

RESERVA DE DERECHOS AL USO EXCLUSIVO DE TITULO No. 04-2018-070614032000-203

VIGENCIA 06/07/2019 A 06/07/2020

ACTUALIZACIÓN 20/06/2020

ISSN 2594-1925

a cargo de la FCITEC



RECIT

REVISTA DE CIENCIAS TECNOLÓGICAS

VOLUMEN 3 CAPÍTULO 4

ISSN: 2594-1925



FCITEC
Facultad de Ciencias de la Ingeniería y Tecnología
Unidad Valle de las Palmas

2020
Octubre- Diciembre



Evaluación del efecto de la precarga de ensamble y la cantidad de hojas sobre la disipación pasiva de energía en un muelle

Evaluation of the effect of assembly preloads and the number of leaves on passive energy dissipation of a leaf spring

Víctor Iván Rodríguez Reyes , Dariusz Slawomir Szwedowicz 

Tecnológico Nacional de México / Centro Nacional de Investigación y Desarrollo Tecnológico (CENIDET), Interior Internado Palmira, CP. 62490, Cuernavaca, Morelos, México

Autor de correspondencia: Víctor Iván Rodríguez Reyes, Tecnológico Nacional de México / Centro Nacional de Investigación y Desarrollo Tecnológico (CENIDET), Interior Internado Palmira, CP. 62490, Cuernavaca, Morelos, México. E-mail: victor.rodriguez18me@cenidet.edu.mx. ORCID: 0000-0002-4984-025X.

Recibido: 01 de Octubre del 2020 **Aceptado:** 07 de Noviembre del 2020 **Publicado:** 09 de Noviembre del 2020

Resumen. - *En este trabajo se presenta la evaluación de la influencia de las precargas de ensamble y de la cantidad de hojas en el fenómeno de disipación de energía de un muelle a través de un estudio paramétrico. El estudio consistió en estimar la cantidad de energía disipada al variar el número de hojas del muelle y la precarga, a través del uso de abrazaderas, tanto de forma numérica como experimental. Mediante ensayos de compresión se observó el comportamiento del muelle mediante una relación fuerza-desplazamiento. Se obtuvo la energía de deformación y la disipación por fricción total mediante la integración de la curva de histéresis. Se realizó un modelado numérico con el paquete comercial de elementos finitos Abaqus en estado cuasi estático. Los resultados obtenidos demuestran que las precargas influyen en la disipación de energía del muelle, incrementándose mayormente cuando éstas se implementan con un mayor número de hojas, hasta 189%. Con estos resultados es posible proponer una configuración que permite disipar la mayor cantidad de energía de forma pasiva y, en consecuencia, mejorar el amortiguamiento del vehículo en referencia al muelle comercial.*

Palabras clave: muelle de hojas; efectos de precargas; disipación pasiva de energía; elementos finitos

Abstract. - *This work presents the evaluation of the influence of the assembly preloads and the number of leaves on the energy dissipation phenomenon of a leaf spring through a parametric study. The study consisted of estimating the amount of energy dissipated by varying the number of spring leaves and preloads, through the use of clamps, both numerically and experimentally. Through compression tests, the behavior of the spring was observed through a force-displacement relationship. The strain energy and total frictional dissipation were obtained by integrating the hysteresis curve. Numerical modeling was performed with the commercial finite element package Abaqus in a quasi-static state. The results obtained show that the preloads influence the energy dissipation of the spring, increasing mainly when these are implemented with a greater number of leaves, up to 189%. With these results, it is possible to propose a configuration that allows the greatest amount of energy to be dissipated passively and, consequently, to improve the damping of the vehicle in reference to the commercial spring.*

Keywords: leaf spring; effect of preloads; passive dissipation of energy, finite element analysis

1. Introducción

Existen diferentes métodos para inhibir los efectos de las cargas de impacto y vibraciones. Estos se clasifican en tres grupos: eliminación de la fuente de vibración, aislamiento del sistema, y reducción de la respuesta [1]. Entre éstos, la reducción de la respuesta del sistema por medio de la disipación de energía se caracteriza por su efectividad, economía, y rapidez de implementación. Estos medios de disipación pueden ser activos, semiactivos o pasivos. La característica de los sistemas activos es que requieren de energía de entrada para su funcionamiento porque requieren de actuadores, servomotores y sistemas de retroalimentación. En cambio, los sistemas pasivos no requieren de energía de entrada, ya que el amortiguamiento se da gracias a las propiedades intrínsecas de los materiales y del diseño del sistema mecánico. El denominado control semiactivo es una combinación de ambos, el cual requiere un consumo menor de energía.

Para el control de los efectos de impacto o vibraciones por disipación pasiva de energía, se utilizan medios friccionantes, viscosos, viscoelásticos, y de deformación plástica. La disipación por fricción seca se caracteriza por su efectividad, disponibilidad y bajo costo. En estos sistemas, la disipación de energía se da debido al movimiento relativo entre dos superficies. Algunos de los sistemas más comunes de disipación por fricción seca son el sistema de arriostamiento Pall, la tijera Truffault y el muelle de fricción [2].

El muelle de hojas, también conocido como ballesta, consiste en una serie de hojas de acero de diferentes longitudes, las cuales

están apiladas unas sobre otras. Una de ellas, la hoja maestra, tiene en los extremos *ojales* mediante los cuales el muelle se monta al chasis de un vehículo. Los muelles presentan buenas características de costos, durabilidad, y fácil mantenimiento [3], pero, por otra parte, entre sus desventajas se encuentran características dinámicas bajas y ruido [4]. Los muelles absorben energía, la almacenan y posteriormente la liberan, además de que presentan una disipación de energía derivada del deslizamiento relativo de las hojas en contacto. Los muelles siguen siendo un medio efectivo para la disipación de energía ante impactos o vibraciones, aunque su campo de aplicación se ha visto reducido en su mayoría a vehículos pesados como furgonetas, camiones, vehículos todoterreno y remolques.

Se ha buscado mejorar las características de los muelles, variando la rigidez con diseños que modifican su geometría [5]–[8]. También se han realizado trabajos de diseño y manufactura de muelles empleando materiales compuestos, sustituyendo a los aceros convencionales para muelle, lo que mejora su desempeño, aunque con inconvenientes constructivos [9]–[12]. Por otra parte, cuando se diseña un muelle se suelen realizar algunas simplificaciones, e incluso en aquellos donde se emplea el método de elementos finitos, los modelos han presentado deficiencias [2]. Una de ellas es que no se considera la fricción por el contacto entre las hojas, modelándose con la teoría de vigas de la mecánica de sólidos como media viga en voladizo. Por lo tanto, se ha buscado el desarrollo de modelos que consideren la influencia del contacto entre las hojas. Qin *et al.* [13] modelaron muelles en una suspensión Hotchkiss bajo diversos escenarios de carga, determinando diversas características de la suspensión. Emplearon

diferentes tipos de elementos finitos de un paquete comercial que permitiera incluir contacto entre las hojas, consiguiendo una buena correlación con resultados de pruebas de laboratorio, proponiendo sus metodologías para el desarrollo de muelles y suspensiones previo a la etapa de prototipos. Kadziela *et al.* [14] modelaron dos configuraciones diferentes de montaje de muelles. La primera reprodujo el montaje real del muelle en un vehículo, mientras que en la segunda se simplificaron varios elementos del ensamble. Esto permitió una mejor evaluación del muelle sin la influencia de las sujeciones. Demostraron que su enfoque puede ser usado para modelar apropiadamente el comportamiento de muelles, alcanzando mejor convergencia la configuración simplificada. Krason *et al.* [15] modelaron un muelle, determinando que hay una influencia de las condiciones superficiales de las hojas en la aceleración vertical del vehículo, mientras que la transmisibilidad de las vibraciones no depende solamente de la condición superficial, si no de los parámetros de excitación. Krason y Wysocki [16] realizaron la medición de temperatura de una suspensión de automóvil con una cámara térmica, con la cual demostraron que es posible localizar detalladamente las zonas donde se presenta mayor fricción, indicando disipación de energía. Krason *et al.* [17] evaluaron el efecto de la fricción debido al contacto entre hojas de un muelle de doble etapa, y el papel que los claros y la fricción juegan en la disipación de energía. Con una cámara térmica infrarroja observaron las zonas donde se presentaba menor y mayor calentamiento, relacionándolas con la disipación de energía, observando su relación con las áreas de contacto en un estudio numérico.

En este trabajo se analizó la influencia de la cantidad de hojas y de la implementación de precargas en la disipación de energía del muelle por fricción seca, a través de pruebas cuasiestáticas de laboratorio y el método de elementos finitos, con el propósito de proponer una configuración que permita mejorar el amortiguamiento por disipación pasiva de energía, cuando se compara con el modelo comercial usado en la suspensión de un remolque.

2. Metodología

Se realizó una evaluación numérica con el paquete de elementos finitos Abaqus, con el fin de valorar su factibilidad para modelar el fenómeno de disipación de energía de un muelle. Se efectuó un estudio experimental cuasiestático en una máquina universal, que permitió validar los resultados arrojados los modelos discretos.

2.1 Materiales y métodos

El muelle comercial empleado en este estudio es de la marca MAF modelo QTR224, semielíptico y simétrico, de cuatro hojas: una hoja maestra y tres graduadas. Este es un diseño empleado para remolques de 1088 kg (2400 lb) y está fabricado de acero para muelle AISI 5160. La longitud total, de ojal a ojal, es de 668 mm (26 5/16"). Las propiedades elásticas de dicho acero se presentan en la Tabla 1. Este diseño se monta en el eje del remolque y sirve tanto como elemento de amortiguamiento como elemento estructural.

Tabla 1. Propiedades del acero AISI 5160.

Módulo de elasticidad (GPa)	205
Relación de Poisson	0.29
Densidad (kg/m³)	7850
Esfuerzo de fluencia (MPa)	1005
Esfuerzo último (MPa)	1145

Para implementar una precarga que ejerza un apriete entre las hojas, se confeccionaron sujeciones con elementos hechos de solera de acero y pernos. Los elementos de apriete se fabricaron con solera de acero de 25.4 mm de ancho (1”) por 3.175 mm de espesor (1/8”). Éstos se recortaron a una longitud de

85 mm, distancia suficiente para que estos elementos entren en contacto con las hojas del muelle y sean apretados por dos tornillos M10 grado 5. Este tipo de tornillos tiene un torque máximo de apriete de 55 N-m. Estos elementos se colocaron a lo largo del muelle, como se observa en la Figura 1.

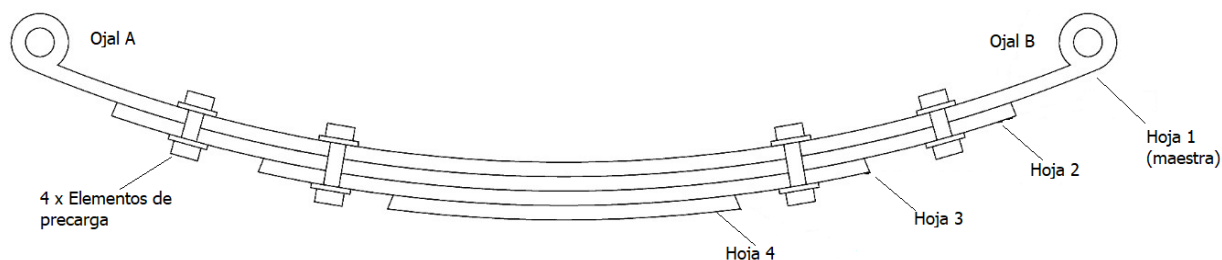


Figura 1. Configuración para la evaluación del muelle.

Se realizó un estudio paramétrico para evaluar experimentalmente el efecto de la cantidad de hojas y el apriete de precarga, representado por la cantidad de abrazaderas, por separado. Para cada uno de estos factores se trabajó con dos niveles, un mínimo de dos hojas y un máximo de cuatro, y un mínimo de dos abrazaderas y un máximo de cuatro. Los detalles de las configuraciones se muestran en las cuatro primeras filas de la Tabla 2.

Para efectos de extender el estudio a otras configuraciones, las últimas tres filas de la Tabla 2 representan pruebas realizadas sólo numéricamente. Con esto se obtuvieron puntos extras para el trazado de una gráfica tridimensional que relacione la disipación de energía con las variables del experimento.

Tabla 2. Diseño del estudio paramétrico. La abreviación *Exp.* indica evaluación experimental y *Num.* evaluación numérica.

Configuración	Exp.	Num.	Cantidad de hojas	Cantidad de precargas
2H2P	×	×	2	2
2H4P	×	×	2	4
4H2P	×	×	4	2
4H4P	×	×	4	4
3H0P		×	3	0
3H2P		×	3	2
3H4P		×	3	4

2.2 Estudio experimental

Se evaluó la influencia en la disipación de energía por fricción seca del muelle de los cambios en parámetros como el número de hojas que lo conforman, y la implementación de precargas, que se representan físicamente mediante elementos de apriete con pernos.

La disipación de energía se estima al calcular el área entre la curva fuerza-desplazamiento de un ciclo completo de carga y descarga. Al modificar las condiciones de presión con elementos con contacto superficial, la energía disipada cambia en cada configuración,

principalmente por el cambio en las condiciones de fricción y rigidez del sistema. Por otro lado, al modificar la cantidad de hojas se incrementa la rigidez del muelle y, por lo tanto, la pendiente de la curva fuerza-desplazamiento.

El muelle se montó en un banco con un canal C de acero. Un extremo es fijo, mientras que en el otro se permite un movimiento longitudinal libre. Se aplicaron los elementos de precarga en el muelle y se

varió el número de estos. La evaluación experimental se realizó de acuerdo con la guía del Manual de Diseño SAE HS788 [18]; los ensayos se llevaron a cabo en una máquina universal Shimadzu Autograph AG-X plus 100 kN (ver Figura 2), aplicando un desplazamiento vertical de 35 mm en el punto medio del muelle, con el cual se alcanza una carga similar a la recomendada por el fabricante, a una velocidad de 5 mm/min, para posteriormente volver a cero.

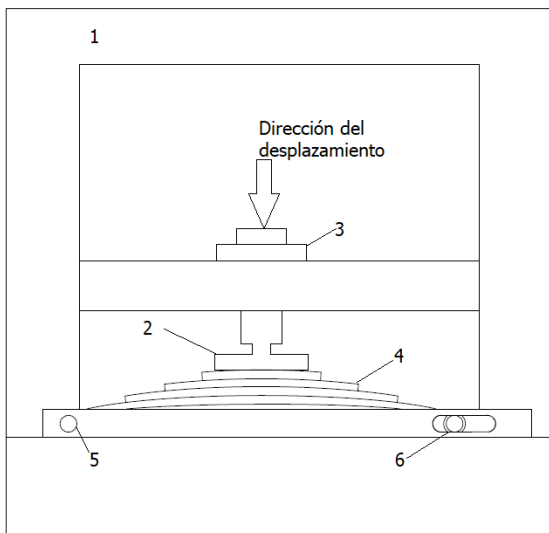


Figura 2. Desarrollo experimental, donde: 1 – Shimadzu Autograph AG-X plus 100 kN, 2 – plato de compresión, 3 – celda de carga, 4 – muelle de hojas, 5 – ojal A fijo, 6 – ojal B móvil.

La curva de histéresis obtenida de los diagramas fuerza-desplazamiento de las pruebas se integró numéricamente de acuerdo con la ecuación (1), dado que el área entre la curva es la energía disipada E_r por la fricción seca, siendo P la carga aplicada, f_{max} el valor máximo de la deflexión del muelle, f_0 el valor inicial y f_k el valor final [17]. La energía potencial o elástica E_o , debida a la deflexión del muelle al someterlo a la carga, se obtuvo por la integración numérica de la ecuación (2), donde igualmente P representa a la carga aplicada y f_{max} el valor máximo de la deflexión alcanzado por el muelle.

$$E_r = \oint_f Pdl = \int_{f_0}^{f_{max}} Pdl + \int_{f_{max}}^{f_k} Pdl = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{1}{2} (P_{i+1} + P_i)(f_{i+1} - f_i) + \sum_{i=n}^{j-1} \frac{1}{2} (P_{i+1} + P_i)(f_{i+1} - f_i) \quad (1)$$

$$E_o = \oint_0^{f_{max}} Pdl = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{1}{2} (P_{i+1} + P_i)(f_{i+1} - f_i) \quad (2)$$

La *capacidad de amortiguamiento específico*, representada por ψ , es la

cualidad de un material para absorber vibraciones debido a la fricción,

convirtiendo la energía mecánica en calor. Esta se define de acuerdo con la ecuación (3) como la razón entre la disipación de energía entre la máxima energía potencial durante un periodo de histéresis completo. Este es un parámetro adimensional.

$$\psi = \frac{E_r}{E_o} \quad (3)$$

2.3 Estudio numérico

Se realizó un modelo discreto en estado cuasiestático en el paquete comercial de elementos finitos *Abaqus*, donde se evaluó la energía presentada por la deformación ante un desplazamiento vertical δ de 35 mm, aplicado en el punto medio del muelle. Se modelaron de manera individual cada una de las piezas del muelle y se les asignaron las propiedades del material, siendo ensambladas posteriormente. El módulo donde se configuran los procedimientos que definen el tipo de análisis a realizar se conoce como *Step*, donde se seleccionó un procedimiento estático general, creándose uno para la aplicación de las precargas: uno para la compresión del muelle, y otro para el retiro de la carga. Se configuraron interacciones de contacto entre las hojas, mediante un contacto de tipo *duro*, con una formulación de fricción tipo *penalty*, con un coeficiente de fricción de 0.46 [4]. La carga que ejerce el perno central se calculó en términos del diámetro del perno d y un factor de par de torsión K . De acuerdo con la literatura [19], se puede emplear un factor de K de 0.20 cuando la condición del perno no se puntualiza. Por lo tanto, para el caso del perno central, se aplicaron cargas puntuales tanto en el punto medio superior como en el inferior del muelle de 23.097 kN, correspondientes al perno de 9.525 mm (3/8") de diámetro de grado 5, fuerza

equivalente para un torque de 44 N-m. Para la implementación de precargas se modeló un elemento de apriete de manera simplificada en la forma de un solo sólido, tal como se observa en la Figura 3, en la que las formas irregulares, tales como las cabezas hexagonales de los pernos, de las tuercas, y de la cuerda del vástago se reemplazan por cilindros.

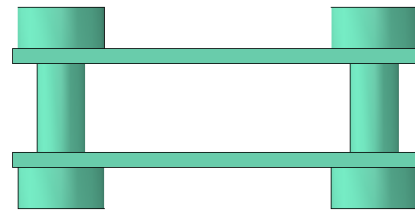


Figura 3. Modelado de elemento para precarga.

Para los tornillos M10 grado 5, se obtuvo una carga interna en el perno de 27.5 kN, fuerza equivalente para un torque de 55 N-m [20]. Para las precargas se aplicaron fuerzas de presión sobre las áreas de las cabezas de los pernos y las tuercas, con magnitud de 110 MPa. Las condiciones de frontera se configuran en los ojales. El ojal A, que corresponde al frontal fijo, presenta una condición del tipo perno, por lo que se configuró una condición de rotación alrededor del eje z . El ojal B, que corresponde al trasero y es móvil, se configuró con una condición de desplazamiento que permita la traslación a lo largo del eje x . La carga para comprimir el muelle se aplicó en el punto central de la hoja más corta. El modelo en 3D empleado para el estudio numérico, con las condiciones de frontera y carga empleadas para simular el muelle se muestra en la Figura 4. El mallado aplicado a las piezas corresponde a un elemento C3D8R, que es un bloque hexaedro de 8 nodos, de la librería *standard* y de orden lineal. Todos los elementos tienen un tamaño global de

6.35 mm, tamaño que se obtuvo tras un análisis de convergencia de malla.

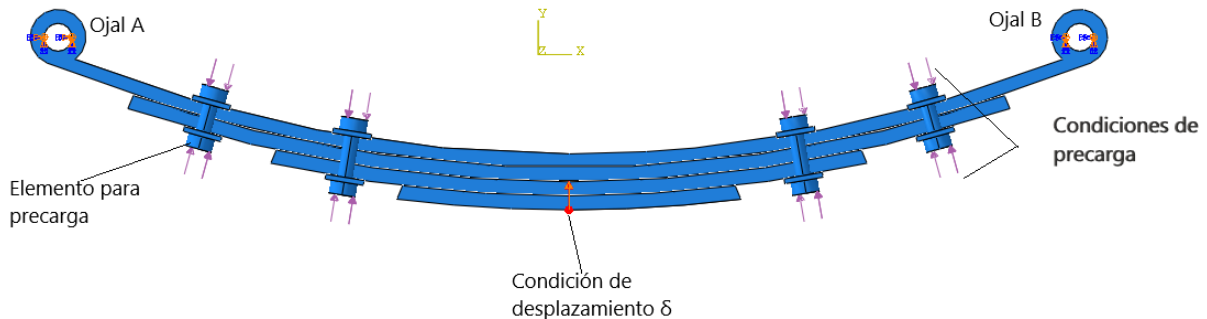


Figura 4. Modelado de elementos de apriete para precarga en hojas del muelle.

Con estas condiciones se observó una variación en la fricción en función de la variación de las cargas normales entre las hojas. Se evaluaron los modelos variando el número de hojas del muelle, de dos a cuatro, y el número de precargas implementadas, de dos a cuatro igualmente. De esta forma, se compararon los resultados de energía de deformación y de disipación por fricción, al igual que se compararon sus respectivas gráficas fuerza-desplazamiento. Se modelaron los elementos de precarga en diferentes posiciones a lo largo del muelle, de forma que pudieran apretar dos y tres hojas. Estos elementos se colocaron en el modelo en las mismas posiciones que en las pruebas experimentales como se observa en la Figura 4.

3. Resultados y Discusión

3.1 Resultados experimentales

En la Figura 5 se presentan las curvas de fuerza-desplazamiento obtenidas para las pruebas experimentales con diferentes números de hojas y de abrazaderas, como se describió en la Tabla 2. Se observa el

cambio del área entre las curvas, la cual representa la disipación de energía. Se aprecia que, a mayor número de abrazaderas, se requiere de una mayor fuerza para deformar el muelle, lo que indica que éstas también incrementan la rigidez.

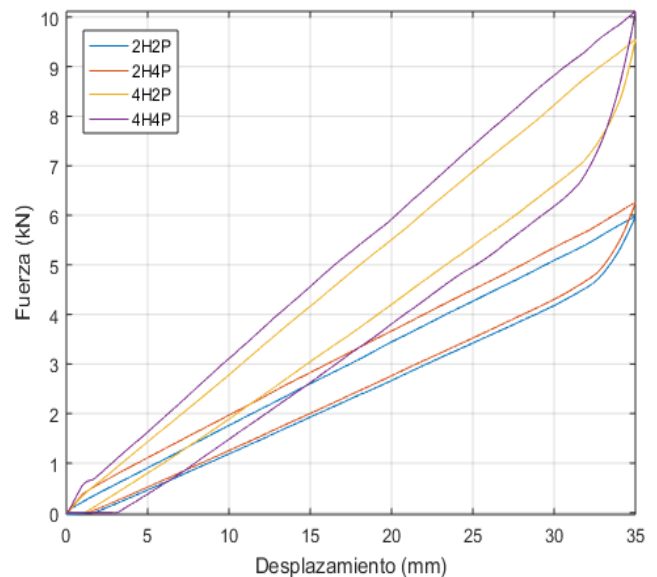


Figura 5. Resultados experimentales de histéresis para muelle.

Los datos estimados de la energía elástica E_o , disipación de energía E_r , así como de la capacidad de amortiguamiento ψ se presentan en la Tabla 3. Se observa que existe un aumento significativo en la disipación de energía en función del número de hojas y precargas, mientras que la energía elástica aumenta ligeramente. La disipación de energía E_r crece hasta 189% entre los casos 2H2P al 4H4P, lo que muestra una tendencia a incrementarse cuando se implementan más precargas en una mayor cantidad de hojas. En el caso de dos hojas, entre las configuraciones 2H2P y 2H4P existe un incremento de la disipación de energía de 17%. Para el caso en que se incrementa el número de hojas de dos a cuatro, es decir, de la configuración 2H4P a 4H2P, el incremento es de 57%. Finalmente, cuando se trata de cuatro hojas, de la configuración 4H2P a la 4H4P, hay un incremento de 48%. Se distingue que la tendencia a incrementar de la disipación de energía se da con el aumento del número de hojas. La energía elástica E_o presenta incrementos menores, para el caso de dos hojas es de 1.1% de la configuración 2H2P a la 2H4P. Al hacer el cambio de dos a cuatro hojas, es decir, de la configuración 2H4P a la 4H2P, la energía elástica se incrementa 55%. Sin embargo, una vez conformado el muelle por cuatro hojas, entre la configuración 4H2P a la 4H4P hay un incremento de 9%. Debido al gran incremento de la disipación de energía con respecto a la energía elástica, la capacidad de amortiguamiento específico ψ también presenta un incremento importante.

Tabla 3. Resultados experimentales de la estimación de energía.

Configuración	E_o (J)	E_r (J)	ψ	ΔE_o %	ΔE_r %
2H2P	108.085	22.162	0.21	-	-
2H4P	109.224	25.873	0.24	1.1	17
4H2P	169.064	40.548	0.24	55	57
4H4P	184.255	64.053	0.35	9	48

3.2 Resultados numéricos

Empleando el software Abaqus se obtuvieron las curvas de histéresis y se muestran en la Figura 6. Igualmente se observa un incremento del área entre la curva conforme se aumenta el número de precargas, y aún más cuando se aumenta el número de hojas.

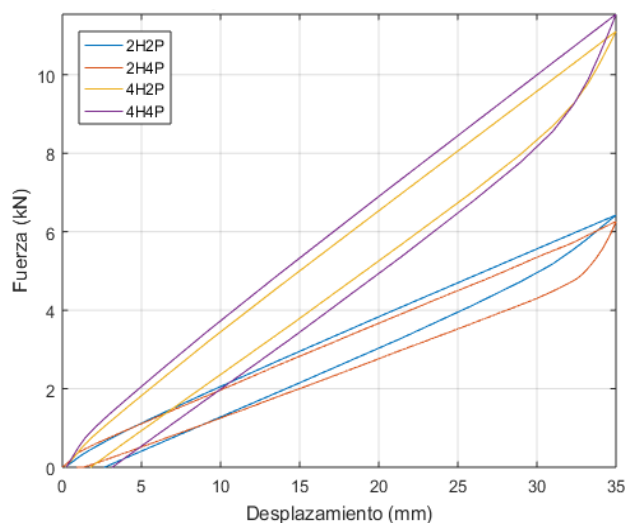


Figura 6. Resultados numéricos de histéresis para muelle.

Los resultados de la energía elástica E_o , la disipación de energía E_r , así como de la capacidad de amortiguamiento ψ se presentan en la Tabla 4. Se puede observar un aumento notable en la disipación de energía mientras que la energía elástica se incrementa ligeramente. Con dos hojas, de la configuración 2H2P a la 2H4P la disipación de energía E_r aumenta 12% y la energía elástica E_o un 2.1%.

Cuando se cambia de dos a cuatro hojas, es decir de la configuración 2H4P a la 4H2P, la disipación de energía E_r se incrementa 53%, mientras que la energía elástica E_o aumenta 61%. En el rango de cuatro hojas, al pasar de la configuración 4H2P a la 4H4P, la disipación de energía E_r aumenta 55% mientras que la energía elástica E_o aumenta 3%. El resultado de los estudios numéricos de la disipación de energía y de la energía elástica permite advertir que existe un incremento de ambas energías, existiendo una correspondencia con los valores experimentales, aún con sus variaciones.

Tabla 4. Resultados numéricos de la estimación de energía.

Configuración	E_o (J)	E_r (J)	ψ	ΔE_o %	ΔE_r %
2H2P	108.049	21.775	0.20	-	-
2H4P	110.313	24.416	0.22	2.1	12
4H2P	177.135	37.234	0.21	61	53
4H4P	182.301	57.871	0.32	3	55

Comparando los valores de energía elástica para los casos experimental y numérico, se observa que la energía elástica es un poco mayor en el estudio experimental. Esto puede deberse a la geometría no uniforme que presenta el muelle físico, el cual se simula de manera idealizada en el modelo numérico. Los valores obtenidos en disipación de energía de ambos estudios se aproximan entre sí, siendo mayores aquéllos de los ensayos experimentales, como se observa en la Figura 7. Estas diferencias se pueden explicar a partir del montaje experimental, el cual presenta algunas cantidades adicionales de disipación de energía, debido a circunstancias que no se toman en cuenta para el modelo numérico, tales como la fricción entre el muelle y el plato de compresión, la fricción entre los pernos y el canal del muelle, el contacto entre el banco y la máquina universal, entre otros. Esto causa que el valor de la disipación obtenida experimentalmente sea mayor al valor obtenido numéricamente, donde se realizan algunas idealizaciones en torno al montaje del muelle en el chasis del vehículo.

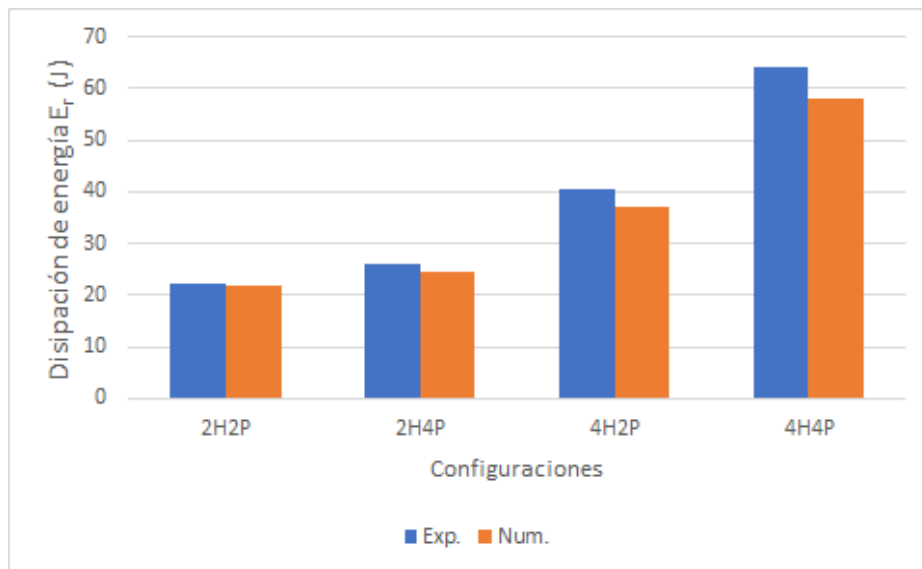


Figura 7. Comparativo entre disipación de energía experimental y numérica.

En general se observa una buena relación entre los valores numéricos obtenidos por el software y los datos experimentales, apreciándose un patrón de diferencias en la disipación de energía. Se obtuvo un factor de ajuste entre los resultados experimentales y numéricos para cada una de las configuraciones, de acuerdo con la ecuación (4), donde x es la cantidad de hojas que conforma el muelle y y la cantidad de precargas. Este crece en línea recta, como se observa en la Figura 8. Con este factor, los resultados numéricos se ajustan proporcionalmente, considerando las

circunstancias experimentales que fueron idealizadas en el modelo numérico. En ese aspecto, se toman en cuenta las últimas tres filas de la Tabla 2 para extender el estudio a otras configuraciones a través del estudio numérico (ver Tabla 5).

Tabla 5. Resultados de disipación de energía del estudio extendido.

Configuración	E_r (J)
3H0P	20.509
3H2P	26.850
3H4P	37.411

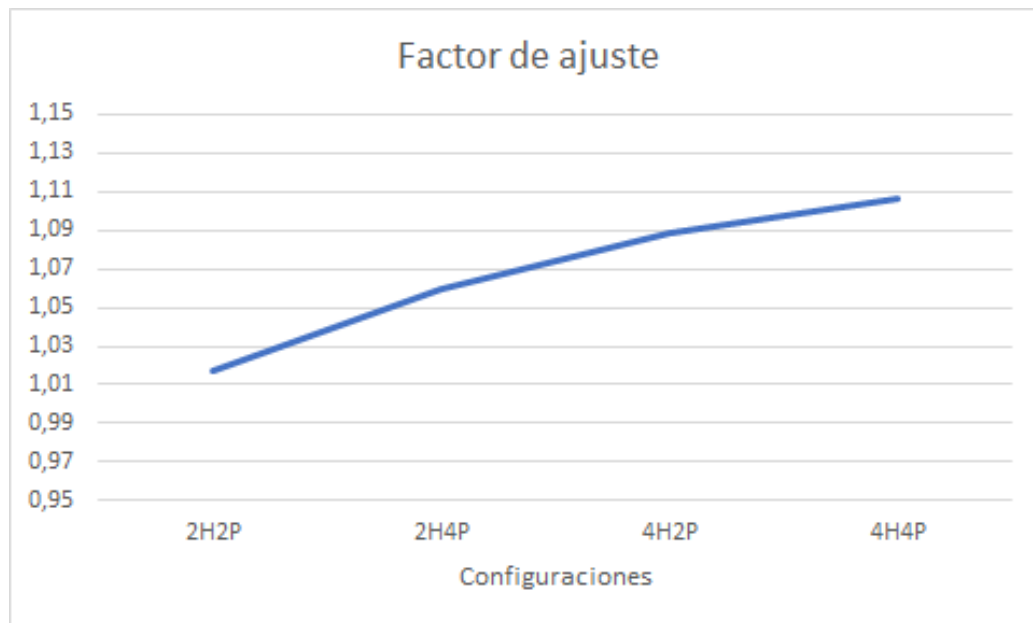


Figura 8. Factores de ajuste entre los resultados experimentales y numéricos para cada una de las configuraciones.

$$Ajuste = 1.07854 + 0.011528x - 0.0329904y + 0.00602028xy \quad (4)$$

Las gráficas de la Figura 9 muestran la influencia de las variables en la disipación de energía. La curva roja representa la relación obtenida con los resultados

numéricos, y la curva azul son los resultados aplicando el factor de ajuste determinado previamente. Se observa que cuando se tiene un número reducido de hojas, el efecto

de las precargas en la disipación de energía del muelle es reducido. Sin embargo, cuando se aumenta el número de hojas, el número de precargas tiene una influencia aún mayor en la disipación de energía. Esto es debido a que con mayor número de hojas se tiene mayor número de interacciones de contacto, por lo que hay más superficies deslizándose una sobre otra, lo que origina más fricción y por lo tanto mayor disipación

de energía. La ecuación (5) es una regresión obtenida con los datos de las simulaciones numéricas y que corresponde a la curva roja de la Figura 9, donde E_r es la disipación de energía en Joules, x la cantidad de hojas que conforma el muelle y y la cantidad de precargas involucradas. Para obtener a curva azul se multiplican las ecuaciones (4) y (5) y se grafica la función resultante.

$$E_r = 60.7224 - 35.8952x - 7.3325y + 6.95083x^2 + 2.3755xy + 1.32483y^2 \quad (5)$$

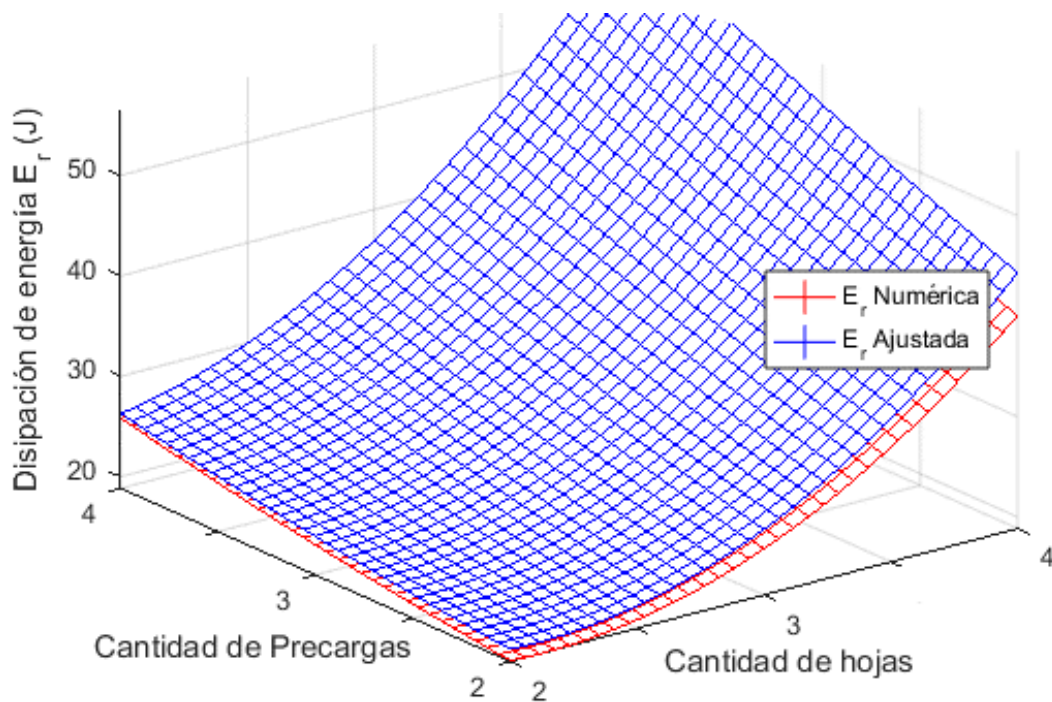


Figura 9. Gráfico de interacción entre hojas y precargas en la disipación de energía.

En la Figura 10 se muestran los valores del área de contacto total y la disipación de energía en un ciclo de carga de los modelos del muelle probados. Como se ha reportado en la literatura [21], las hojas del muelle se deslizan una sobre otra, tanto en el momento de la compresión como en la relajación de la carga, pero que en sentido contrario. Al

incrementarse el número de hojas, las áreas en contacto aumentan, y por lo tanto también las zonas en deslizamiento al momento de deformar el muelle, por lo que la disipación de energía sigue una tendencia a incrementarse durante el ciclo de carga semejante al del área de contacto. Se infiere que el incremento en mayor medida del área

de contacto se da conforme a un mayor número de hojas, mientras que las precargas implementadas incrementan también, aunque en menor medida, esta área de contacto. Esto es debido a que las precargas ejercen una fuerza normal solamente sobre regiones localizadas en el muelle. Los elementos para precarga fueron colocados cerca de los extremos de las hojas del muelle donde, de acuerdo con la literatura [16], se

registran los mayores puntos de fricción, es por esto por lo que si se aplican precargas entre más hojas tenga el muelle, mayor es el incremento de la disipación de energía. La implementación de precargas tiene un efecto menor cuando el muelle está formado por pocas hojas, observándose en estos casos muy poco incremento, tanto de la disipación de energía como del área de contacto.

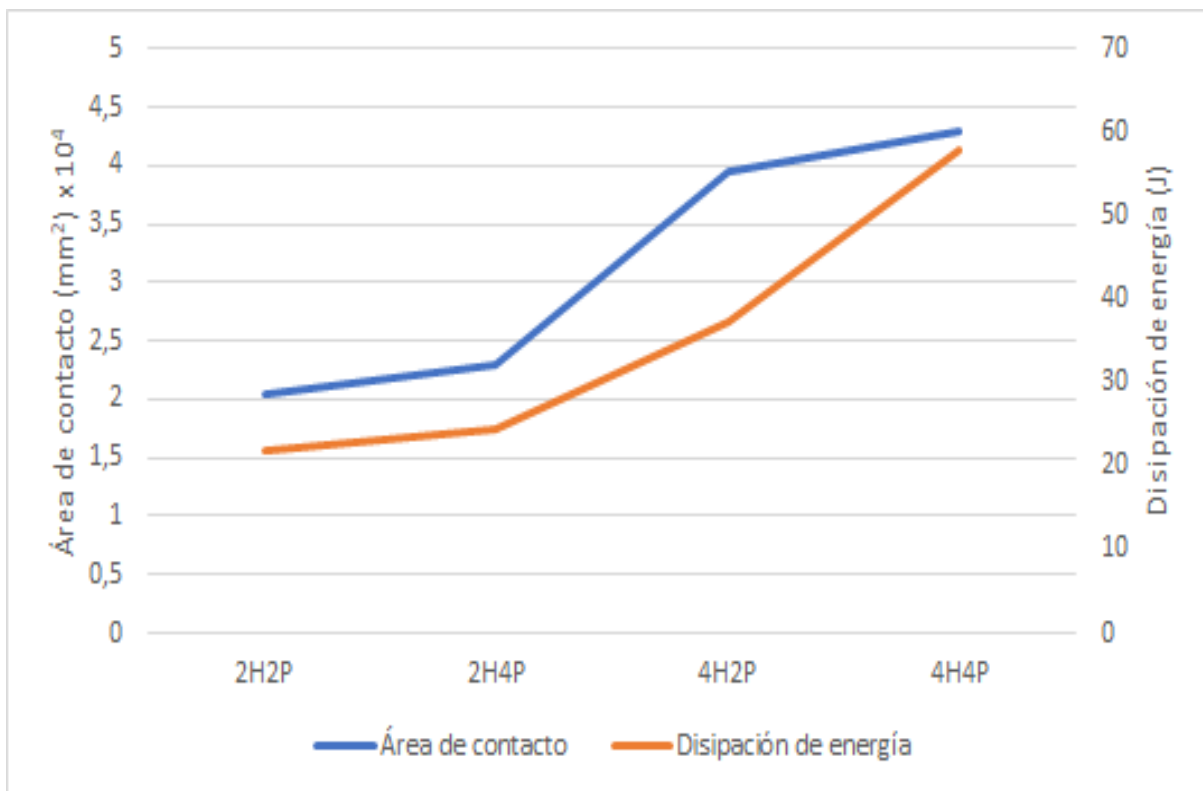


Figura 10. Área de contacto total para las diferentes configuraciones del muelle en un ciclo de carga.

4. Conclusiones

Se realizó una evaluación experimental y numérica del efecto de la variación de la precarga de ensamble y de la cantidad de hojas sobre la disipación de energía por fricción de un muelle. Los resultados muestran que un mayor número de hojas incrementa la disipación de energía y la

rigidez del muelle. Se observó que la implementación de precargas aumentó la disipación de energía, pero su efecto en el aumento de la rigidez es menor. Por lo tanto, de acuerdo con la aplicación requerida, es posible cambiar la configuración del muelle. En caminos suaves, cuando se conduce con cargas pequeñas, se busca un amortiguamiento mínimo y por lo tanto una

menor fricción, para un mejor confort de los pasajeros. En cambio, una mejor estabilidad del vehículo se obtiene cuando se incrementa la fricción, con un amortiguamiento mayor para cargas grandes. Esto puede dar pauta para el desarrollo de técnicas como la de Shinbori y Matsuoka [22], quienes inventaron un sistema semiactivo que controla el apriete de las hojas en uno de los extremos del muelle. Dependiendo de las necesidades del vehículo, ya sea confort o estabilidad, es capaz de disminuir o aumentar la fricción, respectivamente.

Se obtuvo un modelo empírico que relaciona la capacidad de disipación de energía del muelle con la cantidad de hojas y de precargas. Este puede usarse para asistir el proceso de diseño de suspensiones de camiones de carga, buscándose implementar condiciones de apriete con algún sistema semiactivo. Se le aplicó un factor de ajuste con el fin de incluir los efectos de las simplificaciones realizadas.

Se sugiere estudiar las configuraciones probadas bajo condiciones de fatiga y evaluar la influencia de las precargas en las frecuencias naturales del muelle. Se recomienda evaluar otros tipos de precargas, mediante las cuales se aborde otra forma de contacto en el apriete, o con alguna precarga axial al muelle. También se aconseja evaluar la disipación de la energía mediante un diseño experimental del tipo 3^k o mixto, ya que estos permiten un mayor número de niveles de tratamiento de los factores que el diseño factorial 2^2 .

Agradecimientos

A los integrantes del Laboratorio de Vibraciones y Esfuerzos del Departamento de Ingeniería Mecánica del TecNM/CENIDET por el apoyo en las pruebas y en comentarios e ideas para este trabajo. Al CONACYT por la beca número 701125. Al Dr. Arturo Abúndez Pliego por sus sugerencias para la redacción y conclusión de este artículo.

Referencias

- [1] A. G. Piersol y T. L. Paez, *Harris' shock and vibration handbook*. McGraw-Hill, 2010.
<https://www.accessengineeringlibrary.com/content/book/9780071508193>
- [2] J. C. Dixon, *The Shock Absorber Handbook*. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2007. <https://www.wiley.com/en-us/The+Shock+Absorber+Handbook%2C+2nd+Edition+-p-9780470510209>
- [3] J. R. Matienzo y L. O. Pereiro, “Modelo de un muelle de ballestas considerando la fricción entre hojas”, *Ing. Mecánica*, vol. 9, núm. 1, pp. 15–28, 2006.
<https://www.semanticscholar.org/paper/Modelo-de-un-muelle-de-ballestas-considerando-la-%2F%2F-Matienzo-Pereiro/a9f1370b88afee15121f06de72f6f6e94d3e2f48>
- [4] Young-Jin Yum, “Frictional behavior of automotive leaf spring”, en *Proceedings KORUS 2000. The 4th Korea-Russia International Symposium On Science and Technology*, 2000, vol. 3, pp. 5–10.
<https://www.doi.org/10.1109/KORUS.2000.866051>.
- [5] A. González Rodríguez, J. M. Chacón, A. Donoso, y A. G. González Rodríguez, “Design of an adjustable-stiffness spring: Mathematical modeling and simulation, fabrication and experimental validation”, *Mech. Mach. Theory*, vol. 46, núm. 12, pp. 1970–1979, dic. 2011.
<https://www.doi.org/10.1016/j.mechmachtheory.2011.07.002>.
- [6] S. Karditsas, G. Savaidis, y M. Malikoutsakis, “Advanced leaf spring design and analysis with respect to vehicle kinematics and durability”, *Int. J. Struct. Integr.*, vol. 6, núm. 2, pp. 243–258, abr. 2015.
<https://www.doi.org/10.1108/IJSI-11-2013-0044>.
- [7] M. Malikoutsakis, G. Savaidis, A. Savaidis, C. Ertelt, y F. Schwaiger, “Design, analysis and multi-disciplinary optimization of high-performance front leaf springs”, *Theor. Appl. Fract. Mech.*, vol. 83, pp. 42–50, jun. 2016.
<https://www.doi.org/10.1016/j.tafmec.2016.01.008>.
- [8] Z. Xu, L. Hong, X. L. Wang, y C. S. Ding, “Study on the Influence of the Shape of Leaf Spring on the Stress and the Kinematic Characteristics”, *J. Eng. Res. Appl.*, vol. 8, núm. 6, pp. 13–21, 2018.
<https://www.doi.org/10.9790/9622-0806031321>.
- [9] M. M. Shokrieh y D. Rezaei, “Analysis and optimization of a composite leaf spring”, *Compos. Struct.*, vol. 60, núm. 3, pp. 317–325, may 2003.
[https://www.doi.org/10.1016/S0263-8223\(02\)00349-5](https://www.doi.org/10.1016/S0263-8223(02)00349-5).
- [10] K. Kumar y A. M L, “Simulation For Optimized Modelling of En45A Leaf Spring”, *Int. J. Recent Adv. Mech. Eng.*, vol. 4, núm. 3, pp. 129–142, ago. 2015.
<https://www.doi.org/10.14810/ijmech.2015.4310>.
- [11] D. Ashok Kumar y A. Kalam SD, “Design, Analysis and Comparison between the Conventional Materials with Composite Material of the Leaf Springs”, *Fluid Mech. Open Access*, vol. 03, núm. 01, 2016.
<https://www.doi.org/10.4172/2476-2296.1000127>.
- [12] K. Ashwini y C. V. Mohan Rao, “Design and Analysis of Leaf Spring using Various Composites – An Overview”, *Mater. Today Proc.*, vol. 5, núm. 2, pp. 5716–5721, 2018.
<https://www.doi.org/10.1016/j.matpr.2017.12.166>.
- [13] P. Qin, G. Dentel, y M. Mesh, “Multi-leaf spring and Hotchkiss suspension CAE simulation”, en *ABAQUS Users' Conference*, 2002, pp. 1–14.
http://www.simulia.com/download/solutions/automotive_cust%20references/chassis_multileaf_auc02_chrysler.pdf
- [14] B. Kadziela, M. Manka, T. Uhl, y A. Toso, “Validation and optimization of the leaf spring multibody numerical model”, *Arch. Appl. Mech.*, vol. 85, núm. 12, pp. 1899–1914, dic. 2015.
<https://www.doi.org/10.1007/s00419-015-1024-5>.

- [15] W. Krason y J. Wysocki, “Numerical studies of suspension system with double spring loaded using the force pulse”, *J. KONES*, vol. 25, núm. 1, pp. 241–248, 2018. <https://www.doi.org/10.5604/01.3001.0012.2473>.
- [16] W. Krason y J. Wysocki, “Investigation of friction in dual leaf spring”, *J. Frict. Wear*, vol. 38, núm. 3, pp. 214–220, may 2017. <https://www.doi.org/10.3103/S1068366617030096>.
- [17] W. Krason, J. Wysocki, y Z. Hryciow, “Dynamics stand tests and numerical research of multi-leaf springs with regard to clearances and friction”, *Adv. Mech. Eng.*, vol. 11, núm. 5, pp. 1–13, may 2019. <https://www.doi.org/10.1177/1687814019853353>.
- [18] S. A. E. HS788, “Manual on Design and Application of Leaf Springs”, *Soc. Automot. Eng.*, 1982. <https://www.sae.org/publications/books/content/hs-788/>
- [19] J. K. Budynas, Richard G.; Nisbett, *Diseño en ingeniería mecánica de Shigley*, 8a ed. México, D.F.: McGraw-Hill, 2012. <http://www1.frm.utn.edu.ar/electromecanica/materias%20pagina%20nuevas/elementoMaquina/material/libroCabecera.pdf>
- [20] Imperial Supplies LLC, “Fastener Torque Charts”. <https://www.imperialsupplies.com/static/charts>
- [21] E. Zahavi, “Analysis of a contact problem in leaf springs”, *Mech. Res. Commun.*, vol. 19, núm. 1, pp. 21–27, ene. 1992, [https://www.doi.org/10.1016/0093-6413\(92\)90006-V](https://www.doi.org/10.1016/0093-6413(92)90006-V).
- [22] T. Shinbori y S. Matsuoka, “Apparatus for controlling friction between leaf springs of a laminated leaf spring assembly”, 4,456,232, 1984. <https://patents.justia.com/patent/4463936>



Este texto está protegido por una licencia [Creative Commons 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Usted es libre para Compartir —copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato— y Adaptar el documento —remezclar, transformar y crear a partir del material— para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:

Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

[Resumen de licencia - Texto completo de la licencia](#)



Mejoramiento de la respuesta fotoacústica en mediciones de difusividad térmica

Improvement of the photoacoustic response in thermal diffusivity measurements

Gasca-Figueroa David^{1,3} , Bravo-Sánchez Micael Gerardo² , Guzmán-López Adriana³, Zavala-Villalpando José Guadalupe⁴, García-Rodríguez Francisco Javier⁴ 

¹Estudiante del Programa Doctoral en Ingeniería del Instituto Tecnológico de Celaya, Av. Tecnológico S/N, Col. Fovissste, 38010 Celaya, Guanajuato, México.

²Departamento de Ingeniería Bioquímica, Instituto Tecnológico de Celaya. Av. Tecnológico S/N, Col. Fovissste, 38010 Celaya, Guanajuato, México.

³Departamento de Ciencias Básicas. Instituto Tecnológico de Celaya. Av. Tecnológico S/N, Col. Fovissste, 38010 Celaya, Guanajuato, México.

⁴Departamento de Ingeniería Mecatrónica, Instituto Tecnológico de Celaya. Av. Antonio García Cubas 1200, Col. Fovissste, 38010 Celaya, Guanajuato, México.

Autor de correspondencia: Dr. Francisco Javier García Rodríguez, Departamento de Ingeniería Mecatrónica, Instituto Tecnológico de Celaya. Av. Antonio García Cubas 1200, Col. Fovissste, 38010 Celaya, Guanajuato, México. E-mail: fcojav@itc.mx. ORCID: 0000-0001-5342-9052.

Recibido: 26 de Noviembre del 2019

Aceptado: 07 de Marzo del 2020

Publicado: 14 de Diciembre del 2020

Resumen. – Se presenta una configuración alternativa de celda fotoacústica para la determinación de la difusividad térmica (α), a temperatura ambiente, para materiales sólidos. El método se basa en el uso de dos cámaras fotoacústicas idénticas, al interior de las cámaras en la parte central, una lámina térmicamente delgada es propuesta para transformar la energía luminosa en energía calorífica. Un material de referencia colocado de manera paralela a un material de estudio en la parte posterior del material térmicamente delgado permite relacionar las propiedades térmicas de estos materiales. Se efectúa la razón de amplitudes de señal fotoacústica con el modelo matemático completo contra el modelo propuesto para cobre vs acero, oro vs plata y granito vs mármol obteniendo un error máximo de 3% al emplear el modelo propuesto en lugar del modelo completo.

Palabras clave: Arreglo fotoacústico; Respuesta fotoacústica; Difusividad térmica; Celda fotoacústica; Modelo de Rosencwaig y Gersho.

Abstract. – An alternative photoacoustic cell configuration for the determination of the thermal diffusivity (α), at room temperature, for solid materials is presented. The method is based on the use of two identical photoacoustic chambers, inside both of them, a metallic foil thermally thin is used to transform the light energy to heat energy. A Reference material placed parallel to a study material allows to relate the thermal properties of the materials used as support in the photoacoustic chambers of the experimental arrangement presented here. The ratio between experimental and theoretical photoacoustic amplitudes is realized to validate a proposed mathematical model.

Keywords: Configuration photoacoustic; Photoacoustic response; Thermal diffusivity; Photoacoustic cell; Rosencwaig and Gersho model.



1. Introducción

La difusividad térmica es la cantidad que mide el cambio en la temperatura producida en la unidad de volumen del material por la cantidad de calor que fluye en la unidad de tiempo a través de un área unitaria de una capa de espesor unitario con la diferencia de temperatura unitaria entre sus caras. El significado físico detrás de la difusividad térmica es asociado con la velocidad de propagación de calor durante los cambios de temperatura por unidad de tiempo [1]. Es uno de los parámetros térmicos más frecuentemente medidos en las técnicas fototérmicas, esto es debido a que los efectos fototérmicos son principalmente dependientes de la difusión de calor en la muestra [2 - 9]. Sin embargo, algunas de las mediciones de difusividad térmica reportadas son obtenidas de manera intrusiva y están limitadas por el requerimiento de medición de parámetros como densidad, flujo de calor, longitud física de los medios de trabajo, presión y temperatura ambiente, longitud de absorción óptica, eficiencia de absorción de energía, coeficiente de absorción óptica, potencia de la luz incidente, conductividad térmica, solo por mencionar algunos.

Las técnicas de medición de propiedades térmicas trabajan bajo los dominios del tiempo y frecuencia en la determinación principalmente de conductividad y difusividad térmica, particularmente la técnica fotoacústica es no intrusiva, trabaja en el dominio de la frecuencia, su configuración experimental es sencilla, sin embargo, actualmente se reporta un error de alrededor del 10% para la técnica fotoacústica [10], que pueden ser atribuidos a efectos asociados con la instrumentación del equipo experimental así como a la necesidad de medir una serie de parámetros de trabajo como se mencionó anteriormente, a continuación se listan diferentes características de celdas fotoacústicas

en la búsqueda de optimizar la señal fotoacústica con diferentes propósitos.

La primera celda fotoacústica para la determinación de propiedades térmicas fue propuesta por Rosencwaig y Gersho [11]. En este trabajo se propuso una cámara cerrada con un gas, la muestra de trabajo y un material de soporte sólido como elementos principales de la celda, Bennet y colaboradores construyeron una celda en la cual un gas está confinado entre dos ventanas con absorción débil para la determinación de los coeficientes de absorción [12].

Cahen, diseñó una celda interesante en la que podía obtener las señales de transmisión o reflexión de acuerdo con la disposición de la muestra, donde la muestra es parte de la celda fotoacústica, en la celda de Cahen se obtienen dos señales a través de un divisor de luz, una señal es utilizado como señal de referencia y el otro como señal de estudio, también propuso una celda donde la muestra sufre una doble incidencia del haz de luz desde ambos lados [13]. Bijnen y equipo de trabajo describieron el comportamiento acústico en un micrófono y determinó que el volumen de almacenamiento y las columnas de aire suprimen la absorción de energía [14], kovsh y otros modelaron computacionalmente el efecto fotoacústico inducido por el calentamiento local de líquidos absorbentes por medio de pulsos en el orden de nanosegundos [15].

Nagele y su equipo de trabajo desarrollaron un espectrómetro fotoacústico móvil para monitorear gases con capacidad para detectar 70 partes por billón correspondientes a un coeficiente de absorción óptico mínimo de $2 \times 10^{-9} \text{ cm}^{-1}$ [16]. Besson y sus colegas destacan la importancia del gas almacenado en la celda



fotoacústica, ya que este puede reducir la intensidad de la señal fotoacústica en un orden de magnitud [17]. Rey y otros optimizaron una celda fotoacústica resonante demostrando que, al aumentar el coeficiente de absorción óptica del medio, la señal fotoacústica crece hasta un valor máximo, minimizando la sensibilidad de la señal [18]. Baumann modeló una celda fotoacústica cilíndrica utilizando el método de elemento finito, obteniendo una buena concordancia con la experimentación después de sumar las pérdidas de energía superficial obtenidas experimentalmente. Tavakolli y su equipo de trabajo optimizaron el volumen de almacenamiento de un resonador acústico para la detección de gases mediante espectroscopía fotoacústica con láser, además modelaron la celda fotoacústica unidimensional como un circuito eléctrico [19]. Kost y colaboradores maximizaron la capacidad de detección de un resonador acústico a través del método de elemento finito [20]. Gutiérrez y equipo de trabajo aplicaron la técnica fotoacústica en la determinación de propiedades térmicas como la efusividad térmica del silicio poroso depositado en sustratos de silicio [21].

Lomeli y sus colegas realizaron un estudio sobre aplicaciones biofísicas de la fotoacústica en el conocimiento de las propiedades térmicas y ópticas de los tejidos, tales como la difusividad térmica y el coeficiente de absorción óptica [22]. Chroback y Maliński en su trabajo para optimizar una célula fotoacústica para estudios de la técnica de espectroscopía fotoacústica no destructiva reportan que cuando la longitud de onda es mucho mayor que las dimensiones de la celda, el sistema resonante puede describirse de manera análoga a un circuito eléctrico [23]. Wolf y su equipo optimizaron numéricamente una célula fotoacústica, lo que resultó en un pequeño tubo con extremos acampanados [24]. Gondal y Dastageer optimizaron un sensor de gas basado en la técnica fotoacústica, capaz de detectar

algunas partes por billón de gases [25]. Alvarado utilizó la espectroscopía fotoacústica para determinar los coeficientes de absorción óptica de la sangre de ratas macho Fisher [26]. Sigrist mostró el potencial de la técnica fotoacústica ilustrando ejemplos de aplicaciones en sólidos, líquidos, gases, en muestras biológicas y médicas [27]. Bychto y equipo de trabajo presentaron un método para determinar el espectro de absorción óptica a partir del espectro fotoacústico en muestras delgadas de semiconductores depositados en sustratos óptica y térmicamente gruesos [28].

Los trabajos mencionados requieren que la muestra de trabajo tenga una incidencia directa de la energía de un rayo láser, así como el conocimiento o la medición de al menos cinco parámetros experimentales y la influencia debida a la instrumentación en la respuesta fotoacústica. En este trabajo, el concepto de muestra de trabajo propuesto por Rosencwaig y Gersho se modifica en su teoría sobre el efecto fotoacústico sobre la materia condensada, el material considerado muestra de trabajo en la celda RG ahora tiene la función de convertir la energía luminosa en flujo de calor en el límite muestra de gas y transportar de esta energía al material de soporte, que ahora es el material de estudio en la configuración experimental presentada aquí. Esta modificación permite la independencia de los parámetros de medición relacionados con la muestra de trabajo, así como la independencia de la medición de los parámetros relacionados con el gas de trabajo en la cámara fotoacústica, además, con esta modificación el retraso en la fase de la señal fotoacústica causada por la instrumentación puede ser minimizado o despreciado, se presenta una expresión matemática para relacionar las propiedades térmicas entre un material de referencia y un material de estudio con las señales acústicas producidas al usar estos materiales como materiales de soporte en la celda RG tradicional.



2. Formalismo

En la celda fotoacústica de Rosencwaig y Gersho (celda RG) de configuración gas-muestra-soporte (figura 1), la señal fotoacústica viene dada por la ecuación 1. La señal fotoacústica es una función de la frecuencia de modulación, ω , de la luz incidente. Para obtener el resultado teórico es necesario medir los siguientes parámetros: longitud de la muestra (l), longitud de la cámara de gas (l'), presión atmosférica (P_o), temperatura ambiente (T_o), razón de calores

específicos del gas en la cámara fotoacústica (γ), eficiencia de absorción de energía en la muestra (η), Potencia de la luz incidente en la muestra (I_o), difusividades térmicas de la muestra de trabajo (α), del gas dentro de la cámara fotoacústica (α') y del material de soporte (α''), además, las conductividades térmicas de la muestra de trabajo (k), del gas dentro de la cámara fotoacústica (k') y del material de soporte (k''), además de, el coeficiente de absorción óptico de la muestra (β).

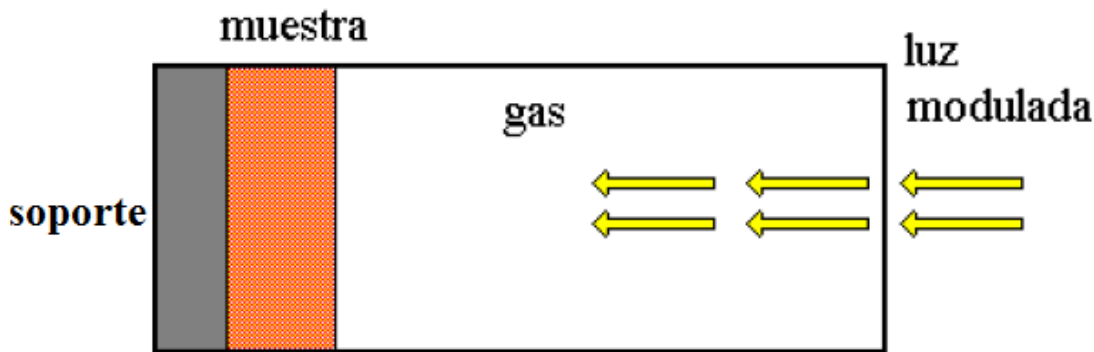


Figura 1. Celda fotoacústica de Rosencwaig y Gersho [11].

$$\delta P \approx \Delta P(t) = -\frac{Y\beta}{ka'(\beta^2 - \sigma^2)} \frac{(r-1)(b_i+1)e^{\sigma l} - (r+1)(b_i-1)e^{-\sigma l} + 2(b_i-r)e^{-\beta l}}{(g+1)(b_i+1)e^{\sigma l} - (g-1)(b_i-1)e^{-\sigma l}} e^{i(\omega t - \frac{\pi}{4})} \quad (1)$$

donde

$$\sigma = (1+i)a \quad a = \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}} \quad a' = \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha'}} \quad a'' = \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha''}}$$

$$Y = \frac{\gamma P_o I_o \eta}{2\sqrt{2} T_o l'} \quad g = \frac{k'a'}{ka} \quad r = (1-i)\frac{\beta}{2a} \quad b_i = \frac{k_i'' a_i''}{ka}, \text{ para } i = n, ref$$



La expresión 1 resulta muy compleja y es necesario medir demasiados parámetros, por esta razón Rosencwaig y Gersho proponen seis casos especiales de los cuales son de interés los tres casos en los cuales la muestra de trabajo cubre la característica de ser térmicamente delgada. Clasificando los materiales de acuerdo con la opacidad óptica comparando la longitud de la muestra, l , la longitud de absorción óptica, l_β ,

($l_\beta = 1/\beta$), y la longitud de difusión térmica, μ , ($\mu = 1/a$, donde, $a = \sqrt{\omega/(2\alpha)}$), para materiales sólidos ópticamente transparentes donde $l_\beta > l$ se tienen dos casos; ia) $\mu \gg l$, $\mu > l_\beta$ y ib) $\mu > l$, $\mu \ll l_\beta$. y para materiales sólidos ópticamente opacos se tiene un caso donde $l_\beta \ll l$, se tiene un caso ii) $\mu \gg l$, $\mu \gg l_\beta$. En estos casos especiales la señal fotoacústica está dada por la ecuación 2 [10].

$$\Delta P \approx dP = -\frac{(1-i)\beta l}{2\alpha'k''a''} Y e^{i(\omega t - \frac{\pi}{4})} \quad (2)$$

3. Modelo

Si la Ec. 1 se aplica a dos cámaras fotoacústicas idénticas (celda de referencia y celda de estudio) con el mismo gas de trabajo, la misma muestra de trabajo y se hace incidir la misma potencia de luz modulada bajo la misma frecuencia y el material que funge como material de soporte se intercambia entre un material de referencia denotado con el subíndice ‘ref’ y un material de estudio denotado con el subíndice ‘n’ y se efectúa el cociente entre la señal fotoacústica de la celda de referencia y la señal fotoacústica de la celda de estudio se obtiene la expresión 3. El cociente de señales fotoacústicas resulta aún complejo, sin embargo, es independiente de la

medición de muchos de los parámetros mencionados anteriormente. De manera similar, si la ecuación 2 se aplica a una celda de referencia y una celda de estudio donde la única variante es el material de soporte, nombrados como material de referencia (subíndice ‘ref’) y material de estudio (subíndice ‘n’) y los resultados de las señales fotoacústicas de referencia y de estudio se dividen se obtiene la ecuación 4, la cual se observa que es una expresión completamente dependiente solo de las conductividades y difusividades térmicas de los materiales de soporte en ambas cámaras fotoacústicas.

$$\frac{\delta P_{ref}}{\delta P_n} \approx \frac{\frac{(r-1)(b_{ref}+1)e^{\sigma l} - (r+1)(b_{ref}-1)e^{-\sigma l} + 2(b_{ref}-r)e^{-\beta l}}{(g+1)(b_{ref}+1)e^{\sigma l} - (g-1)(b_{ref}-1)e^{-\sigma l}}}{\frac{(r-1)(b_n+1)e^{\sigma l} - (r+1)(b_n-1)e^{-\sigma l} + 2(b_n-r)e^{-\beta l}}{(g+1)(b_n+1)e^{\sigma l} - (g-1)(b_n-1)e^{-\sigma l}}} \quad (3)$$

$$\frac{dP_{ref}}{dP_n} \approx \frac{k_n''}{k_{ref}''} \sqrt{\frac{\alpha_{ref}''}{\alpha_n''}} = \frac{\Delta V_{ref}}{\Delta V_n} \quad (4)$$



De la expresión 4, se observa que el cociente de señales fotoacústicas de dos cámaras idénticas donde solo varía el material de soporte y el material térmicamente delgado empleado inicialmente como muestra de trabajo en la celda tradicional RG ahora toma el papel de ser el encargado de transformar la energía luminosa modulada en una onda de energía en forma de calor y transportarla a los materiales de soporte y ahora el material de trabajo es el material de soporte al ser sus propiedades las únicas implicadas en el cociente de señales fotoacústicas.

3.1 Resultados y Discusiones

En el presente trabajo, se propone el empleo de aire como gas de trabajo en la cámara fotoacústica, aluminio de un espesor de $17 \mu m$ como material encargado de convertir la energía luminosa en energía calorífica y como materiales de soporte de referencia se emplean cobre, granito y oro, en tanto que como materiales de soporte de estudio se emplean acero, mármol y plata. Sus conductividades y difusividades térmicas son listadas en la tabla 1.

Tabla 1. Propiedades térmicas de acero, aluminio y cobre.

	Conductividad térmica (W/m °K)	Difusividad térmica (m²/s)
Aire	0.026	0.0000202
Aluminio	160	0.0000638
Cobre	389	0.000113
Acero	50	0.0000125
Granito	3500	0.00000186
Marmol	2900	0.00000140
Oro	314	0.0001208
Plata	406	0.0001704

En la tabla 2, se muestra el error entre emplear la ecuación 4 en lugar de la ecuación 2 para estimar es el cociente de señales fotoacústicas,

los materiales de estudio y de referencia deben tener propiedades térmicas similares.



Tabla 2. Error al emplear la ecuación 4 en la estimación del cociente de señales fotoacústicas en un rango de 0.001 – 200 Hz.

Gas de trabajo	Material de transporte de energía	Material de referencia	Material de estudio	Error en la estimación del cociente de presiones fotoacústicas tras emplear la ecuación 4 en lugar de la ecuación 2
Aire	Aluminio (17 μ m)	Cobre	Acero	0.031 – 3.01 %
Aire	Aluminio (17 μ m)	Granito	Mármol	0.013 – 3.06 %
Aire	Aluminio (17 μ m)	Oro	Plata	0.0022 – 0.257 %

A continuación, en la figura 2 se muestra una configuración experimental propuesta para determinar el cociente de señales fotoacústica. Dos celdas idénticas con el mismo gas de trabajo (aire) son empleadas, en la región central de las celdas fotoacústicas es empleado un material térmicamente delgado (aluminio de 17 μ m) y dos materiales diferentes son colocados como materiales de soporte en cada celda, uno de ellos es un material de referencia con propiedades térmicas conocidas y el otro es un material de estudio con conductividad o difusividad térmica por conocer. Los materiales en la región de soporte deben tener propiedades térmicas similares para trabajar en el mismo rango de sensibilidad de la instrumentación. Una computadora controla el amplificador lock-in el cual ordena a un modulador mecánico, modular

la luz emitida por los laser 1 y 2, la luz modulada incide en el material térmicamente delgado al interior de las cámaras fotoacústicas, después el material térmicamente delgado transforma la luz modulada en una onda de calor con la misma frecuencia de la luz emitida por el láser y cumple la función de transportar el calor a los materiales de soporte. Dentro de las cámaras de gas, las variaciones de presión son generadas con un comportamiento periódico y la misma frecuencia de la luz laser modulada, (dP_{ref} y dP_n respectivamente), los cambios de presión son sentidos (en forma de diferencias de voltaje) por los micrófonos de electreto 1 y 2 y las señales resultantes son preamplificadas (preamp 1 and 2) y filtradas por el amplificador lock-in para posteriormente completar su procesamiento final en el ordenador (PC).

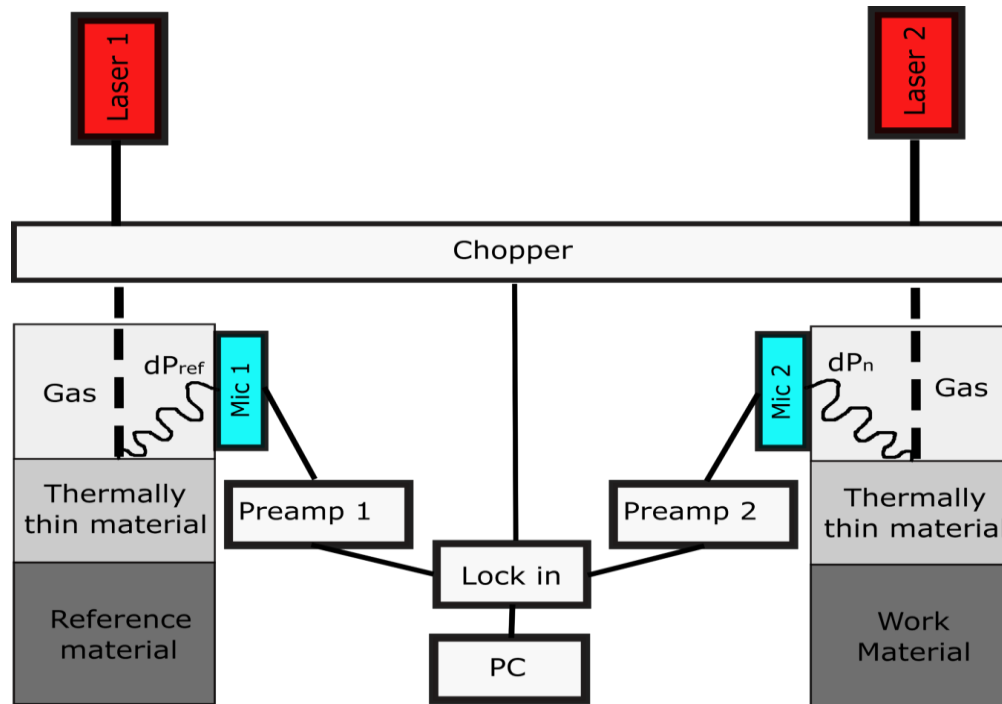


Figura 2. Configuración experimental: Dos celdas fotoacústicas idénticas con el mismo gas de trabajo, el mismo material térmicamente delgado en la región central para la conversión de energía luminosa de los laser 1 y 2 en energía térmica y su posterior transporte hacia los materiales de soporte donde un material de estudio y un material de referencia tienen participación notable en la generación de las señales fotoacústicas detectadas por los micrófonos 1 y 2 de manera simultánea para su posterior preamplificación (preamp 1 y 2) filtrado en el lock in y procesamiento final dentro del ordenador.

4. Conclusiones

Se presenta una expresión matemática para conectar la difusividad y conductividad térmica de dos materiales empleados como soporte en dos celdas fotoacústicas con la respuesta fotoacústica que podría obtenerse de manera experimental en dichas celdas donde los materiales de soporte tienen influencia notable en la producción de la señal acústica. El material de transporte de energía localizado en la región central de las cámaras fotoacústicas debe ser térmicamente delgado (cobre o aluminio) para permitir que los materiales de soporte tengan influencia notable en la producción de la señal fotoacústica.

Los materiales de referencia y de estudio empleados como materiales de soporte en la parte

posterior de las celdas fotoacústicas deben tener propiedades térmicas similares para disminuir errores causados por la sensibilidad del amplificador lock-in en el filtrado y amplificación de la señal fotoacústica. Las lecturas de las señales fotoacústicas en ambas celdas deben ser obtenidas de manera simultánea para asegurar que se trabaja bajo la misma frecuencia en ambas celdas fotoacústicas.

La configuración experimental propuesta elimina la necesidad de efectuar la medición de algunos parámetros necesarios en el arreglo tradicional de la teoría desarrollada por Rosencwaig y Gersho gracias a la razón de respuestas fotoacústicas. La expresión 4, proporciona una manera de obtener una conductividad o difusividad térmica desconocida de algún material de estudio sin necesidad de medir los parámetros asociados al



gas de trabajo y al material de transporte de energía en la celda fotoacústica.

Referencias

- [1] A. Salazar, "On thermal diffusivity". Eur. J. Phys., vol. 24, pp. 351–358, May. 2003. <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0143-0807/24/4/353/pdf>
- [2] L.F. Perondi, L.C.M. Miranda, "Minimal-volume photoacoustic cell measurement of thermal diffusivity: effect of the thermoelastic sample bending". J. Appl. Phys., Vol. 62, no. 7, pp. 2955e9, 1987. <https://doi.org/10.1063/1.339380>
- [3] N.F. Leite, C. Cella, H. Vargas, L.C.M. Miranda, "Photoacoustic measurement of thermal diffusivity of polymer foils". J. Appl. Phys. Vol. 61, no. 8, pp. 3025e7, 1987. <https://doi.org/10.1063/1.337853>
- [4] H.K. Park, C.P. Grigoropoulos, A.C. Tam, "Optical measurements of thermal diffusivity of a material". Int J Thermophys. Vol. 16, no. 4, pp. 973e95, 1995. <https://doi.org/10.1007/BF02093477>
- [5] A. Calderón, J. J. Alvarado-Gil, Yu Gurevich, A. Cruz-Orea, I. Delgadillo, H. Vargas, L. C.M. Miranda, "Photothermal characterization of electrochemical etching processed ntype porous silicon". Phys. Rev. Lett. Vol. 79, no. 25, pp. 5022, 1997. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.79.5022>
- [6] A. Calderón, R. A. Muñoz Hernández, and S. A. Tomás, "Method for measurement of the thermal diffusivity in solids: application to metals, semiconductors, and thin materials". J. Appl. Phys., Vol. 84, no. 11, pp. 6327e9, 1998. <https://doi.org/10.1063/1.368957>
- [7] A. M. Mansanares and H. Vargas. Photoacoustic characterization of a two-layer system. J. Appl. Phys., Vol. 70, no. 11, pp. 7046e50, 1991. <https://doi.org/10.1063/1.349782>
- [8] J. J. Alvarado-Gil, O. Zelaya-Angel, H. Vargas, and J. L. Lucio M. "Photoacoustic characterization of the thermal properties of a semiconductor-glass two-layer system". Phys. Rev. B., Vol. 50, no. 19, pp. 14627, 1994. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.50.14627>
- [9] G. C. Astrath Nelson, B. G. Astrath Francine, J. Shen, C. Lei, J. Zhou, S. S. Liu Zhong, et al. "An open-photoacoustic-cell method for thermal characterization of a two-layer system". J. Appl. Phys. Vol. 107, no. 4, pp. 043514, 2010. <https://doi.org/10.1063/1.3310319>
- [10] B. Abad, M. Rull-Bravo, Hodson SL, Xu X, Martin-Gonzalez M. "Thermoelectric properties of electrodeposited tellurium films and the sodium lignosulfonate effect". Electrochim Acta., Vol.169, pp. 37–45, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2015.04.063>
- [11] A. Rosencwaig and A. Gersho, "Theory of the photoacoustic effect with solids," J. Appl. Phys, vol. 47, no. 1, pp. 64–69, Jan. 1976. <https://doi.org/10.1121/1.2002181>
- [12] H. S. Bennett and R. A. Forman, "Frequency dependence of photoacoustic spectroscopy: Surface and bulkabsorption coefficients," J. Appl. Phys, vol. 48, no. 4, pp. 1432–1436, Apr. 1977. <https://doi.org/10.1063/1.323883>
- [13] D. Cahen, "Photoacoustic cell for reflection and transmission measurements," Rev. Sci. Instrum., vol. 52, no. 9, pp. 1306–1310, Sep. 1981. <https://doi.org/10.1063/1.1136788>
- [14] F. G. C. Bijnen, J. Reuss, and F. J. M. Harren, "Geometrical optimization of a longitudinal resonant photoacoustic cell for sensitive and fast trace gas detection," Rev. Sci. Instrum., vol. 67, no. 8, pp. 2914–2923, Aug. 1996. <https://doi.org/10.1063/1.1147072>
- [15] D. I. Kovsh, D. J. Hagan, and E. W. V. Stryland, "Numerical modeling of thermal refraction in liquids in the transient regime," Opt. Express, vol. 4, no. 8, p. 315, Apr. 1999. <https://doi.org/10.1364/OE.4.000315>
- [16] M. Nägele and M. W. Sigrist, "Mobile laser spectrometer with novel resonant multipass photoacoustic cell for trace-gas sensing" Appl. Phys. B, vol. 70, no. 6, pp. 895–901, Jun. 2000. <https://doi.org/10.1007/PL00021151>
- [17] J. P. Besson, S. Schilt, and L. Thévenaz, "Multi-gas sensing based on photoacoustic spectroscopy using tunable laser diodes," Spectrochim. Acta. A. Mol. Biomol. Spectrosc., vol. 60, no. 14, pp. 3449–3456, Dec. 2004. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2003.11.046>



- [18] J. M. Rey, D. Marinov, D. E. Vogler, and M. W. Sigríst, "Investigation and optimisation of a multipass resonant photoacoustic cell at high absorption levels," *Appl. Phys. B*, vol. 80, no. 2, pp. 261–266, Feb. 2005. <https://doi.org/10.1007/s00340-004-1705-1>
- [19] M. Tavakoli, A. Tavakoli, M. Taheri, and H. Saghafifar, "Design, simulation and structural optimization of a longitudinal acoustic resonator for trace gas detection using laser photoacoustic spectroscopy (LPAS)," *Opt. Laser Technol.*, vol. 42, no. 5, pp. 828–838, Jul. 2010. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2009.12.012>
- [20] B. Kost, B. Baumann, M. Germer, M. Wolff, and M. Rosenkranz, "Numerical shape optimization of photoacoustic resonators," *Appl. Phys. B*, vol. 102, no. 1, pp. 87–93, Jan. 2011. <https://doi.org/10.1007/s00340-010-4170-z>
- [21] A. Gutiérrez, J. Giraldo, and M. E. Rodríguez-García, "Técnica fotoacústica aplicada a la determinación de propiedades térmicas de silicio poroso," *Rev. mex. fis.*, vol. 57, no. 2, pp. 99–105, Abril 2011. http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&id=S0035-001X2011000200001&lng=es&nrm=iso>.
- [22] P. A. Lomelí Mejía, N. P. Castellanos Abrego, M. M. Méndez González, A. Cruz Orea, and J. L. Jiménez Pérez, "Aplicaciones biofísicas de la fotoacústica," vol. 1, no. 2, pp. 90–94, 2012. <https://www.medigraphic.com/cgi-bin/new/resumen.cgi?IDARTICULO=37334>
- [23] Ł. Chrobak and M. Maliński, "Design and optimisation of the photoacoustic cell for nondestructive photoacoustic spectroscopy," *Nondestruct. Test. Eval.*, vol. 28, no. 1, pp. 17–27, Mar. 2013. <https://doi.org/10.1080/10589759.2012.667408>
- [24] M. Wolff, B. Kost, and B. Baumann, "Shape-Optimized Photoacoustic Cell: Numerical Consolidation and Experimental Confirmation," *Int. J. Thermophys.*, vol. 33, no. 10–11, pp. 1953–1959, Nov. 2012. <https://doi.org/10.1007/s10765-012-1257-2>
- [25] M. A. Gondal and M. A. Dastageer, "Design, fabrication, and optimization of photo acoustic gas sensor for the trace level detection of NO₂ in the atmosphere," *J. Environ. Sci. Health Part A*, vol. 45, no. 11, pp. 1406–1412, Aug. 2010. <https://doi.org/10.1080/10934529.2010.500933>
- [26] M. L. Alvarado-Noguez, M. Cano-Europa, C. Hernández-Aguilar, F. A. Domínguez-Pacheco, and A. Cruz-Orea, "Obtención y Análisis del Espectro de Absorción Óptico de Sangre Rata Fisher con Daño Hepático Mediante Espectroscopía Fotoacústica," *Revista Mexicana de Ingeniería Biomédica*, vol. 38, no. 1, pp. 349–356. <https://doi.org/10.17488/rmib.38.1.31>.
- [27] M. W. Sigríst, "Photoacoustic Spectroscopy, Applications," in *Encyclopedia of Spectroscopy and Spectrometry*, Elsevier, 2017, pp. 589–597. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409547-2.11307-1>
- [28] L. Bychto, M. Maliński, A. Patryn, M. Tivanov, and V. Gremenok, "Determination of the optical absorption spectra of thin layers from their photoacoustic spectra," *Opt. Mater.*, vol. 79, pp. 196–199, May 2018. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2018.03.043>



Este texto está protegido por una licencia [Creative Commons 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Usted es libre para Compartir —copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato— y Adaptar el documento —remezclar, transformar y crear a partir del material— para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:

Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

[Resumen de licencia](#) - [Texto completo de la licencia](#)



Sistema de monitoreo en tiempo real de pH basado en tecnología ZigBee para granjas de camarones, caso de estudio: San Felipe B.C.

Real-time pH monitoring system based on ZigBee technology for shrimp farms, case study: San Felipe B.C.

Germán Rodríguez Ávila¹ , Rafael Iván Ayala Figueroa² , Verónica Quintero Rosas¹ , Vidblain Amaro Ortega¹ , Mario Alberto Camarillo Ramos² , Marisela Ponce Millanes² ,

¹Departamento de sistemas y computación, Instituto Tecnológico de Mexicali, Av., Tecnológico S/N CP 21376 colonia Elías Calles, Mexicali Baja California, México

²Departamento de Eléctrica Electrónica, Instituto Tecnológico de Mexicali, Av., Tecnológico S/N CP 21376 colonia Elías Calles, Mexicali, Baja California, México

Autor de correspondencia: German Rodríguez Ávila, Departamento de sistemas y computación, Instituto Tecnológico de Mexicali, Av., Tecnológico S/N CP 21376 colonia Elías Calles, Mexicali Baja, California, México. E-mail: yerman@itmexicali.edu.mx. ORCID: 0000-0002-8927-0124.

Recibido: 26 de Febrero del 2020

Aceptado: 26 de Agosto del 2020

Publicado: 24 de Diciembre del 2020

Resumen. - *Se presenta una solución en el monitoreo de las condiciones del pH del agua para reducir la mano de obra y la mortalidad en los cultivos de camarones en el puerto de San Felipe B.C. Se utilizó una red de sensores inalámbricos basada en ZigBee para monitorear las condiciones críticas y todos los procesos de control donde realizaron con la ayuda de una serie de microcontroladores PIC16F886 incluyendo código en C en tiempo real. Este sistema es capaz de recopilar y presentar datos en una interfaz gráfica de usuario (GUI) local. También permite al usuario obtener información actualizada del sensor de pH vía web y en una aplicación móvil basada en Android, a través de la conectividad a Internet o en cualquier momento mediante alertas que recibe el usuario al correo electrónico. De este modo, el sistema minimiza los efectos negativos que causa el cambio repentino del valor del pH del agua en los camarones, reduce la mano de obra de las granjas. Debido a eso, el sistema propuesto ahorra el costo de contratar mano de obra y el uso de electricidad. El diseño es de bajo costo que funcionara mejor para las operaciones en la acuicultura de tamaño pequeño a mediano, ya que no requiere ninguna modificación en lo absoluto del estanque.*

Palabras clave: ZigBee; Acuicultura; Sensor de redes inalámbricas; Tiempo real.

Abstract. - *A solution is presented in the monitoring of water pH conditions to reduce labor and mortality in shrimp crops in the port of San Felipe B.C. A wireless sensor network based on ZigBee was used to monitor the critical conditions and all the control processes where they were carried out with the help of a series of PIC16F886 microcontrollers including real-time C-code. This system can collect and presenting data in a local graphical user interface (GUI). It also allows the user to obtain updated information of the pH sensor via the web and in an Android-based mobile application, through Internet connectivity or at any time by means of alerts that the user receives to the email. In this way, the system minimizes the negative effects caused by sudden changes in the pH value of water in shrimp, reduces farm labor. Because of that, the proposed system saves the cost of hiring labor and the use of electricity. The design is low cost that will work best for small to medium sized aquaculture operations, since it does not require any modification of the pond at all.*

Keywords: ZigBee; Aquaculture; Wireless sensor networks; Wireless sensor networks; Real time.



1. Introducción

En los últimos años, el desarrollo de la camaronicultura ha aumentado. El cultivo exitoso de camarones depende de la gestión y el monitoreo del pH del agua del estanque. Actualmente, los agricultores monitorean las condiciones ambientales del estanque de forma manual e irregular [1], principalmente de acuerdo con la experiencia de ellos, se requiere mucho tiempo y es costosa en términos de mano de obra. El monitoreo solamente se realiza cuando el agricultor ha descubierto que los valores de pH que están establecidos en un rango de 0-14, cambian drásticamente, es decir cuando los valores de pH bajan de 7; cuando se produce este fenómeno, el procedimiento para equilibrar de nuevo el pH del agua se convierte en una tarea compleja y costosa. Esto ocurre por un monitoreo ineficaz.

Recientemente, se cerraron varias granjas de camarones y se está aplicando la automatización de la industria dedicada a acuicultura. Sin embargo, estos modelos requieren un enorme costo de inversión inicial y solo son adecuados para empresas agrícolas a gran escala [2]. Estos modelos están más allá de la capacidad de inversión de las granjas camaroneras de pequeña y mediana escala porque se requiere rehabilitación y reconstrucción de todo el sistema de estanques. Soonhee Han ha diseñado y construido un sistema de monitoreo ambiental para granjas agrícolas [3], y envía alertas cuando los factores ambientales ya no pueden ser garantizados. Sin embargo, este sistema se basa en una red cableada, por lo que la transmisión no solo es problemática, sino que también es difícil de expandir.

La camaronicultura en México ocupa el séptimo lugar en el mundo en producir camarones de granja según la revista Forbes en el 2018 [10]. Debido a esto, cada vez se ha dado un mayor

énfasis en el desarrollo de tecnología que ayude a la supervivencia del camarón.

La acuicultura no puede quedarse fuera de los avances tecnológicos ofrecidos alrededor del mundo. Además, la necesidad de asegurar el suministro de alimento ha ido incrementando debido a la sobrepoblación, lo cual se han buscado crear sistemas que satisfagan esta necesidad.

Al examinar las necesidades reales de las pequeñas granjas camaroneras, se descubrió que automatizar algunas tareas, nos permite no solo resolver el problema de los recursos humanos poco eficaces sino también minimizar el consumo de energía. La investigación confirma que los factores como el pH y los niveles de oxígeno disuelto en el agua son particularmente importantes, como lo indican los experimentos de Hugues L y Eric Bernard [2] que obtuvieron como resultado del estudio de 70 estanques, que el parámetro de pH es significativo para la sobrevivencia de los camarones tanto en el mar como en granjas de camarones. Con base en la información recopilada, se propone un sistema de bajo costo, que es realmente interactivo y fácil de usar para monitorear los estanques de los camarones. El sistema cuenta con las siguientes características:

- *Monitoreo continuo:* El sistema monitorea y registra la calidad del agua durante todo el día, basada en una red inalámbrica de ZigBee que proporciona datos continuos que puede usarse para identificar tendencias y mejorar producción. El monitoreo es escalable con cualquier sensor que mida algún parámetro del ambiente ya sea temperatura, oxígeno, etc. pero se usó un sensor que registra el parámetro del pH. Con ayuda de programación y acceso a internet se pueden almacenar los datos en una base de datos SQL en la nube.
- *Tiempo real:* El sistema está integrado a un algoritmo en tiempo real (STR) basada en prioridades (Rate Monotonic, RM [4] o Deadline Monotonic, DM [5])



- Nodo publicación

Figura 1. Diagrama general del Sistema de monitoreo de pH.

Con el fin de mantener concentraciones favorables de pH, se ha desarrollado este prototipo el cual consiste en tres modelos de nodos:

- Nodo sensor
- Nodo coordinador

El nodo sensor se compone de los siguientes elementos: el sensor de pH con un costo de \$500 pesos mexicanos, microcontrolador PIC16F886, un radio XBee modelo pro S2C con un costo de \$800 pesos. El sensor utilizado en el prototipo es de pH analógico que se muestra en la figura 3, el cual mediante un conector BNC se conecta al circuito figura 2

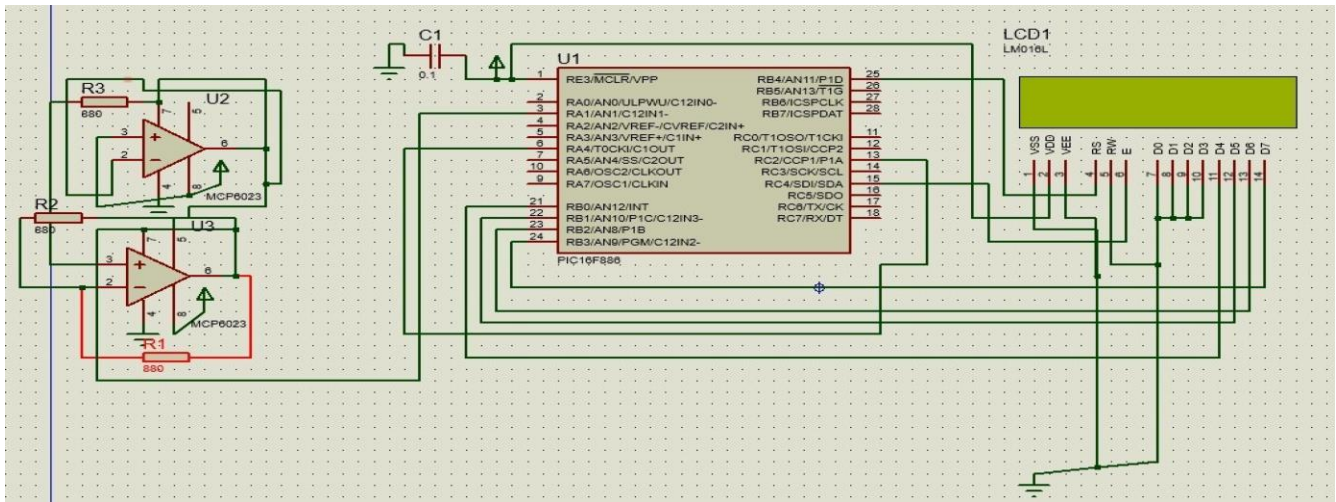


Figura 2. Diagrama general del circuito.

Primero, se creó una red inalámbrica con los dispositivos XBee (nodo sensor) para recopilar información en cada estanque, este nodo se utiliza para obtener la información crítica del valor de pH.



Figura 3. Sensor analógico de pH.

La implementación de tiempo-real PREEMPT—RM [3], se realizó un código en lenguaje C, el cual consiste en 3 hilos POSIX; el primer hilo es el más prioritario, lee periódicamente de un puerto las mediciones del sensor de pH y guarda el valor más reciente en una variable, cuando el valor registrado por el sensor sobrepase un umbral definido anteriormente mandará un mensaje de alerta. El segundo hilo, de prioridad intermedia, tan solo hace cálculos matemáticos con tres ciclos anidados. El tercer hilo, el de menor prioridad toma el valor de medición obtenía en el hilo 1 y lo almacena en un arreglo. Se utilizó el protocolo Rate Monotonic y el



protocolo PIP para administrar el acceso a la variable compartida.

El nodo coordinador consta de los elementos como el XBee pro S2C configurado como coordinador con el software XCTU. El objetivo del nodo coordinador es recibir los datos enviados por el nodo sensor, para descargarlos a una PC para su almacenamiento el cual lo realiza con el código en C mencionado anteriormente.

En el nodo de publicación, los datos monitoreados se muestran en una interfaz de ventana de desarrollo con Visual Code. Los parámetros recibidos por el nodo de publicación se muestran en tiempo real, y se envían a un servidor Web para su almacenamiento como observa en la figura 4.

...:Monitoreo de pH "Granjas de Camarones San Felipe B.C":...

Range A:
 Range B:

Show entries Search:

ID	Ph	Date
1	5.37	2019-07-15 11:42:10
2	5.33	2019-07-15 11:50:30
3	5.52	2019-07-15 11:58:51

Figura 4. Página Web del monitoreo de pH fuente: <http://cachanilla.itmexicali.edu.mx/xbee/muestraTemp.php>.

Todos los protocolos inalámbricos utilizados para comunicarse entre los nodos en los sistemas de red del sensor se basan en el estándar IEEE 802.11.4 (ZigBee) que se utilizó para este prototipo porque requiere un bajo consumo de energía [9].

4. Resultados

Para probar el rendimiento del sistema de monitoreo y control, se realizaron experimentos locales y en una granja de camarones en el puerto de San Felipe B.C, que son una granja de

camarones industrial pequeña como se observa en la figura 5.



Figura 5. Granja de camarones en el Puerto de San Felipe B.C.

Los datos monitoreados y almacenados a lo largo de las pruebas son una gran fuente de información que permite observar el comportamiento del parámetro de interés, es este caso el pH. Para el análisis se utilizó una muestra de 600 datos, recabados utilizando un muestreo aleatorio.

Los datos obtenidos por el sensor de pH nos arrojan una media de 7.56, desviación estándar de 0.39, máximo de 8.41 y mínimo de 5.8 con N=600 con un intervalo de tiempo de 8 minutos por cada lectura obtenida. El mayor número de observaciones se encuentra en el intervalo de clase de 7 a 7.5 y 7.5 a 8 con 45% y 35% respectivamente del total de las observaciones como se muestra en la figura 6. De acuerdo con la curva del histograma los datos se ajustan a una



distribución lógica. El pH del agua en un estanque de cultivo debe estar entre 7.0 a los 9.0 puntos para que se considere como franja óptima de producción [3], solo el 3.33% de las observaciones caen en el intervalo de 5 a 7.

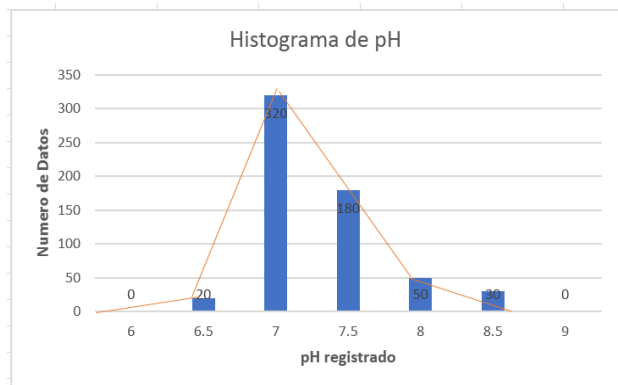


Figura 6. Histograma de pH.

5. Conclusiones

Se muestra el diseño y el funcionamiento del prototipo de monitoreo inalámbrico de parámetros de calidad del agua en una granja de camarón utilizando tecnología ZigBee y sistemas de tiempo real. Las características más sobresalientes de este prototipo es que está elaborado con sistema que convino un sistema de tiempo real y tecnología inalámbrica basada en ZigBee. Este prototipo es una opción más para los productores de granjas de camarones a pequeña escala que necesitan un prototipo de monitoreo de pH de confianza y de bajo costo en sus granjas para las buenas prácticas de cultivo y supervivencia del camarón.

Este sistema informará al acuicultor los cambios críticos de pH del agua de los estanques de camarones de inmediato, lo que permitirá al acuicultor tomar mejores decisiones respecto al pH del cultivo del camarón.

El sistema también tiene una gran escalabilidad para los hogares o las empresas agrícolas a mayor escala. Actualmente, se continúa probando el

sistema con más variables como, el oxígeno y la temperatura.

Como trabajo futuro se pretende añadir un sistema de control al sistema actual, esto con el fin de mantener en optimas condiciones la calidad del agua de los camarones.

Referencias

- [1] L. H. N. Kha, T. Hieu, "A versatile, low power on monitoring and control system for shrimp farms based on NI myRIOand ZigBee network," 2015 International Conference on Computation of Power, Energy, Information and Communication (ICCPEIC), Chennai, 2015, pp. 0282-0287, <https://ieeexplore.ieee.org/document/7259476/>
- [2] S. Han, Y. Kang, K. Park and M. Jang, "Design of Environment Monitoring System for Aquaculture Farms," 2007 Frontiers in the Convergence of Bioscience and Information Technologies, Jeju City, 2007, pp. 889-893, <https://ieeexplore.ieee.org/document/4524224>
- [3] H. Lemonnier, E. Bernard, E. Boglio and C. Goarant. "Influence of sediment characteristics on shrimp physiology: pH as principal effect", Aquaculture, Vol. 240 (1–4), Pp. 297-312, 2004 <https://doi.org/10.1016/j.aquaculture.2004.07.001>
- [4] C. L. Liu and J. W. Layland, "Scheduling Algorithms for Multiprogramming in a Hard Real-Time Environment," Journal of the ACM, vol. 20, pp. 46-61, 1973. <https://doi.org/10.1145/321738.321743>
- [5] N. C. Audsley, A. Burns, M. F. Richardson, and A. J. Wellings, "Hard Real-Time Scheduling: The Deadline Monotonic Approach," in Proceedings 8th IEEE Workshop on Real-Time Operating Systems and Software, Atlanta, GA, USA 1991. [https://doi.org/10.1016/S1474-6670\(17\)51283-5](https://doi.org/10.1016/S1474-6670(17)51283-5)



[6] FAO en México. 2016. Visible body: Acuicultura en México crecerá más de 50% en 2025. Recuperado de

<https://www.fao.org/mexico/noticias/detail-vents/es/c/425841/?fbclid=IwAR3sXtm8eW9-MBC1W0Mnrkt8LB5qoM8bKioWBeD8D0HtSQEVFgOUtwxTM>.

[7] N. N. Tang, "Automated monitoring and control system for shrimp farms based on embedded system and wireless sensor network," 2015 IEEE International Conference on Electrical, Computer and Communication Technologies (ICECCT), Coimbatore, 2015, pp. 1-5,

<https://ieeexplore.ieee.org/document/7226111/>

[8] J. R. S. Charoenpanyasak, W. Suntiamorntut, "Smart shrimp hatchery using Mikros platform,"

2011 4th Joint IFIP Wireless and Mobile Networking Conference (WMNC 2011), Toulouse, 2011, pp. 1-5, <https://ieeexplore.ieee.org/document/6097227>

[9] A. Dementyev, S. Hodges S. Taylor, J. Smith, "Power consumption analysis of Bluetooth Low Energy, ZigBee and ANT sensor nodes in a cyclic sleep scenario," 2013 IEEE International Wireless Symposium (IWS), Beijing, 2013, pp. 1-4,

<https://ieeexplore.ieee.org/document/6616827>

[10] V. Mendoza, "Así es como México siembra y cosecha camarones en Sinaloa", 2018. Forbes. Recuperado:

<https://www.forbes.com.mx/camarones-de-granja-vencen-captura-tradicional/>

Derechos de Autor (c) 2022 Germán Rodríguez Ávila, Rafael Iván Ayala Figueroa, Verónica Quintero Rosas, Vidblain Amaro Ortega, Mario Alberto Camarillo Ramos, Marisela Ponce Millanes



Este texto está protegido por una licencia [Creative Commons 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Usted es libre para Compartir —copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato— y Adaptar el documento —remezclar, transformar y crear a partir del material— para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:







Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

[Resumen de licencia](#) - [Texto completo de la licencia](#)



Temperature effect on the porosity of hydroxyapatite scaffolds and its use in tissue engineering

Efecto de la temperatura sobre la porosidad de andamios de hidroxapatita y su uso en ingeniería de tejidos

Vareska Lucero Zarate-Córdova¹ , Mercedes Teresita Oropeza-Guzmán² , Eduardo Alberto López-Maldonado³ , Ana Leticia Iglesias¹ , Theodore Ng⁴, Eduardo Serena-Gómez⁵, Graciela Lizeth Pérez-González^{1,3} , Luis Jesús Villarreal-Gómez^{1,3} 

¹Facultad de Ciencias de la Ingeniería y Tecnología, Universidad Autónoma de Baja California, Tijuana, Baja California, México.

²Centro de Graduados, Instituto Tecnológico de Tijuana, Tijuana, Baja California, México.

³Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería, Universidad Autónoma de Baja California, Tijuana, Baja California, México.

⁴Oakland Oral and Maxillofacial Surgery, Oakland, California, United States.

⁵Facultad de Ciencias de la Salud, Universidad Autónoma de Baja California, Tijuana, México.

Corresponding author: Dr. Luis Jesús Villarreal Gómez, Facultad de Ciencias de la Ingeniería y Tecnología, Universidad Autónoma de Baja California, Tijuana, México. Blvd. Universitario #1000. Unidad Valle de las Palmas. Tijuana, Baja California, México. Postal Code: 22260. E-mail: luis.villarreal@uabc.edu.mx. ORCID: 0000-0002-4666-1408.

Recibido: 8 de Septiembre del 2020

Aceptado: 27 de diciembre del 2020

Publicado: 28 de Diciembre del 2020

Abstract. – *The search for a suitable bone replacement is of great importance due to the difficulty to use autologous transplants. Hence, the objective of this work is to compare the temperature effect on the porosity and average pore diameter of hydroxyapatite porous scaffolds fabricated by the salt leaching method. Hydroxyapatite porous scaffolds fabricated by the salt leaching technique were sintered from ~150 to 1000 °C. Synthesized hydroxyapatite was assessed by X-ray diffraction (XRD). Zeta potential at different temperatures was evaluated. Specimens were characterized using scanning electron microscopy (SEM) and Raman analysis. The results showed that significant porosity (57%) and pore size (49 μm) occurred with a thermal treatment above ~ 850 °C for scaffolds that were pre-sintered at 1050 °C.*

Keywords: Hydroxyapatite; porous scaffold; salt leaching method.

Resumen. - *La búsqueda de un reemplazo óseo adecuado es de gran importancia debido a la dificultad de utilizar trasplantes autólogos. Es por esto, que el objetivo de este trabajo es comparar el efecto de la temperatura sobre la porosidad y el diámetro promedio de poro fabricados con el método de lixiviación de sales, siendo sinterizados desde ~150 a 1000 °C. Los andamios fabricados de hidroxapatita fueron evaluados con difracción de rayos X (XRD). El potencial zeta fue evaluado a diferentes temperaturas. Los especímenes fueron caracterizados utilizando microscopía electrónica de barrido (SEM) y análisis Raman. Los resultados mostraron que la porosidad importante (57%) y tamaño de poro (49 μm) ocurren con un tratamiento térmico superior a ~ 850 °C para andamios que fueron pre-sinterizados a 1050 °C.*

Palabras clave: Hidroxapatita; andamios porosos; método de lixiviación de sales.

1. Introduction

In tissue engineering applications, autologous bone grafting procedure is the current treatment for bone injuries, but this procedure has several limitations, which include additional surgical procedures, chronic pain after surgery, donor site morbidity and lack of tissue availability [1]. To overcome the problems associated with autograft use, alloplastic materials have been developed. Alloplastics are materials with unlimited availability, no risk of disease transmission and osteoconductive properties [2]. The most common alloplastic material used in biomedical applications is hydroxyapatite [3].

The use of hydroxyapatite as porous scaffolds or as a bioactive coating material in medical devices is justified because ceramics resist oxidation and corrosion in the physiological environment and possess great resistance to friction and wear; however, hydroxyapatite by itself has poor biomechanical properties, its ability to withstand flexion and compression stresses is very low, causing it to fracture easily. Given these drawbacks, in recent decades several organic compounds of the extracellular matrix such as fibronectin, vitronectin, osteopontin, growth factors and type I collagen, among others, have been added to hydroxyapatite coatings in order to improve osteoconduction, cell adhesion and the mechanical properties of the coating [4-9]. A relatively new promising material that can improve the mechanical properties of the coating is graphene [10], since it has great flexibility and mechanical rigidity, in addition to its properties as an electrical conductor that could help coating methods based on voltage, such as electrodeposition and electrophoresis [11, 12].

It has been reported that the most suitable pore size for optimal vascularization is 100-500 μm , which also provides an area of adhesion to osteogenic cells [13, 14], and that percentage porosity values above 10% in ceramic materials indicate pore interconnectivity, the more

percentage of porosity, the more probability of pore interconnection. The porosity values present in trabecular bone vary between 30 and 90% with interconnected porosity between 50 and 90%. The more porosity and interconnectivity, the more ease of cell proliferation and migration, as well as greater nutrient transport [15].

The objective of this work is to compare the temperature effect on the porosity and average pore diameter of HAp porous scaffolds manufactured by the salt leaching method, where this technique is easy to perform, affordable and promotes the porosity of a compressed inorganic powder as hydroxyapatite.

2. Methodology

2.1. Materials

Distilled water (H_2O) (Arrowhead), 85% phosphoric acid (H_3PO_4), calcium hydroxide ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) and potassium chloride (KCl) were obtained from Fermont and used as received.

2.2. Hydroxyapatite (HAp) synthesis

Hydroxyapatite powder (HAp) was synthesized using the methodology reported by Guillen-Romero, L, et al. [16], where an H_3PO_4 solution was blended with $\text{Ca}(\text{OH})_2$ w/v in a relation 1:1.67 with a constant stirring during 7 days. After that, the solution was washed 3 times by centrifugation at 3000 rpm for 5 min. The pellet was resuspended and filtered off through Buchner funnel and washed again with ethanol. The filtered sample was left to dry at 80 °C for 5 days in an oven. Finally, half a gram of the resulting HAp was sintered at four different temperatures (~150 °C, ~450 °C, ~850 °C and ~1000 °C) for 2 h to observe the influence of the temperature on the fabrication of the sintered hydroxyapatite (sHA) scaffolds [16, 17].

2.3. HAp and sHA porous scaffold preparation

Potassium chloride (KCl) was added to HAp and sHA in a KCl/HAp-sHA (1/1.85 w/w). The mixture was homogenized by grinding them together in a porcelain mortar. Then, the samples were compacted using a hydraulic press into cylindrical scaffolds with a force of 5000 lbs for 2 min. HAp and sHA scaffolds were sintered in different temperatures ranging from ~150 to 1000 °C for 2 h in an oven. Finally, HAp and pHA scaffolds were placed in a drip leaching system. The volume of liquid solvent used in the leaching process was 10 mL of distilled water for all samples. All sHA scaffolds disintegrated in contact with water during the drip leaching process. However, HAp scaffolds maintained their consistency. For this reason, the drip-leaching process was only applied to the HAp scaffolds [16, 18].

2.3. Analysis characterization

2.3.1. X-ray diffraction (XRD)

The equipment used for this analysis was the Bruker D8 Advance diffractometer, with the powder methodology. A metallic holder was used, and was set with few samples, enough to cover the surface of the holder (1 cm length x 3 mm width). After that, the holder was located inside the equipment with the following conditions: 15 and 30 rpm, lamp of copper (Cu) at 30 kV [16].

2.3.2. Raman spectroscopy

In the case of Raman spectroscopy, it was analyzed using an FRA 106/S FT-Raman, Bruker with an Nd: Y AG laser source operating at 1200 nm with a 180° back scattering geometry, spectral width 1 cm⁻¹, and power of the laser beam 250 mW reaching the sample [19].

2.3.3. Scanning electron microscopy (SEM)

Specimens were characterized by scanning electron microscopy (SEM). SEM images were obtained using secondary electron detector (SED). Percentage of porosity and average pore diameter were measured using the software Fiji ImageJ using images with a magnification of 1000 x.

2.3.4. Z potential studies

A Z potential analysis was performed using the HORIBA SZ-100 zetameter by taking 1 mg of the hydroxyapatite, 1 mmol of KCl and dissolving them in 100 mL of 70% ethanol using the BRANSONIC 2510R-MT sonifier. To determine the particle size, the same equipment was used with a solution of 10 mg in 100 mL of ethanol. Both Z potential and particle size analysis of HAp treated at different temperatures were also determined. For that, 1 gr of HAp, 0.001 mol of KCl and 100 mL of 70 % ethanol were used in order to make the Z potential analysis and 10 mL of HAp with 100 mL of ethanol were used in the particle size analysis. Misonix Branson 2510R-MT ultrasonic cleaner was used to mix the samples [16].

3. Results and Discussions

3.1. Raman spectroscopy

The Raman spectrum showed in figure 1, that the obtained signals are according with literature [16-18], demonstrating the HAp presence in the samples, validating its synthesis.

In the Raman spectra all signals were assigned to the internal vibrational modes of the PO₄⁴⁻ group. The intense signal at 960 cm⁻¹ matches with the symmetric stretching mode ν_1 of the tetrahedron PO₄⁻³ group (P-O bond); the weak peak around 600 cm⁻¹ is assigned to the triple bending mode ν_4 of PO₄⁻³ (O-P-O bond); the double degenerative bending mode ν_2 of the PO₄⁻³

group (O-P-O bond) can be observed as a medium peak at 440 cm^{-1} [19-21].

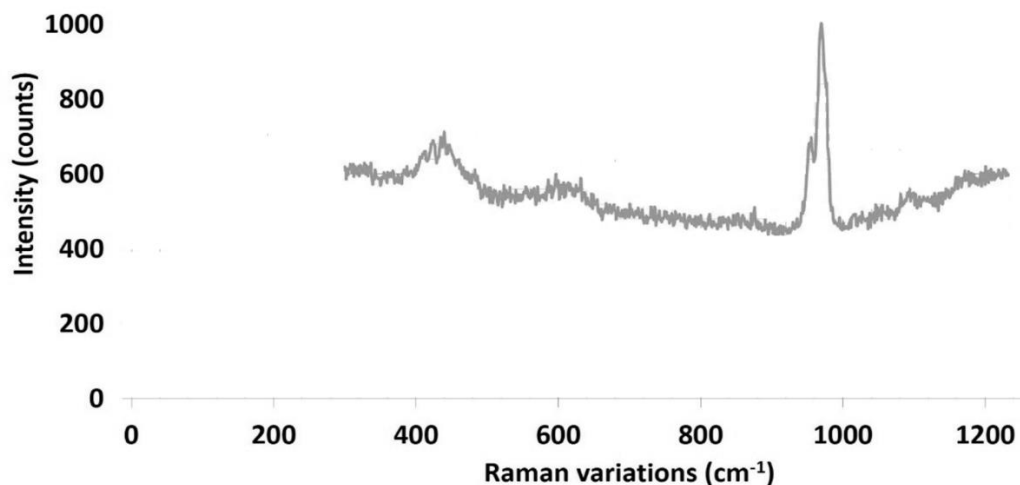


Figure 1. Raman spectrum of hydroxyapatite.

3.2. X-ray diffraction (XRD) analysis

Figure 2, shows the diffraction pattern, were 4 greater signals of intensity located at the left of the spectra between the angular zone $20 < 2\theta < 80$ were assigned corresponding to the Miller indexes of (002), (211), (112), (300) (red circle). Despite that those indices are attributed to

hydroxyapatite, the lack of separated signals with lower strength indicate a low crystallinity [18, 22, 23]. However, a comparison between the obtained HAp patterns with JCPDS 09-432 file shows that HAp obtained in this work represents the typical hydroxyapatite sign.

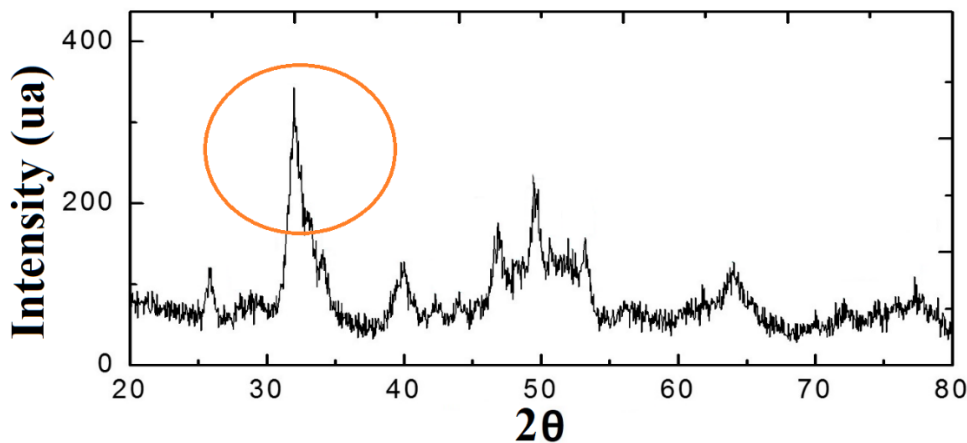


Figure 2. XRD spectrum of HAp. JCPDS 009-0432.

3.3. Scanning electron microscope (SEM)

The microstructure of HAp and sHA porous scaffolds was examined using scanning electron microscopy “figure 3 A-C” and “figure 3 E-G”

respectively. The heat treatment applied to HAp and sHA scaffolds were carried out using temperatures from ~ 150 to $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Porosity and pore size were estimated using the ImageJ software “table 1”.

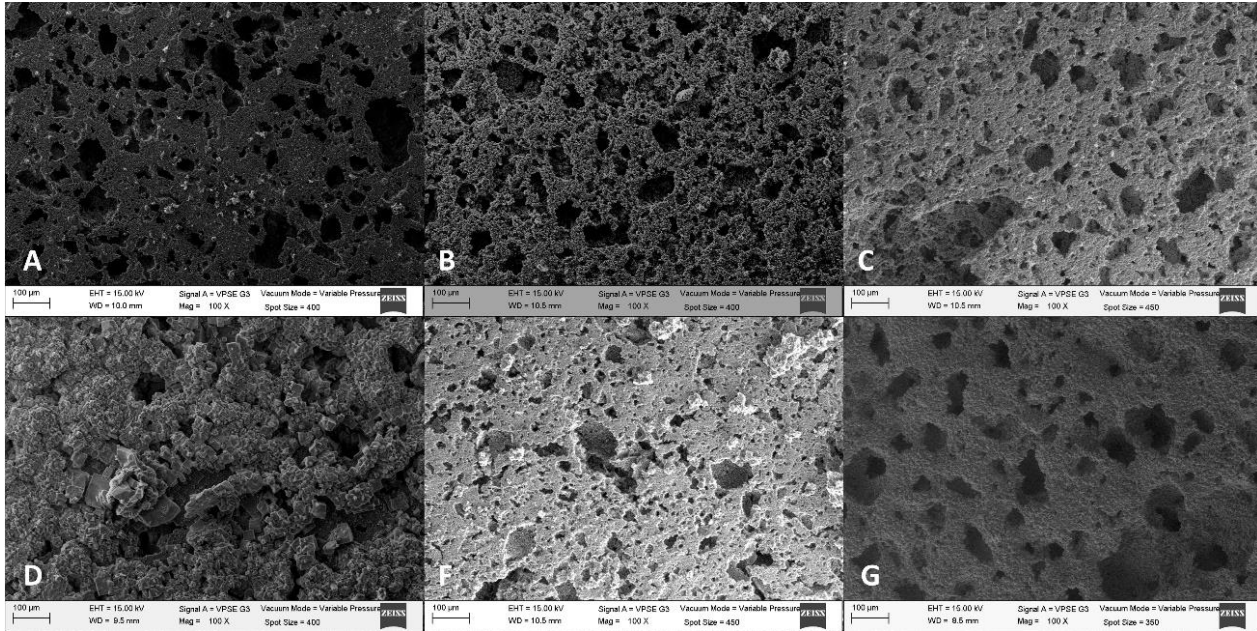


Figure 3. Micrographies of sHA scaffolds with different heat treatment for 2 hours at 15 KV of magnification. (A) ~150 °C at 2 h (B) ~850 °C at 2 h (C) ~1000 °C at 2 h (D) ~150 °C at 24 h (E) ~850 °C at 24 h (F) ~1000 °C at 24 h.

Table 1. Temperature effect on the porosity and average pore diameter of HA porous scaffolds. HAp (hydroxyapatite without sintering) sHA (hydroxyapatite sintered at 1000 °C).

Sample	Porosity %	Average pore diameter µm	Min	Max
HAp 150	13	70 ±41	25	169
HAp 850	57	43 ±37	10	248
HAp 1000	52	100 ±64	19	308
sHA 150	50	47 ±27	9	163
sHA 850	57	49 ±28	11	151
sHA 1000	49	48 ±34	9	186

“Table 1” shows the effect of temperature on the sHA. Porous scaffolds at ~150 °C produced less percentage of porosity than the other two sHA scaffolds exposed at ~850 and ~1000 °C. Both porosity and average pore diameter of HAp and sHA scaffolds treated at ~850 °C showed great similarity. A porosity of 57 % was obtained in HAp and sHA scaffolds treated at 850 °C.

Based on the results obtained by scanning electron microscopy, it is concluded that all specimens that were evaluated presented pore interconnectivity based in the fact that

percentage porosity in both HAp and sHA scaffolds were above 10 %. According to some studies, porosity values above 10 % indicate interconnectivity between pores in ceramic materials [22] and a higher porosity translates into higher cellular proliferation and nutrient transport.

In addition, microporosity and macroporosity was perceived in all samples. Pores between 9 and 308 µm were found. Sequeda reported that the most suitable pore size range for ease of cell

proliferation and migration varies between 100-500 μm [23].

Thermal treatment at higher temperature ($\sim 1000^\circ\text{C}$) of HAp scaffolds resulted in a

considerable increase of average pore diameter compared with the rest. It can be observed, that the particle size of HAp decreases when the temperature increment. The particle size results are shown in “table 2”.

Table 2. Particle size of hydroxyapatite (HA and HAS).

Sample	Particle size [μm]
No thermal treatment (HAp)	30 ± 3
sHA150 ($\sim 150^\circ\text{C}$)	12 ± 1
sHA450 ($\sim 450^\circ\text{C}$)	11 ± 0.4
sHA850 ($\sim 850^\circ\text{C}$)	11 ± 0.5
sHA1000 ($\sim 1000^\circ\text{C}$)	8 ± 0.2

Brown, C. et al., 2015, demonstrated that particle size its an important factor that impact stem cell differentiation through cell–cell and cell–matrix interactions [24]. With the thermal treatments of the sHA it was achieved a low particle size diameter ($\sim 8\text{-}12 \mu\text{m}$), which are interesting sizes for tissue engineering [24]. At $\sim 1000^\circ\text{C}$ where obtained the lowest particle size ($\sim 8 \mu\text{m}$). In the case of the particle size obtained ($\sim 30 \mu\text{m}$) from the HAp, its higher size can be attributed to the existence of coordinated H_2O molecules that remain when were allowed to dry at a temperature of $\sim 80^\circ\text{C}$. The particle size is suitable to use in coatings [16], because at a size of $10 \mu\text{m}$ allows cell adhesion, however, is not as feasible to be used in other medical applications, because the size of the particle would complicate

of the construction of seeding channels in the bone.

3.4. Z potential analysis

On the other hand, low zeta potentials values promote the differentiation of osteogenic cells at the surface’s material and negatively charged surfaces have excellent biocompatibility [25].

Table 3 show the lowest zeta potential results for HAp at higher temperature. At the opposing, the effect of heat temperature on HAp and sHA at $\sim 150^\circ\text{C}$ produced less percentage of porosity and higher zeta potential compared to ~ 850 and $\sim 1000^\circ\text{C}$ treatments. As a result, sHA scaffolds treated at $\sim 1000^\circ\text{C}$ can have potential properties for cell adhesion and proliferation [26-28].

Table 3. Z potential of Hydroxyapatite (HAp and sHA). Ethanol was used to prepared HA solutions for the Z potential analysis. All solutions were adjusted at pH of 7.5.

Sample	Z Potential [mV]	Electrophoretic movility [cm^2/Vs]	Conductivity [mS/cm]
No thermal treatment (HAp)	-18 ± 4	$-31 \cdot 10^{-6} \pm 7 \cdot 10^{-6}$	0.109
sHA150 ($\sim 150^\circ\text{C}$)	-19 ± 3	$-37 \cdot 10^{-6} \pm 7 \cdot 10^{-6}$	0.109
sHA450 ($\sim 450^\circ\text{C}$)	-22 ± 2	$-44 \cdot 10^{-6} \pm 3 \cdot 10^{-6}$	0.102
sHA850 ($\sim 850^\circ\text{C}$)	-15 ± 2	$-30 \cdot 10^{-6} \pm 5 \cdot 10^{-6}$	0.110
sHA1000 ($\sim 1000^\circ\text{C}$)	-27 ± 2	$-54 \cdot 10^{-6} \pm 4 \cdot 10^{-6}$	0.112

According to a study, the Z potential value for hydroxyapatite at this pH should be in the range of 15 mV as seen in the sintered sample at ~850 °C, however given the favorable results of the sample at ~1000 °C [16].

4. Conclusions

The porosity and average pore diameter of HA porous scaffolds fabricated by the salt leaching method can be controlled by thermal treatments. In this work, hydroxyapatite was successfully synthesized using the wet precipitation method. The higher porosity ratio was obtained at ~850 °C treatment, but lower Z potential of HAp was at ~1000 °C indicating that any of these two sHA sample can be adequate cell adhesion and proliferation properties. Further studies have to be done to find a balance with adequate % porosity and lower z potential.

Its important to denote, that all the obtained HAp and sHA scaffolds presented a superior porosity than 30 %, been suitable for trabecular bone replacement applications. Still, future tests are necessary to complement this study in order to propose these HAp and sHA scaffolds for tissue engineering applications.

5. Acknowledgments

The authors are grateful to Universidad Autónoma de Baja California, with the registered SICASPI-UABC project 351/2420. Moreover, the authors thanks to Alan Saul Alvarez Suarez for revision of the English in the manuscript.

References

[1] K. Yang et al., “ β -Tricalcium phosphate/poly (glycerol sebacate) scaffolds with robust mechanical property for bone tissue engineering,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 56, pp. 37–47, Nov. 2015. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2015.05.083>.
[2] Z. Sheikh, C. Sima, and M. Glogauer, “Bone Replacement Materials and Techniques

Used for Achieving Vertical Alveolar Bone Augmentation,” *Materials*, vol. 8, no. 6. 2015. <http://dx.doi.org/10.3390/ma8062953>.

[3] J. Lindhe. *Periodontologia Clinica E Implantologia Odontologica. Médica Panamericana*; 2009. <https://books.google.com.mx/books?id=69zuJ1qspGwC>.

[4] L. J. Villarreal-Gómez et al., “Biocompatibility evaluation of electrospun scaffolds of poly (L-Lactide) with pure and grafted hydroxyapatite,” *J. Mex. Chem. Soc.*, vol. 58, no. 4, pp. 435–443, 2014. <http://dx.doi.org/10.29356/jmcs.v58i4.53>.

[5] G. Hannink and J. J. C. Arts, “Bioresorbability, porosity and mechanical strength of bone substitutes: What is optimal for bone regeneration?” *Injury*, vol. 42, pp. S22–S25, Dec. 2016. <http://dx.doi.org/10.1016/j.injury.2011.06.008>.

[6] C. T. I. Reviews, *Biomaterials Science, An Introduction to Materials in Medicine*. Cram101, 2016. <https://books.google.com.mx/books?id=TdrIAQAAQBAJ>.

[7] R. Bosco, J. Van Den Beucken, S. Leeuwenburgh, and J. Jansen, “Surface Engineering for Bone Implants: A Trend from Passive to Active Surfaces,” *Coatings*, vol. 2, no. 3. 2012. <http://dx.doi.org/10.3390/coatings2030095>.

[8] L. J. Villarreal-Gómez et al., *In vivo* biocompatibility of dental scaffolds for tissue regeneration, vol. 976. 2014. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.976.191>.

[9] K. Kuroda and M. Okido, “Hydroxyapatite Coating of Titanium Implants Using Hydroprocessing and Evaluation of Their Osteoconductivity,” *Bioinorg. Chem. Appl.*, vol. 2012, no. 1, pp. 1–7, 2012, doi: <http://dx.doi.org/10.1155/2012/730693>.

[10] C. Berger et al., “Ultrathin Epitaxial Graphite: 2D Electron Gas Properties and a Route toward Graphene-based Nanoelectronics,” *J. Phys. Chem. B*, vol. 108, no. 52, pp. 19912–

- 19916, Dec. 2004.
<http://dx.doi.org/10.1021/jp040650f>.
- [11] L. Chen, Y. Tang, K. Wang, C. Liu, and S. Luo, "Direct electrodeposition of reduced graphene oxide on glassy carbon electrode and its electrochemical application," *Electrochem. commun.*, vol. 13, no. 2, pp. 133–137, Feb. 2011.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.elecom.2010.11.033>.
- [12] J. Shi, X. Li, G. He, L. Zhang, and M. Li, "Electrodeposition of high-capacitance 3D CoS/graphene nanosheets on nickel foam for high-performance aqueous asymmetric supercapacitors," *J. Mater. Chem. A*, vol. 3, no. 41, pp. 20619–20626, 2015.
<http://dx.doi.org/10.1039/C5TA04464B>.
- [13] A. Di Luca et al., "Gradients in pore size enhance the osteogenic differentiation of human mesenchymal stromal cells in three-dimensional scaffolds," *Sci. Rep.*, vol. 6, p. 22898, Mar. 2016.
<http://dx.doi.org/10.1038/srep22898>.
- [14] C. M. Murphy and F. J. O'Brien, "Understanding the effect of mean pore size on cell activity in collagen-glycosaminoglycan scaffolds," *Cell Adh. Migr.*, vol. 4, no. 3, pp. 377–381, Dec. 2010.
<http://dx.doi.org/10.4161/cam.4.3.11747>.
- [15] P. Kasten, I. Beyen, P. Niemeyer, R. Luginbühl, M. Böhner, and W. Richter, "Porosity and pore size of β -tricalcium phosphate scaffold can influence protein production and osteogenic differentiation of human mesenchymal stem cells: An in vitro and in vivo study," *Acta Biomater.*, vol. 4, no. 6, pp. 1904–1915, Nov. 2008.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.actbio.2008.05.017>.
- [16] L. D. Guillen-Romero et al., "Synthetic hydroxyapatite and its use in bioactive coatings," *J. Appl. Biomater. Funct. Mater.*, vol. 17, no. 1, 2019.
<http://dx.doi.org/10.1177/2280800018817463>.
- [17] J. Wosek, "Fabrication of Composite Polyurethane/Hydroxyapatite Scaffolds Using Solvent-Casting Salt Leaching Technique," *Advances in Materials Science*, vol. 15, p. 14, 2015.
<http://dx.doi.org/10.1515/adms-2015-0003>.
- [18] S. Frago Angeles, R. Vera-Graziano, G. L. Pérez González, A. L. Iglesias, L. E. Gómez Pineda, and L. J. Villarreal-Gómez, "Síntesis y Caracterización de Hidroxiapatita Sintética para la Preparación de Filmes de PLGA/HAP con Potencial Uso en Aplicaciones Biomédicas," *ReCIBE*, vol. 7, no. 2, pp. 93–116, 2018.
<http://recibe.cucei.udg.mx/ojs/index.php/ReCIB/E/article/view/94>.
- [19] S. Koutsopoulos, "Synthesis and characterization of hydroxyapatite crystals: a review study on the analytical methods". *J Biomed Mater Res*. Vol. 62, Pp. 600–612, 2002.
<https://doi.org/10.1002/jbm.10280>
- [20] A.F. Khan, M. Awais, A.S. Khan, "Raman spectroscopy of natural bone and synthetic apatites". *Appl Spectrosc Rev*. Vol. 48, Pp. 329–355, 2013.
<https://doi.org/10.1080/05704928.2012.721107>
- [21] G.R. Sauer, W.B. Zunic, J. R. Durig, "Fourier transform Raman spectroscopy of synthetic and biological calcium phosphates". *Calcif Tissue Int*. Vol. 54, Pp. 414, 1994.
<https://doi.org/10.1007/BF00305529>
- [22] A.-J. Wang et al., "Effect of sintering on porosity, phase, and surface morphology of spray dried hydroxyapatite microspheres," *J. Biomed. Mater. Res. Part A*, vol. 87A, no. 2, pp. 557–562, 2008, <http://dx.doi.org/10.1002/jbm.a.31895>.
- [23] S. V Dorozhkin, "Calcium orthophosphate deposits: Preparation, properties and biomedical applications," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 55, pp. 272–326, Oct. 2015, doi:
<http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2015.05.033>.
- [24] C. F. C. Brown, J. Yan, T. T. Y. Han, D. M. Marecak, B. G. Amsden, and L. E. Flynn, "Effect of decellularized adipose tissue particle size and cell density on adipose-derived stem cell proliferation and adipogenic differentiation in composite methacrylated chondroitin sulphate hydrogels," *Biomed. Mater.*, vol. 10, no. 4, p. 45010, 2015, <http://dx.doi.org/10.1088/1748-6041/10/4/045010>.
- [25] D. N. Misra, *Adsorption on and Surface Chemistry of Hydroxyapatite*. Springer US, 2013.

<https://books.google.com.mx/books?id=uDHvBwAAQBAJ>.

[26] M. Morgia, Z. Adamczyk, and M. Oćwieja, “Stability of silver nanoparticle monolayers determined by in situ streaming potential measurements,” *J. Nanoparticle Res.*, vol. 15, no. 11, p. 2076, Oct. 2013. <http://dx.doi.org/10.1007/s11051-013-2076-5>.

[27] P. de Vos, B. J. de Haan, J. A. A. M. Kamps, M. M. Faas, and T. Kitano, “Zeta-potentials of alginate-PLL capsules: A predictive measure for biocompatibility?” *J. Biomed. Mater. Res. Part A*, vol. 80A, no. 4, pp. 813–819, 2007. <http://dx.doi.org/10.1002/jbm.a.30979>.

[28] D. Malina, K. Biernat, and A. Sobczak-Kupiec, “Studies on sintering process of

synthetic hydroxyapatite,” *Acta Biochim. Pol.*, vol. 60, no. 4, pp. 851–855, 2013.

http://www.actabp.pl/pdf/4_2013/851.pdf.

[29] J. González Ocampo, D. M. Escobar Sierra, and C. P. Ossa Orozco, “Métodos de fabricación de cuerpos porosos de hidroxiapatita, revisión del estado del arte,” *Revista ION*, vol. 27. scieloco, pp. 55–70, 2014.

<https://revistas.uis.edu.co/index.php/revistaion>

[30] M. Sadat-Shojai, M.-T. Khorasani, E. Dinpanah-Khoshdargi, and A. Jamshidi, “Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite with diverse structures,” *Acta Biomater.*, vol. 9, no. 8, pp. 7591–7621, Aug. 2013.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.actbio.2013.04.012>.



Este texto está protegido por una licencia [Creative Commons 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Usted es libre para Compartir —copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato— y Adaptar el documento —remezclar, transformar y crear a partir del material— para cualquier propósito, incluso para fines comerciales, siempre que cumpla la condición de:

Atribución: Usted debe dar crédito a la obra original de manera adecuada, proporcionar un enlace a la licencia, e indicar si se han realizado cambios. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que tiene el apoyo del licenciante o lo recibe por el uso que hace de la obra.

[Resumen de licencia - Texto completo de la licencia](#)