mt.com/mx/es/home/applications/L1_AutoChem_Applications/L2_Formulation.html.
- [16] Buenos Dentistas y Aliada Dental (2024), “12 pastas de dientes con nanohidroxiapatita nHAp ORTHOCARE 80ML”, Aliada Dental. Recuperado de <https://www.aliadadental.es/detail/3106/12-pastas-de-dientes-con-nanohidroxiapatita-nhap-orthocare-80ml>.

- [17] R. Chang (1977), "Principios básicos de espectroscopía" (I. Katime Amashta, Trad., pp. 190-193), Editorial AC. (Obra original publicada en 1971 por McGraw-Hill, Inc.).
- [18] Electroagenda (2023), "Transformada de Fourier espacial vs temporal", Señales y Sistemas. Recuperado de <https://electroagenda.com/es/transformada-de-fourier-espacial-vs-temporal/>.
- [19] Colaboradores de Wikipedia (2024), "Análisis de Fourier", Wikipedia, La enciclopedia libre. Recuperado de https://es.wikipedia.org/w/index.php?title=An%C3%A1lisis_de_Fourier&oldid=163246406.
- [20] Colaboradores de Wikipedia (2024), "Transformada de Fourier", Wikipedia, La enciclopedia libre. Recuperado de https://es.wikipedia.org/w/index.php?title=Transformada_de_Fourier&oldid=163261954.
- [21] E. Hecht (1998), Optics, Third Edition, Addison-Wesley.
- [22] H. Nosrati, R. Sarraf-Mamoory, F. Dabir (2019), "Crystallographic study of hydrothermal synthesis of hydroxyapatite nano-rods using Brushite precursors", Journal of Tissues and Materials, 2(3):1-8.
- [23]] B.D. Cullity, S.R. Stock (2014), "Elements of X-Ray Diffraction" (3rd ed., pp. 1, 191, 283-284), Pearson Education Limited.
- [24]] E. Urea Ramos (2024), "Microscopía electrónica de barrido", Universidad de Almería. Recuperado de <https://www.ual.es/universidad/serviciosgenerales/stecnicos/microscopia/microscopia-electronica-de-barrido>.
- [25] Metalinspec (2022), "Microscopio electrónico de barrido: Qué es y cómo funciona", Metalinspec. Laboratorio de pruebas. Recuperado de <https://www.blog.metalinspec.com.mx/que-es-y-como-funciona-un-microscopio-electronico-de-barrido>.
- [26] Atria (2024), "Microscopía electrónica de barrido (SEM), ¿para qué me sirve?", Atria Innovation. Recuperado de <https://atriainnovation.com/blog/microscopia-electronica-de-barrido-sem-utilidades/>.

- [27] NMX-K-543-CNCP-2014 (2014), “Industria química-Dentífricos-Determinación de abrasión-método de prueba”.
- [28] PROY-NMX-K-542-CNCP-2012 (2012), “Industria química-Dentífricos-Determinación de consistencia-método de prueba”.
- [29] Norma mexicana 1978 p_h (2016), [Diapositivas]. Recuperado de SlideShare: <https://es.slideshare.net/slideshow/norma-mexicana-1978-ph/57286012>.
- [30] NMX-K-539-NYCE-2020 (2020), “Industria química-Dentífricos-Especificaciones y método de prueba”.
- [31] J.H. Bang, K.S. Suslick (2010), “Applications of ultrasound to the synthesis of nanostructured materials”, *Advanced Materials*, 22(10):1039-1059.
- [32] K.S. Suslick, G.J. Price (1999), “Applications of ultrasound to materials chemistry”, *Annual Review of Materials Science*, 29:295-326.
- [33] L. Veselinovic, L. Karanovic, Z. Stojanovic, I. Bracko, S. Markovic, N. Ignjatovic, D. Uskokovic (2010), *J. Appl. Crystallogr.*
- [34] Hiscox-Hopkins (1979), “El recetario industrial”, Gustavo Gili, España, pp. 1045-1048.
- [35] Y. Guven, N. Ustun, E.B. Tuna, O. Aktoren (2019), “Antimicrobial Effect of Newly Formulated Toothpastes and a Mouthrinse on Specific Microorganisms: An In Vitro Study”, *The European Journal Of Dentistry*, 13(2):172-177.
- [36] Real Academia Española (s.f.), “Abrasión”, en *Diccionario de la lengua española (Edición del estudiante)*. Recuperado de <https://www.rae.es/diccionario-estudiante/abrasion>.
- [37] | Real Academia Española (s.f.), “pH”, en *Diccionario de la lengua española (Edición del estudiante)*. Recuperado de <https://www.rae.es/diccionario-estudiante/pH>.
- [38] R. Rajesh, A. Hariharasubramanian, Y.D. Ravichandran (2012), “Hueso de pollo como biorecurso para la biocerámica (hidroxiapatita)”, *Fósforo, Azufre y Silicio y Elementos Relacionados*, 187(8):914–925.

- [39] | Ecured (s.f.), “Dispersión de Rayleigh”. Recuperado de https://www.ecured.cu/Dispersi%C3%B3n_de_Rayleigh.
- [40] C.G. Simionato, N. Possia (s.f.), “Dispersión de Rayleigh y Mie”, Universidad de Buenos Aires, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Recuperado de http://tallex.at.fcen.uba.ar/index_archivos/page0012.htm.
- [41] Veritasium en español (2019), “El mundo visto con luz ultravioleta”. Recuperado de <https://youtu.be/S29Mo3n1P2o?feature=shared>.
- [42] F. Vázquez-Hernández, C. Mendoza-Barrera, V. Altuzar, M.A. Meléndez-Lira, M.A. Santana-Aranda, M.L. Olvera (2010), “Synthesis and characterization of hydroxyapatite nanoparticles and their application in protein adsorption”, *Materials Science and Engineering: B*, 174(1-3):290-295.
- [43] F. Vázquez-Hernández, S. Mendoza-Acevedo, C. Mendoza-Barrera, J. Mendoza-Álvarez, J.P. Luna-Arias (2017), “Antibody-coupled hydroxyapatite nanoparticles as efficient tools for labeling intracellular proteins”, *Materials Science and Engineering: C*, 71(1):909–918.
- [44] J.E. Baio, T. Weidner, G. Interlandi, C. Mendoza-Barrera, H.E. Canavan, R. Michel, D.G. Castner (2011), “Probing Albumin Adsorption onto Calcium Phosphates by XPS and ToF-SIMS”, *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 29(4):04D113-1.
- [45] C.Y. Ooi, M. Hamdi, S. Ramesh (2007), “Properties of hydroxyapatite produced by annealing of bovine bone”, *Ceram. Int.*, 33:1171-1177.
- [46] V. Jayachandran, K. Se Kwon (2010), “Effect of Temperature on Insolation and Characterization of Hydroxiapatite from Tuna (*Thunnus Obesus*) Bone”, Pukyong National University, Korea.
- [47] D. Gopi, M.T. Ansari, E. Shinyjoy, L. Kavitha (2012a), “Synthesis and spectroscopic characterization of magnetic hydroxyapatite nanocomposite using ultrasonic irradiation”, *Spectrochimica Acta Part A*, 87:245-250.
- [48] N. Degirmenbasi, D.M. Kalyon, E. Birinci (2006), “Biocomposites of nanohydroxyapatite with collagen and poly(vinyl alcohol)”, *Colloids and Surfaces B*, 48:42-49.

- [49] A. Pastor de Abraham (2004), "Quitina y Quitosano: obtención, caracterización y aplicaciones", 1a Ed., CYTED, Pontificia Universidad Católica del Perú, Perú.