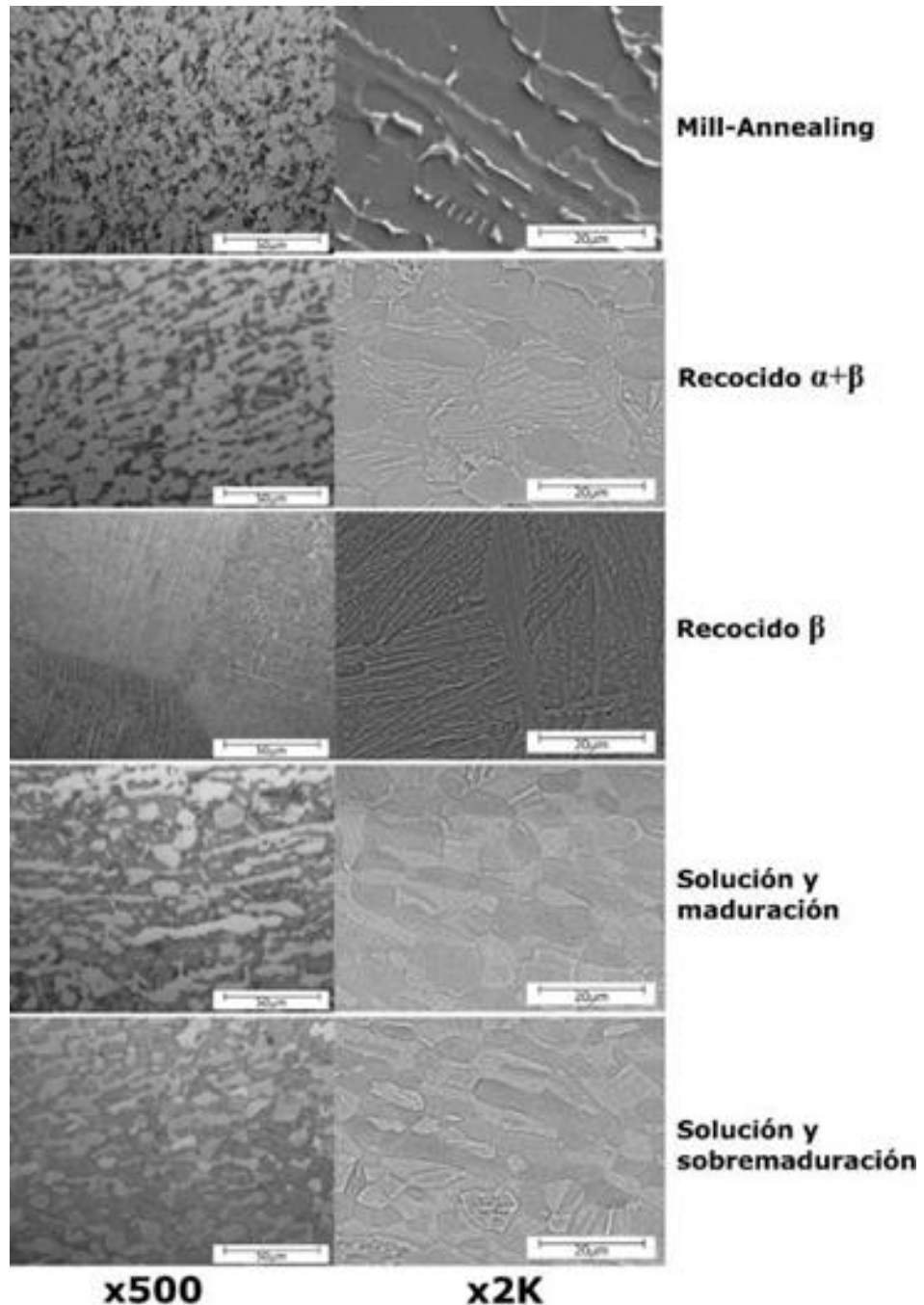


Material-ES

REVISTA DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE MATERIALES



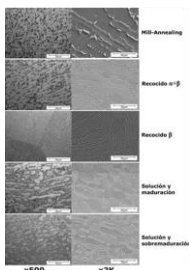


Imagen de Portada:

Microestructura de materiales de Ti-6Al-4V sometidos a distintos tratamientos térmicos

“Efecto de la microestructura en el comportamiento del Ti-6Al-4V bajo condiciones extremas”.

S. Perosanz; M. Viscasillas; N. Martín Piris; M. Hokka; D. Barba

Editor

Rodrigo Moreno. *Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC. Madrid. España.*

Secretaría

Anna Muesmann. *SOCIEMAT. Madrid. España.*

Junta Directiva de SOCIEMAT

Presidente:

Juan José de Damborenea González

Vicepresidente:

Rodrigo Moreno Botella

Secretaria:

Gloria Patricia Rodríguez Donoso

Tesorera:

Anna M^a Muesmann Torres

Vocales:

M^a Victoria Biezma Moraleda

Jordi Díaz Marcos

Teresa Guraya Díez

Marta Mohedano Sánchez

Jon Molina Aldareguia

Sergio Ignacio Molina Rubio

Alberto Palmero Acebedo

Jose Ygnacio Pastor Caño

Gloria Pena Uris

Daniel Sola Martínez

URL: <http://sociemat.es>

Correo electrónico: info@sociemat.es / sociemat1996@gmail.com

Tel.: 618 170 493

Sociedad Española de Materiales SOCIEMAT

Entidad inscrita en el R^o Nacional de Asociaciones del

Ministerio del Interior, Grupo 1, Sección 1, Número Nacional 161428

ÍNDICE

ARTÍCULOS

ARTÍCULO INVITADO

Ciencia, Tecnología e Ingeniería de Materiales: un reto frente a la pandemia

J. de Damborenea 61

Premio SOCIEMAT Mejor Trabajo de Fin de Grado en Ingeniería en Materiales 2021

Efecto de la microestructura en el comportamiento del Ti-6Al-4V bajo condiciones extremas

S. Perosanz; M. Viscasillas; N. Martín Piris; M. Hokka; D. Barba 65

Finalistas Premio SOCIEMAT Mejor Trabajo de Fin de Grado en Ingeniería en Materiales 2021

Development of nanostructured surfaces based on bioresorbable polymers as cell substrates

B. Atxa; A. Larrañaga; J.M. Ugartemendia 69

Avances en la oxidación electrolítica por plasma de aleaciones de aluminio

J. Carnero; M. Mohedano 73

I+D+i EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES

Pasado, presente y futuro de la revista científica "Materiales de Construcción".

M.M.Alonso; F.Puertas 77

EDITORIAL

Nos complace presentaros el último número de la revista Material-ES del año 2021. Aunque este año ha venido lleno de esperanza con el desarrollo de las vacunas y la ejemplar tasa de vacunación en España, el año cierra con una nueva incertidumbre para el próximo 2022 con unos índices de propagación de la nueva variante Ómicron muy alarmantes. Esperemos que podamos sortear esta nueva ola y podamos afrontar las nuevas iniciativas que desde SOCIEMAT queremos plantear para el año entrante.

En este número se publica un artículo invitado dedicado al papel de los materiales en la prevención y control de enfermedades a cargo de nuestro presidente, el Prof. J. de Damborenea. Asimismo, se presentan los 3 trabajos finalistas del premio SOCIEMAT al mejor trabajo fin de grado en Ingeniería en Materiales, motivo de satisfacción para todos dado el elevado nivel de las aportaciones de nuestros investigadores más jóvenes. Finalmente, este año se celebra el 70 aniversario de la revista "Materiales de Construcción", que es un referente entre las revistas españolas en el área de los materiales, presente en todas las bases de datos e incluida en el JCR. Desde SOCIEMAT nos queremos sumar al reconocimiento recibido por la revista con una contribución que resume la trayectoria y perspectivas de la revista preparada por su editora actual, la Dra. M.M. Alonso, y la editora anterior, y actualmente Editora Honoraria de la revista, la Prof. F. Puertas.

El mayor reto para este año es la celebración del Congreso Nacional de Materiales CNMAT2022 en Ciudad Real, que tomamos con renovada energía después de las dificultades derivadas de la pandemia que impidieron llevar a cabo la edición anterior. Este año, además de la tremenda ilusión por volver a celebrar el evento de forma presencial, tendremos el aliciente de las nuevas actividades que se van a desarrollar en paralelo dedicadas a la difusión de los materiales en el marco del proyecto Materland en el que participa SOCIEMAT y un nutrido número de grupos nacionales, bajo la coordinación de la Prof. Gloria Rodríguez, presidenta de la comisión organizadora del CNMAT2022. Con todo nuestro apoyo os pedimos el vuestro para lograr el éxito que deseamos y necesitamos después de este largo periodo de ausencias.

Esperamos que el contenido de este número sea de vuestro interés y esperamos que sigáis haciendo posible esta vía de difusión de las actividades realizadas en la ciencia, tecnología y difusión de los materiales y que sigáis aportando vuestras ideas y enviéis vuestros trabajos más recientes. Recordad también que ya está operativa la revista de acceso abierto European Journal of Materials, que es la revista oficial de FEMS y, por tanto, de todas las sociedades de materiales englobadas en la Federación, incluyendo SOCIEMAT. Hagamos de esta nuestra revista una revista de referencia internacional en el área de la ciencia y tecnología de los materiales.

ARTÍCULO INVITADO**Ciencia, Tecnología e Ingeniería de Materiales: un reto frente a la pandemia****J. de Damborenea**

Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM-CSIC)

Avenida de Gregorio del Amo, 8 28040-Madrid

jdambo@cenim.csic.es

Resumen: El presente trabajo trata de responder a la pregunta de ¿Puede la ciencia de Materiales ayudar a luchar contra las pandemias? La actual crisis originada por el SARS-CoV2 ha puesto sobre la mesa la necesidad de que la comunidad científica aborde desde una perspectiva multidisciplinar. Desde la Ciencia de Materiales se pueden proponer distintos materiales o procesos de funcionalización de las superficies que minimicen el anclaje de patógenos sobre los materiales de uso cotidiano, rompiendo uno de los posibles vectores de transmisión de la infección.

Palabras clave: Materiales, funcionalización, superficies, virus, pandemia.

1. INTRODUCCION.

Es de sobra conocido que nuestro desarrollo se basa en el empleo de los materiales. De hecho, las distintas etapas en las que puede dividirse la historia llevan aparejadas el nombre de los materiales sobre los que se realizó el desarrollo social (edad de piedra, de bronce o de hierro), por lo que podríamos decir que la Humanidad ha vivido de manera continuada en la Edad de los Materiales. Sin embargo, si las etapas anteriormente citadas gozaron de una gran estabilidad temporal (incluso milenios), el desarrollo tecnológico alcanzado, sobre todo a partir de la mitad del siglo XX, hace que el ritmo del cambio sea hoy rápido que en cualquier otro momento de la Historia. Polímeros, cerámicas, silicio y carbono se han sucedido en los últimos años marcando nuevos hitos en el desarrollo de materiales y, quizá, como predijo Ashby predijo, pronto entraremos en la Era de los Materiales Moleculares [1]. Por tanto, la Ciencia e Ingeniería de los Materiales forma parte indisoluble de todos los avances tecnológicos que han supuesto una mejora en la calidad de vida de las sociedades modernas. En este escenario, el 11 de marzo de 2020, la Organización Mundial de la Salud determinó que la COVID-19 podía considerarse como una pandemia. La primera causada por un coronavirus y la primera que pudiera ser controlada. En aquel momento, el director de la OMS Tedros Adhanom Ghebreyesus predijo que "el coronavirus no es solo una crisis de salud pública, es una crisis que afectará a todos los sectores". En pocos meses, el SARS-Cov-2, el virus que causa la covid-19, se extendió por todo el mundo causando, a fecha de junio de 2021, casi cuatro millones de muertos en todo el mundo.

Ante esta situación de emergencia, todas las ramas del conocimiento científico se pusieron a trabajar con el único objetivo de desactivar los devastadores efectos del virus. Lógicamente la mayor parte de los esfuerzos se han centrado en el desarrollo de vacunas y/o drogas

efectivas que ayuden a superar la infección. Pero la pregunta que muchas de las personas implicadas en la investigación en el área de materiales nos hacíamos era ¿cómo puede contribuir la Ciencia, Ingeniería y Tecnología de Materiales a la lucha contra pandemias como la que estamos sufriendo?

Lo primero es que, para proponer soluciones viables, la investigación debe abordarse desde un punto de vista pluridisciplinar, no sólo con las ideas de los expertos en materiales sino con la implicación directa de virólogos y microbiólogos, conociendo su estructura y los mecanismos por los que se dispersan los patógenos.

2. INTERACCIÓN VIRUS-SUPERFICIE.

Básicamente, los virus están formados por una región central de ácido nucleico, RNA, rodeado de una cubierta proteica. No se consideran realmente un organismo vivo, dado que sólo se reproducen dentro de las células vivas, de las que toman sus enzimas, siendo inertes cuando no tienen interacción celular. En la figura 1 se presenta la estructura típica del SARS-CoV2.

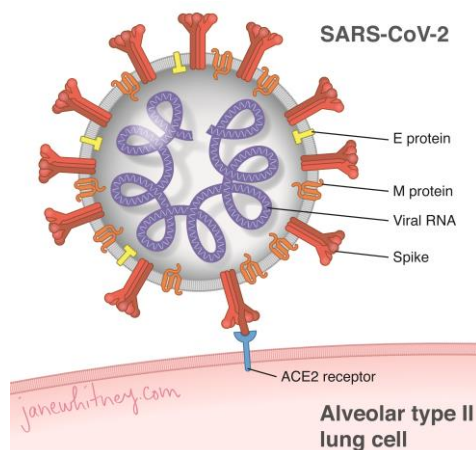


Figura 1. Estructura típica de un coronavirus. Cortesía de la autora, Jane Whitney (www.janewhitney.com)

Como puede verse en la imagen, el SARS-CoV2 es un virus de forma esférica, con un diámetro variable entre 60 y 140 nm, con envuelta de bicapa lipídica y que contienen ARN monocatenario (ssRNA). El genoma del virus SARS-CoV-2 codifica hasta 27 proteínas, de las cuales 4 son estructurales: la proteína S (spike protein), la proteína E (envoltura), la proteína M (membrana) y la proteína N (nucleocápside). La proteína S tiene forma de espícula y es la responsable de su anclaje a las membranas celulares. Esta sucinta descripción es importante porque la caracterización de los virus es el paso previo al diseño de métodos eficaces en su inactivación.

El coronavirus se transmite de persona a persona a través de las partículas exhaladas al toser o hablar. Esas partículas líquidas tienen diferentes tamaños, desde las más grandes ‘gotículas respiratorias’ (>5-10 μm) hasta las más pequeñas, llamadas ‘aerosoles’ (<5 μm). Por tanto, la principal vía de transmisión del virus es aérea, por medio de los aerosoles generados por las personas infectadas. Ahora bien, siendo ésta la causa principal, no se descartan otros vectores de infección como las superficies de los materiales de uso común, lo que el Diccionario de términos médicos de la Real Academia Nacional de Medicina denomina “fómites”; esto es “*objeto inanimado que, por estar contaminado por microorganismos, puede transmitir infecciones*”. De hecho, el Center for Disease Control and Prevention (CDC) ha publicado recientemente una actualización en la que se afirma el riesgo de infección con el SARS-CoV-2 a través del contacto con superficies contaminadas por el virus, aunque sea un riesgo más bajo que el de los aerosoles y no constituya, por tanto, la principal vía de transmisión de este virus [1].

Por tanto, y aunque las superficies no son el principal vector de propagación del virus, sí que constituyen una amenaza real para la propagación de todo tipo de patógenos. En la figura 2, extraída de una magnífica revisión de Ruiz-Hitzky y col [2], se recoge la estabilidad del SARS-CoV2 sobre la superficie de distintos materiales.

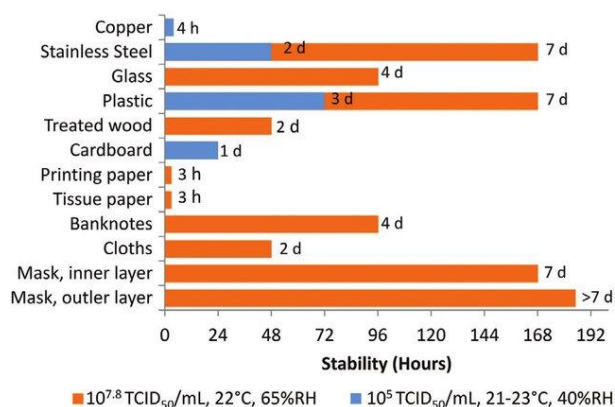


Figura 2. Estabilidad del SARS-CoV2 sobre diferentes superficies con distintas cargas virales (de referencia [2]).

Por estas razones, no debe minimizarse el riesgo de transmisión a través de las superficies contaminadas por pacientes durante la fase más contagiosa de la infección, máxime cuando se encuentran en entornos y ambientes cerrados y masificados como son el transporte o los centros de trabajo [3].

3. MODIFICACIÓN SUPERFICIAL PARA INTERACCIÓN VIRUS-SUPERFICIE.

La ciencia de materiales bebe de muchas fuentes (física, química, biología, ingeniería...) y de ellas se extraen las ideas básicas que nos permiten el desarrollo de nuevos materiales/superficies con propiedades mejoradas. Gracias a estas disciplinas sabemos que la estructura del coronavirus, figura 1, es una bicapa, formada por dos capas de estos fosfolípidos con la parte hidrofóbica apuntando hacia dentro y las cabezas hidrofílicas hacia fuera. Esta característica, como veremos más adelante, va a permitir desarrollar tratamientos específicos para la inactivación del virus. Este mismo principio es el que explica la eficacia del empleo de jabón en la higiene de manos y la utilización de geles hidroalcohólicos. La acción del agua y jabón se debe a que las colas hidrofóbicas de las moléculas de jabón se insertan en la capa lipídica que rodea al virus, separando la membrana y rompiendo el virus. Las moléculas de jabón rodean entonces los fragmentos de virus, bacterias, suciedad o cualquier otra partícula adherida a nuestra piel y forman pequeñas esferas (o micelas) con la parte hidrofóbica mirando hacia adentro y la parte hidrofílica mirando hacia afuera. Peinado y Monje [4] lo resumen perfectamente en el esquema recogido en la figura 2.

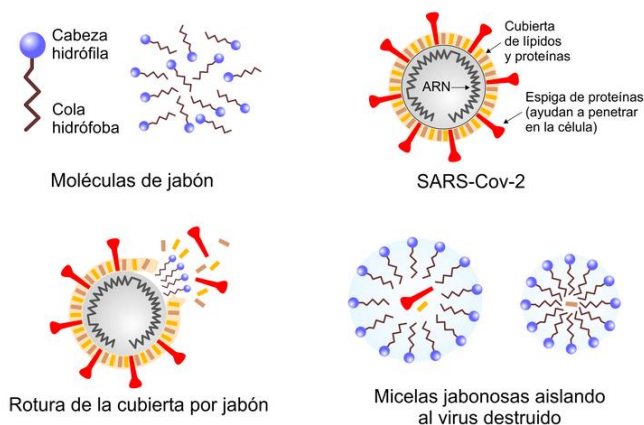


Figura 3. Mecanismo de actuación del jabón sobre el virus. Reproducido con permiso de los autores [4].

Aprovechando esta capacidad de interacción con materiales hidrofóbicos, en 2006 Haldar y colaboradores demostraron que recubrimiento basados en N,N dodecil metil-polietileno imina (PEI) y otros compuestos PEI hidrofóbicos, eran capaces de desactivar el 100% del virus de la gripe en minutos, figura 4, así como otras bacterias patógenas como la Escherichia coli y Staphylococcus aureus [5].

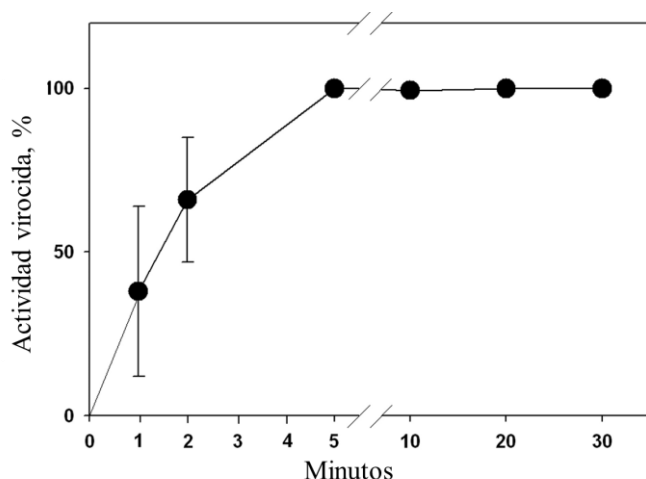


Figura 4. Tiempo de inactivación del virus de la gripe (cepa WSN) en un portaobjetos de vidrio pintado con N,N dodecil metil-polietilén imina (de Haldar et al. PNAS 2006;103:47:17667-17671)

Posteriormente, Hsu y col [6] corroboraron estos resultados no solo para la N,N dodecil metil-polietilén imina sino también con monómeros estructurales similares como el bromuro de dodeciltrimetilamonio (DTAB), eran capaces de inmovilizar al virus de la gripe. Se trataba de recubrimientos en los que, al depositarse, el virus se producía su inactivación debido a la actividad antiviral inherente a la fracción de sal de amonio cuaternario hidrofóbica. Un esquema del mecanismo es el que se muestra en la figura 5.

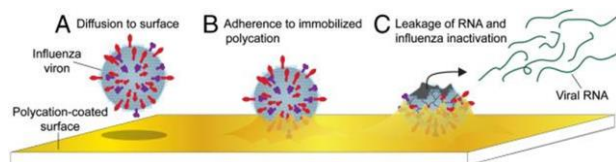


Figura 5. Mecanismo de inactivación del virus de la gripe en superficies recubiertas de policationes hidrofóbicas (de referencia [5], con permiso del autor)

Sun y colaboradores [7] amplían la estrategia basada en la modificación química de las superficies con nuevas moléculas capaces de interactuar con la proteína Spike del SARS-CoV2 (hasta 77 identificadas actualmente). Además, proponen otras dos rutas distintas para el diseño de materiales antivirales basadas en el desarrollo de superficies nanoestructuradas capaces de inactivar los virus. La idea es también la de generar superficies que interactúen con la cápsula envoltorio del virus, bien mediante el uso de iones como –por ejemplo– Ag, que tiene propiedades antibacterianas, antivíricas y fungicidas o bien mediante el empleo de nanopartículas que puedan generar efectos excitónicos; esto es, capaces de aportar calor localizado, luz o radicales libres que interfieran con la adherencia del patógeno. Durante los últimos años, se ha prestado atención a este último aspecto. Bodgan y colaboradores [8] demostraron que los óxidos de algunos metales,

como el TiO_2 y el ZnO , poseían fuertes propiedades virucidas, bactericidas y fungicidas. Estas propiedades se alcanzan gracias a su capacidad para inducir procesos fotocatalíticos por la radiación UV. Por lo tanto, la funcionalización superficial mediante recubrimientos basado en óxidos metálicos puede considerarse una alternativa en la lucha contra las enfermedades infecciosas transmitidas por contacto, con la ventaja añadida de no tener efectos adversos sobre la salud humana. Más recientemente, un equipo de investigadores del Sandia National Laboratories [9] han desarrollado capas basadas en Ag/TiO_2 con efectos fotocatalíticos con luz visible y UV-A (365nm) con una capacidad de desactivación del SARS-CoV1 hasta 5 veces mayor que otros tratamientos basados en $\text{Ag/Al}_2\text{O}_3$ o $\text{Cu/Al}_2\text{O}_3$ y con resultados prometedores frente al SARS-CoV2.

La Ciencia y Tecnología de Materiales ha ido implementando todas estas ideas, muchas de ellas generadas años antes de declararse la pandemia, en la lucha contra extensión del virus. Los tratamientos superficiales para evitar la adherencia de virus se han extendido a todos los materiales que forman los equipos de protección individual (EPI) como son batas, pantallas, guantes... Jagadeshvaran et al. [10] han realizado una exhaustiva revisión de distintos tratamientos antivirales basados en la incorporación de nanopartículas (como cobre, plata y zinc), polímeros biocidas, recubrimientos aplicados por pulverización. Además del empleo de materiales carbonosos (nanotubos de carbono, grafeno y sus modificaciones...). Este tipo de tratamientos se han empleado para “dopar” las mascarillas de protección, permitiendo dotarlas de capacidad antiviral. En la fotografía de la figura 6 se aprecia cómo es la capa externa de una mascarilla quirúrgica convencional.

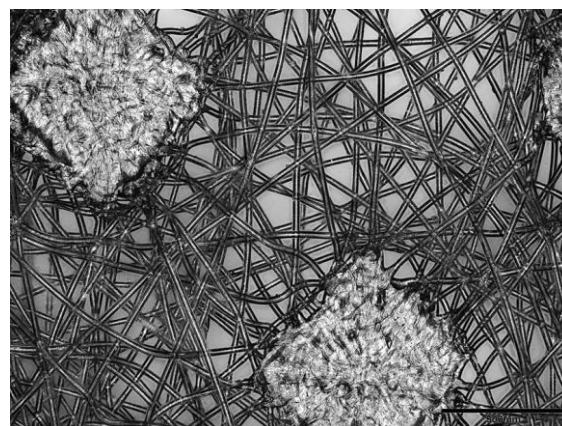


Figura 6. Capa externa de una mascarilla de protección de tipo quirúrgica.

Borkow et al [10], hace ya una década, procedieron a la impregnación de las fibras con óxido de cobre, demostrando que se reducía de forma apreciable el riesgo de contaminación ambiental por el virus de la gripe, sin alterar la capacidad de filtración de las mascarillas.

Durante la pandemia, también hemos asistido al desarrollo de nuevos métodos de síntesis y procesamiento de nanofibras para mascarillas con un éxito indiscutible. Así, la spin-off del CSIC Bioinicia ([www. https://proveil.es/](https://proveil.es/)) revolucionó el mercado con el desarrollo de nanofibras capaces de reducir significativamente la porosidad del tejido y dotándolas con compuestos viricidas.

El desarrollo de las técnicas de fabricación aditiva también ha supuesto un avance significativo en la lucha contra la pandemia. Durante los primeros momentos, y ante la falta de equipamiento hospitalario, las técnicas de FA permitieron la fabricación de pantallas protectoras, conectores para ventilación mecánica o válvulas de reanimación con resultados prometedores. La utilización de polímeros con nanopartículas de cobre es uno de los desarrollos más prometedores. De acuerdo con Zuniga y Cortes [12], el mecanismo antimicrobiano se realiza, en primer lugar, mediante la adhesión del microorganismo a la estructura polimérica. A continuación, las moléculas de agua adheridas sobre la superficie de la matriz polimérica alcanzan a las nanopartículas de cobre, procediendo a su oxidación y posterior liberación de iones de Cu, que dañan la membrana bacteriana. Paralelamente, las reacciones redox entre Cu²⁺ y Cu¹⁺, cataliza la producción de un radical hidroxilo altamente reactivos que también dañan los lípidos de la membrana celular, las proteínas, el ADN, el ARN y otras biomoléculas constituyentes de los microorganismos.

El diseño de nuevas superficies, por tanto, es uno de los retos más apasionantes ante el que nos encontramos. Rakowska y col [13] destacan la importancia de entender las interacciones virus-superficies para ayudar en estrategias que faciliten el control de potenciales brotes infecciosos. De acuerdo con estos autores, son cuatro las propiedades que influyen en la persistencia de un virus sobre una superficie, figura 7.

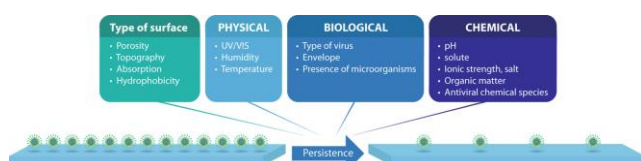


Figura 7. Propiedades superficiales que influyen en la persistencia de los virus (figura extraída de la referencia [13]).

Con este breve artículo queremos poner en valor la importancia de la Ciencia, Ingeniería y Tecnología de Materiales en la lucha contra la pandemia y, en general, en su contribución para una Sociedad más saludable y segura. Como escribieron Sun y Ostrikov [7] “Es una prioridad urgente para los investigadores de materiales avanzados ayudar a encontrar soluciones para eliminar la pandemia de COVID-19”. Y habría que añadir, que también de futuras pandemias. Esa es la tarea que desde la SOCIEMAT tratamos de impulsar.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo se encuadra dentro del proyecto PIE-CSIC 20260E194 (Funcionalización de superficies metálicas para evitar la fijación de virus o bacterias) y de las actuaciones previstas en el proyecto “Modificación superficial de materiales metálicos para inhibir la adherencia de patógenos y atenuar su transmisión” de la Plataforma Temática Interdisciplinar de Salud Global del CSIC.

4.- REFERENCIAS

- [1] CDC, “Scientific Brief: SARS-CoV-2 Transmission” <https://www.cdc.gov/coronavirus/2019-ncov/science/science-briefs/sars-cov-2-transmission.html>
- [2] Ruiz-Hitzky, E., et al. Nanotechnology Responses to COVID-19. *Advanced Healthcare Materials*, 9 (2020), 200979.
- [3] Cascella, M., Rajnik, M., Aleem, A., et al. Features, Evaluation, and Treatment of Coronavirus (COVID-19) [Updated 2021 Apr 20]. In: StatPearls [Internet]. Treasure Island (FL): StatPearls Publishing; 2021 Jan. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK554776/>
- [4] Peinado, M. y Monje L., “El jabón es un arma muy eficaz contra el coronavirus. The conversation, 21/03/2020. <https://theconversation.com/el-jabon-es-un-arma-muy-eficaz-contra-el-coronavirus-134162>
- [5] Haldar, J., et al. “Polymeric coatings that inactivate both influenza virus and pathogenic bacteria”. *PNAS* November 21, 103 (2006) 17667-17671.
- [6] Hsu, B.B., “Mechanism of inactivation of influenza viruses by immobilized hydrophobic polycations” *Proc Natl Acad Sci U S A*. 2011 Jan 4; 108(1): 61–66.
- [7] Sun, Z. “Future antiviral surfaces: Lessons from COVID-19 pandemic”. *Sustainable Materials and Technologies* 25 (2020) e00203
- [8] Bogdan, J. et al. “Comparison of Infectious Agents Susceptibility to Photocatalytic Effects of Nanosized Titanium and Zinc Oxides: A Practical Approach”. *Nanoscale Research Letters* (2015) 10:309.
- [9] Negrete, O. et al. “Photocatalytic Material Surfaces for SARS-CoV-2 Virus Inactivation”. *SANDIA REPORT, SAND2020-9861*, 2020.
- [10] Jagadeeshvaran, P.L. et al. “Evolution of personal protective equipment from its inception to COVID-19”. *Current Science*, 120 (2021) 1169-1183.
- [11] Borkow G, et al. A Novel Anti-Influenza Copper Oxide Containing Respiratory Face Mask. *PLoS ONE* 5(2010): e11295. doi:10.1371/journal.pone.0011295.
- [12] Zuniga, J. M., Cortes, A. “The role of additive manufacturing and antimicrobial polymers in the COVID-19 pandemic”. *Expert Review of Medical Devices*, 17 (2020) 477-481. DOI: 10.1080/17434440.2020.1756771
- [13] Rakowska, P.D., et al. “Antiviral surfaces and coatings and their mechanisms of action”. *Commun Mater* 2 (2021) 53. <https://doi.org/10.1038/s43246-021-00153-y>

Premio SOCIEMAT Mejor Trabajo de Fin de Grado en Ingeniería en Materiales 2021

EFECTO DE LA MICROESTRUCTURA EN EL COMPORTAMIENTO DEL Ti-6Al-4V
BAJO CONDICIONES EXTREMASS. Perosanz¹, M. Viscasillas¹, N. Martín Piris¹, M. Hokka², D. Barba¹¹Escuela Técnica Superior de Ingeniería Aeronáutica y del Espacio, Universidad Politécnica de Madrid.
sergio.perosanz.amarillo@alumnos.upm.es²Impact-Multiscale Mechanics Research Group, Engineering Material Science, Tampere University.

Resumen: Los componentes de los motores aeroespaciales deben soportar condiciones extremas de altas temperaturas y cargas dinámicas. Una de las aleaciones más extendidas que se utilizan en reactores comerciales es Ti-6Al-4V. Las propiedades dinámicas de Ti-6Al-4V dependen del estado de la microestructura y las condiciones de temperatura. Además, esta aleación presenta diferentes microestructuras según el componente y los métodos de fabricación. En este trabajo, comparamos la respuesta de cinco microestructuras de Ti-6Al-4V ensayadas bajo condiciones estáticas y dinámicas, y diferentes temperaturas. La respuesta macroscópica de la aleación se modeliza basándose en su estado microestructural utilizando caracterización por microscopía combinada con simulación computacional. Para ello, se han ajustado y validado modelos elasto-plásticos computacionales con los ensayos experimentales. De esta manera, se puede extraer la relación entre las propiedades mecánicas de cada microestructura y las condiciones de temperatura y velocidad de deformación para optimizar el estado del material en las condiciones dinámicas específicas enservicio.

Palabras clave: Titanio, Impacto, Microestructuras, FEM, Optimización.

1. INTRODUCCIÓN.

Una de las aleaciones más extendidas utilizadas en las etapas de compresor es el Ti-6Al-4V [1]. Las propiedades a impacto del Ti-6Al-4V dependen en gran medida de la microestructura y las condiciones de temperatura, por ello es vital tener conocimiento de ellas. A su vez, esta aleación puede presentar una amplia variedad de microestructuras según el componente y los métodos de fabricación [2]. En este trabajo, comparamos la respuesta de cinco microestructuras de Ti-6Al-4V diferentes probadas en condiciones estáticas y dinámicas a diferentes temperaturas. La respuesta macroscópica se relaciona con el estado microestructural usando caracterización microscópica combinada con modelado computacional. También se han validado modelos computacionales elasto-plásticos basados en el modelo de Johnson-Cook. De esta forma se puede extraer la relación entre las propiedades mecánicas de cada microestructura y las condiciones de temperatura y velocidad de deformación con el objetivo de optimizar el material en condiciones de impacto [3].

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.

2.1 Material y condiciones de ensayo.

El material estudiado en este trabajo es una aleación de titanio $\alpha+\beta$ Ti-6Al-4V. Se recibió en estado de Mill-Annealing en forma planchas de 3 mm y 19 mm de espesor.

Las condiciones de ensayo, tanto dinámicas como estáticas, para los diferentes tratamientos térmicos se presentan en la Tabla 1.

Para los ensayos dinámicos, se han utilizado probetas planas de longitud calibrada 12 mm y sección de 3 mm.

Tabla 1. Condiciones de ensayo utilizadas en el estudio.

Condición de ensayo	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	Temp. (°C)
Estático, baja temperatura (C1)	0.001	25
Estático, alta temperatura (C2)	0.001	500
Dinámico, baja temperatura (C3)	500	25
Dinámico, temperatura media (C4)	500	200
Dinámico, alta temperatura (C5)	500	400

Para los ensayos estáticos se han empleado probetas cilíndricas extraídas de la plancha de 19 mm de diámetro 5 mm y longitud calibrada de 14 mm. La geometría de las probetas de alta y baja temperatura es la misma, ya que el método de calentamiento fue por horno convencional.

2.2 Tratamientos térmicos.

Los tratamientos térmicos llevados a cabo en este estudio son los resumidos en la Tabla 2 y en la Figura 1. Estos tratamientos fueron elegidos debido a que son los más comunes aplicados a la aleación Ti-6Al-4V.

Tabla 2. Detalles de los tratamientos térmicos llevados a cabo.

Tratamiento térmico	T ₁ (°C)	t ₁ (h)	Enf.	T ₂ (°C)	t ₂ (h)	Enf.
Recocido $\alpha+\beta$ (ABA)	940	1	Aire	675	4	Aire
Recocido β (BA)	1025	0.5	Aire	730	2	Aire
Solución y maduración (STA)	940	1.5	Agua	540	4	Aire
Solución y sobremaduración (STOA)	940	1.5	Agua	675	4	Aire

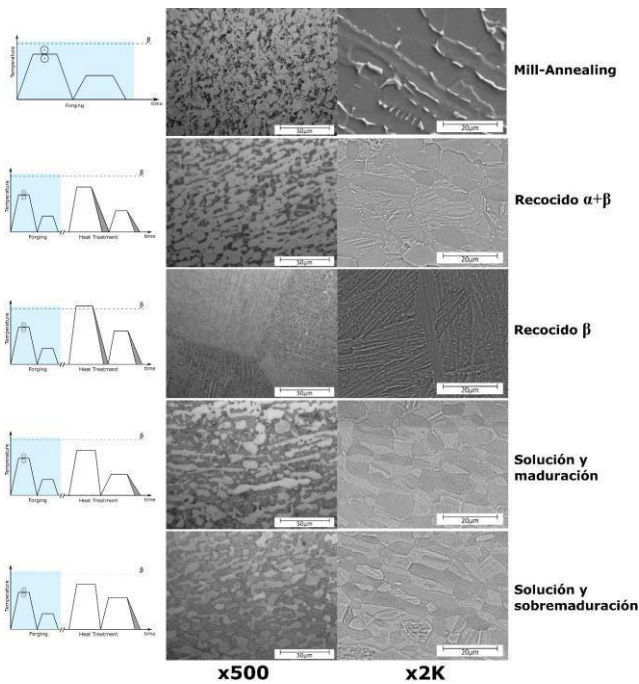


Figura 1. Tratamientos térmicos utilizados en el estudio.

2.3 Ensayos estáticos.

Para el desarrollo de los ensayos, se empleó una máquina de ensayos universal MTS modelo 810 con una célula de carga de 100 kN junto con unas mordazas hidráulicas de agarre para probetas cilíndricas.

Para la medición de la extensión se utilizan dos métodos. Un extensómetro MTS modelo 632.25C-20 con longitud base calibrada de 25 mm; y un sistema de correlación digital de imagen desarrollado en el laboratorio formado por una cámara FLIR Blacfly BFS- U3-13Y3C-C junto con un software de adquisición y tratamiento de imagen en tiempo real desarrollado con el módulo Vision Development de LabVIEW [4]. Para controlar y registrar los datos del ensayo se empleó un módulo control de Servosis.

2.4 Ensayos dinámicos.

Los ensayos dinámicos se han llevado a cabo bajo diferentes temperaturas en un equipo de ensayos de barra Hopkinson a tracción diseñado y construido en el departamento de ciencia de los materiales de la Universidad de Tampere [5].

Para las pruebas a alta temperatura, el calentamiento se realizó mediante efecto Joule, provocado por la corriente eléctrica que atraviesa la probeta. Esta corriente se aplica antes del ensayo mediante dos electrodos de cobre. Estos se retiran justo antes del inicio del ensayo para no afectar a los resultados. Un termopar tipo K fue soldado para medir la temperatura durante el ensayo.

3. METODOLOGÍA COMPUTACIONAL.

A la hora de modelizar el comportamiento mecánico se recurrió al modelo viscoplastico de Johnson-Cook, que define la respuesta de la tensión en los metales en función de la temperatura, la velocidad de deformación y el endurecimiento por deformación. La tensión plástica σ ,

según el modelo de Johnson-Cook, sigue la ecuación:

$$\bar{\sigma} = [A + B(\bar{\epsilon}^{pl})^n] \left[1 + C \ln \left(\frac{\dot{\bar{\epsilon}}^{pl}}{\dot{\epsilon}_0} \right) \right] (1 - T^{*m}) \quad (1)$$

donde A, B, C, n, m son parámetros del material. La temperatura adimensional T^* se define como $T^* = (T - T_{room}) / (T_f - T_{room})$, donde T_{room} es la temperatura ambiente y T_f la temperatura de fusión del material.

En términos de daño, el modelo asume que la deformación plástica equivalente al inicio del daño es una función de la triaxialidad de la tensión y la velocidad de deformación. Se emplea para predecir la aparición de daño debido a la nucleación, crecimiento y coalescencia de microvacíos en metales dúctiles. El modelo sigue la siguiente ecuación:

$$\bar{\epsilon}_f^{pl} = \left[d_1 + d_2 \exp \left(d_3 \frac{p}{q} \right) \right] \left[1 + d_4 \ln \left(\frac{\dot{\bar{\epsilon}}^{pl}}{\dot{\epsilon}_0} \right) \right] (1 - d_5 T^*) \quad (2)$$

4.- RESULTADOS EXPERIMENTALES.

4.1 Ensayos mecánicos

El efecto de las condiciones de ensayo se ve reflejado en una clara disminución del límite elástico y la resistencia del material a medida que aumenta la temperatura de ensayo en condiciones dinámicas y estáticas (Figura 2). En términos de efectos microestructurales, para las condiciones de temperatura ambiente hay un efecto claro de la microestructura sobre la resistencia y más pronunciado sobre la ductilidad de la aleación, en concordancia a los estudios de Jha et al. [6].

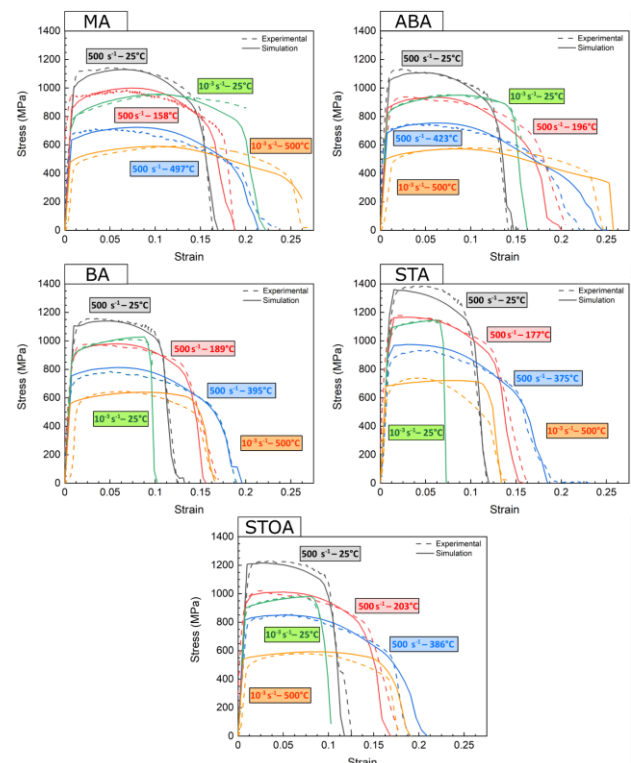


Figura 2. Comparación de las curvas tensión-deformación experimentales y las simulaciones.

En los tratamientos MA y ABA, se puede observar cómo los ensayos estáticos a baja temperatura presentan una deformación a rotura mayor que los dinámicos a la misma temperatura. Este fenómeno ocurre al contrario en el resto de las microestructuras, en las cuales la deformación a rotura de la condición dinámica es sustancialmente mayor que la estática, presentando un comportamiento anómalo.

Durante las cargas dinámicas ocurren dos efectos en paralelo. Por una parte, se produce un endurecimiento debido a las altas velocidades de deformación. Por otro lado, se produce un calentamiento local adiabático inducido por la deformación plástica que radica en un ablandamiento por aumento de la temperatura. Por lo que se puede observar, en la Figura 2, el comportamiento frente a estos dos efectos varía en función de la microestructura existente.

4.2 Fractografía

Para comprender mejor ese comportamiento anómalo de las microestructuras BA, STA y STOA las superficies de fractura de las microestructuras se han examinado para analizar el modo de fallo en las diferentes condiciones de ensayo. Para poder comparar las diferencias se analizan las microestructuras ABA, BA y STA, que presentan distintos comportamientos.

A la hora de analizar los microvacíos existentes, se puede ver cómo el tamaño de estos en las condiciones dinámicas es mayor en el caso de las microestructuras BA y STA, como muestra la Figura 3.

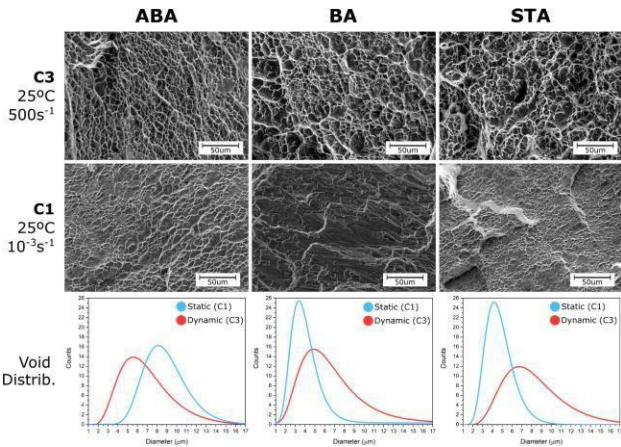


Figura 3. Análisis de las superficies de fractura a 500 aumentos y distribuciones del tamaño de las cúpulas de las distintas microestructuras.

Esto está originado por el calentamiento local adiabático que induce la deformación plástica a altas velocidades de deformación. Este calentamiento es suficiente para modificar el modo de fallo en estas microestructuras de frágil o semi dúctil a dúctil. Por otro lado, las cúpulas que se forman en la microestructura ABA durante la condición dinámica C3 son de menor tamaño, tal y como se puede ver en los gráficos de la Figura 4.

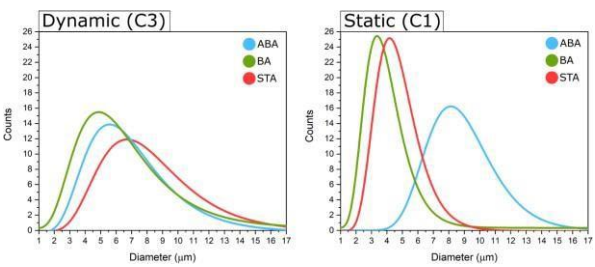


Figura 4. Comparación del tamaño de las cúpulas entre las diferentes microestructuras ante las condiciones estáticas y dinámicas a temperatura ambiente.

En ella, se muestran las distribuciones de los diámetros máximos de Feret de las cúpulas. Estas distribuciones están calculadas a través del software de imagen AIS 5.0 [3], detectando las cúpulas como partículas y haciendo el tratamiento a través de análisis de imagen. Todas estas razones refuerzan la idea de que la microestructura ABA tiene un comportamiento en el que predomina el endurecimiento por velocidad de deformación frente al ablandamiento por calentamiento local, efecto contrario al que sufren las microestructuras BA, STA y STOA

5. RESULTADOS COMPUTACIONALES.

Para modelizar el comportamiento mecánico reflejado en los ensayos experimentales se han utilizado los modelos de Johnson-Cook.

Las Tablas 3 y 4 reflejan los parámetros utilizados en el modelizado según las ecuaciones (1) y (2) definidas en la metodología. La velocidad de deformación de referencia elegida es 10⁻³ s⁻¹.

Tabla 3. Parámetros del modelo de JC.

	A(MPa)	B(MPa)	C	n	m
MA	732	780	0.022	0.53	0.78
ABA	800	700	0.020	0.60	0.75
BA	880	780	0.015	0.65	0.79
STA	1080	910	0.018	0.88	0.8
STOA	890	780	0.025	0.8	0.75

Tabla 4. Parámetros de daño del modelo de JC.

	d ₁	d ₂	d ₃	d ₄	d ₅
MA	0.55	0.8	0.6	-0.028	1.2
ABA	0.22	0.65	0.6	-0.022	4.9
BA	0.11	0.2	0.6	0.03	4.9
STA	0.05	0.2	0.6	0.07	4.5
STOA	0.13	0.18	0.6	0.01	7

Los resultados computacionales obtenidos de los modelos de elementos finitos 3D se comparan con el comportamiento experimental en la Figura 5. Los resultados muestran una buena concordancia con los ensayos experimentales, tanto en el comportamiento plástico, como en la respuesta al daño. Como ya se ha comentado anteriormente se espera que este calentamiento local sea el factor principal que contribuya al aumento de ductilidad observado en condiciones dinámicas.

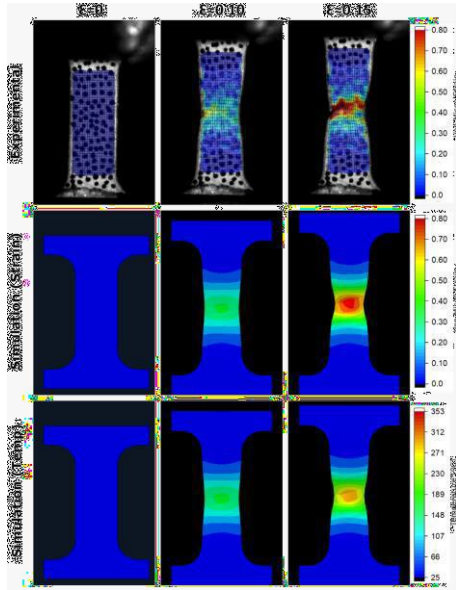


Figura 5. Distribución de la deformación experimental y computacional para la condición C3 del tratamiento ABA (arriba), y la distribución de temperatura extraída de la simulación (abajo).

Una vez calibrados los modelos para todas las microestructuras, se ha realizado un conjunto de 25 simulaciones con diferentes condiciones de ensayo para cada microestructura. Estas condiciones de contorno se encuentran en rangos de velocidad de deformación de 10^{-3} a 500 s^{-1} y temperaturas de 25°C a 500°C . En la Figura 6 se muestran los mapas de límite elástico, resistencia a tracción y deformación a rotura para cada microestructura en función de la temperatura y velocidad de deformación.

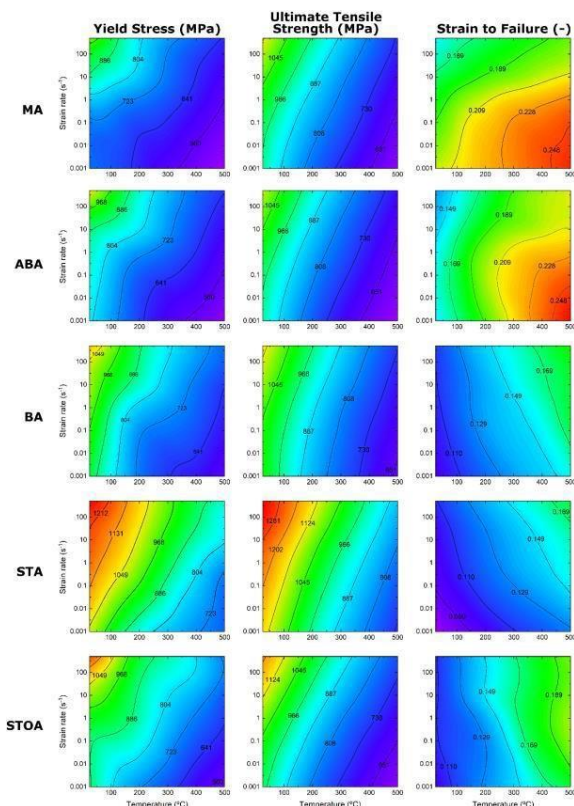


Figura 6. Mapas de límite elástico, resistencia mecánica y deformación a rotura de las diferentes microestructuras estudiadas en función de la temperatura y velocidad de deformación.

Todos los mapas de límite elástico y resistencia mecánica presentan una tendencia similar. Cuanto menor sea la temperatura y mayor sea la velocidad de deformación más alta es la tensión.

En los mapas de velocidad de deformación se pueden observar dos tendencias principales, una en la que el máximo se encuentra a bajas velocidades de deformación y alta temperatura (MA y ABA); y otra en la que el máximo se encuentra a alta velocidad de deformación y temperatura con una tendencia lineal (BA y STA). Sin embargo, el mapa de la microestructura STOA no se corresponde a ninguna de las dos tendencias. Es debido a que en el proceso de sobremaduración se tiende a recuperar la microestructura bimodal original, lo cual provoca que la tendencia del mapa de deformación a rotura esté a medio camino entre STA y ABA, por lo que las simulaciones reflejan adecuadamente los efectos de endurecimiento por velocidad de deformación y el de ablandamiento por calentamiento local adiabático.

6.- CONCLUSIONES.

En la caracterización mecánica se ha observado como las microestructuras BA, STA y STOA presentan un comportamiento anómalo. Este efecto es atribuido al calentamiento local adiabático que se produce en estas condiciones. El estudio de la fractografía ha reflejado el efecto del calentamiento local adiabático que sufren las probetas en régimen dinámico. Este efecto es más pronunciado en aquellas microestructuras que presentan mayor ductilidad a altas velocidades de deformación. Finalmente, las simulaciones reflejan que el efecto del calentamiento local es el responsable del comportamiento anómalo ya que las microestructuras BA, STA y STOA son más susceptibles al ablandamiento por calentamiento local que al endurecimiento por velocidad de deformación.

9.- REFERENCIAS

- [1] P. Rolls-Royce, The jet engine, vol. 574, no. 7779. 2015.
- [2] Y. Jin, "A Review of Research on Bird Impacting on Jet Engines," {IOP} Conf. Ser. Mater. Sci. Eng., vol. 326, p. 12014, Mar. 2018, doi: 10.1088/1757-899x/326/1/012014.
- [3] S. Perosanz et. al. "On the effect of the microstructure on the impact behavior of Ti6-Al-4V". 13th Conference on Mechanical Behaviour of Materials under Dynamic Loading, DYMAT 2021.
- [3] S. Perosanz, "DIC-LEM Software," 2021. <https://www.perform-upm.com/resources> (accessed Jun. 20, 2021).
- [4] M. Hokka, K. Östman, J. Rämö, and V.-T. Kuokkala, "High Temperature Tension HSB Device Based on Direct Electrical Heating," in Dynamic Behavior of Materials, Volume 1, Springer, 2015, pp. 227–233.
- [5] J. S. Jha, S. P. Toppo, R. Singh, A. Tewari, and S. K. Mishra, "Deformation behavior of Ti-6Al-4V microstructures under uniaxial loading: Equiaxed Vs. transformed- β microstructures," Mater. Charact., vol. 171, p. 110780, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110780.

DEVELOPMENT OF NANOSTRUCTURED SURFACES BASED ON BIORESORBABLE POLYMERS AS CELL SUBSTRATES

*B. Atxa¹, A. Larrañaga², J.M. Ugartemendia²*¹Graduate in Industrial Engineering by the University of the Basque Country (UPV-EHU),
batxa001@ikasle.ehu.eus² Department of Mining-Metallurgy Engineering and Material Science in the Faculty of Engineering of
Bilbao, UPV-EHU
Plaza Ingeniero Torres Quevedo, 1, 48013 Bilbao, Biscay

Abstract: The surface topography of the scaffolding devices is a key parameter in the interaction between the cells and the material and can modify cell behavior. Poly(ϵ -caprolactone-co- ϵ -caprolactone) (PLCL) has been applied in many tissue engineering applications thanks to its biodegradability, biocompatibility and the possibility to finely control its final properties. In the present project, the crystal morphologies and surface topographies of PLCL systems with different co-monomer compositions and chain microstructures were analyzed by means of differential scanning calorimetry (DSC) and atomic force microscopy (AFM). Results show that these parameters permit the tailoring of surface microtopographies, with morphologies ranging from spherulitic to amorphous.

Keywords: Poly(ϵ -caprolactone-co- ϵ -caprolactone), crystallization behavior, surface topography, atomic force microscopy.

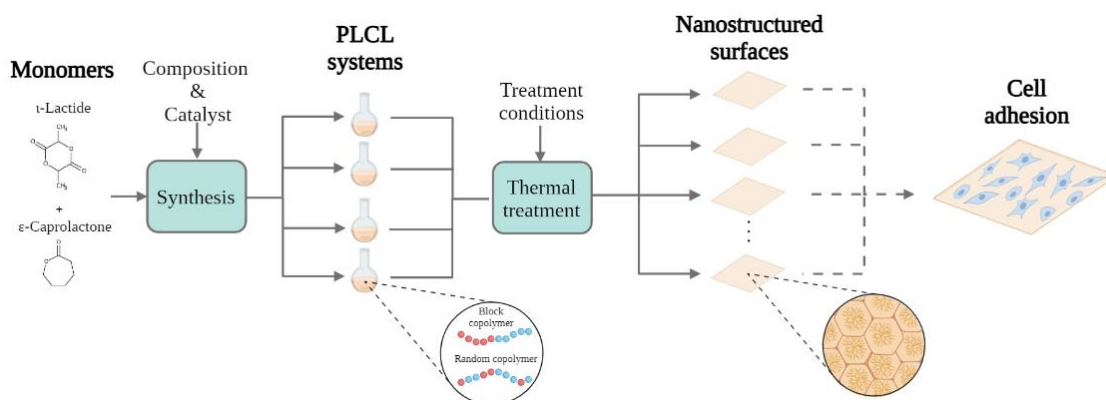


Figure 1. Schematic representation of the project.

1. INTRODUCTION.

The scaffolds employed in tissue regeneration must mimic the extracellular matrix (ECM), the solid matrix in which cells reside. In this sense, biodegradable materials with physical, chemical, mechanical and morphological properties that resemble those of the original ECM are required for scaffolding elements in tissue engineering [1]. The surface topography of the scaffolding devices is a key parameter in the interaction between the cells and the material and can modulate the response of the cells independently of the chemical composition of the substrate. Cell differentiation, adhesion patterns, orientations and cell shape are influenced by the surface topographies [2].

Polyesters, such as polylactide (PLA), polycaprolactone (PCL) or polyglycolide (PGA) and their copolymers, have been widely used in tissue engineering scaffolding devices thanks to their biocompatibility and biodegradability [3]. A good control of the synthesis and processing conditions of the (co)polymers allow for

variations in their properties. In this context, copolymerization is one of the best ways of tuning properties to obtain tailor-made materials.

Particularly, copolymers based on L-Lactide and ϵ -caprolactone can present a variety of mechanical properties, degradation kinetics, shape-memory behavior and controlled drug-release properties depending on their composition and average length of their repeating units [4], [5].

In tailoring the surface topography of the scaffolding devices, the crystal behavior of the PLCL copolymers is vital. Thermal treatments, co-monomer ratios and L-lactide number average sequence lengths determine the supramolecular arrangements which lead to different crystallization morphologies, ranging from spherulites and axialite-like crystal aggregates to amorphous forms [6], [7].

The control of the chain microstructure is particularly relevant to tailor the properties of copolymers and their

crystallization behavior. It has been demonstrated that PLCLs with shorter average length of ϵ -lactide unit sequences have limited crystallization capability than PLCLs showing a more blocky character [8]. Chain microstructure varies depending on the conditions of the synthesis process, the employed catalysts and the rates of incorporation of the co-monomers [8].

In the case of PLCLs, different factors affect the chain microstructure of the copolymers. Grijpma et al. [9] reported the effect of the polymerization temperature on chain microstructure, concluding that higher temperatures lead to higher randomness character. Fernandez et al. [8] studied the influence of reaction time, showing that as the polymerization process is extended over time the randomness character of the polymer decreases. In this same study the effect of the monomer to catalyst ratio was studied, with a higher amount of catalyst resulted in copolymers with a higher randomness character.

The use of different catalyst/initiators has also been studied as a strategy to tune the chain microstructure of PLCL copolymers [10]. Stannous octoate (SnOct_2) is the most commonly used catalyst for ring opening polymerization due to its good performance. This catalyst has been reported to lead to blocky PLCLs [8], [10]. Different bismuth salts, on the other hand, have been successfully employed to synthesize PLCL systems with more random nature [8]. Triphenyl bismuth (Ph_3Bi), in particular, has been used in the synthesis of other random copolyesters [11].

In this work, several statistical poly(ϵ -lactide-co- ϵ -caprolactone) copolymers are synthesized at different mass feed ratios and employing either SnOct_2 or Ph_3Bi as the catalyst/initiator to obtain block and random PLCL copolymers with different compositions. Copolymer composition and chain microstructure of the PLCLs are investigated by means of proton and carbon nuclear magnetic resonance spectroscopy (^1H NMR and ^{13}C NMR), their molecular weight distribution is determined using gel permeation chromatography (GPC) measurements and the phase structure is studied by analysis of thermal transitions determined by differential scanning calorimetry (DSC).

A study of the crystallization capability of the PLCL systems is performed employing DSC and atomic force microscopy (AFM) to analyze the different crystalline morphologies.

For the preliminary cell adhesion studies, human pulmonary fibroblasts (MRC-5) are used following routine seeding, staining and microscopy procedures.

2. METHODOLOGY.

Synthesis

Four poly(ϵ -lactide-co- ϵ -caprolactone) (PLCL) copolymers were synthesized by ring opening

polymerization employing predetermined amounts of ϵ -LA and ϵ -CL and SnOct_2 or Ph_3Bi as a catalyst.

The synthesized PLCL copolymers were analyzed to evaluate their characteristics. Proton and carbon nuclear magnetic resonance spectroscopy (^1H NMR and ^{13}C NMR) tests were performed to determine the compositions and the chain microstructures of the polymers through the lengths and distribution of the repetitive monomer sequences. Gel permeation chromatography (GPC) tests were performed to determine the molecular weight distribution of the resulting polymers. The copolymer systems were thermally characterized by means of differential scanning calorimetry (DSC) and the thermal transitions were determined. A first scan was used to determine the melting temperature (T_m) and the heat of fusion (ΔH_m) of the precipitated copolymers and erase their thermal history. The degree of crystallinity (X_c) was calculated assuming that only the lactide units crystallize. Then, a second scan was made to determine the glass transition temperatures (T_g).

Crystallization analysis

A set of thermal treatments was determined for the copolymers, which were first conducted by means of DSC. Three different procedures were applied: isothermal crystallization treatments at 50 °C and 70 °C and a quenching treatment.

From the synthesized copolymers, surfaces with different microtopographies were prepared by making use of the semicrystalline character of PLCL. Films were prepared by solvent casting and they were thermally treated.

Finally, the surfaces were analyzed using atomic force microscopy. To obtain a comprehensive view of the morphology of the samples, several locations were scanned for each sample, progressively decreasing the scan size to be able to observe the smaller structures. Images were then and measurements of the sizes of crystalline formations were performed analyzing the cross-sections of the phase and height images.

Cell adhesion study, preliminary work

Samples were sterilized by ethanol washing and UV irradiation. For the cell seeding, different cell densities were tested and the cells were incubated for 24 h. Then the cells were fixed and stained employing DAPI and rhodamine-phalloidin. The samples were observed by fluorescence microscopy.

3. RESULTS AND DISCUSSION.

Synthesis

The results of the synthesis and characterization processes can be seen in Table 1. The yield of the reactions was in all cases above 85% and the obtained compositions were close to the feed compositions

Table 1. NMR characterization, thermal properties and GPC measurements of PLCLs.

	Catalyst	M/C	Yield (wt. %)	Composition (L-LA wt. %)	M _w (kg mol ⁻¹)	Microstructural magnitudes			1 st DSC scan			2 nd DSC scan
						I _{LA}	I _{LC}	R	T _m (°C)	ΔH _m (J/g)	X _c (%)	T _g (°C)
PLCL 80-20 Bi	Ph ₃ Bi	1000:1	87%	78.9	139.6	3.65	1.24	1.08	105.5	13.3	16%	28.2
PLCL 80-20 Sn	SnOct ₂	1000:1	90%	80.0	101.6	5.38	1.70	0.77	144.6	25.4	31%	27.3
PLCL 70-30 Bi	Ph ₃ Bi	1000:1	85%	70.7	121.4	2.45	1.28	1.19	127.6	1.5	2%	14.0
PLCL 70-30 Sn	SnOct ₂	1000:1	89%	69.3	112.3	4.31	2.42	0.65	135.0	21.0	29%	18.3

The results from the gel permeation chromatography show weight average molecular weights above 100 kg mol⁻¹ in all cases, being the values higher in the cases of the copolymers synthesized using Ph₃Bi as the catalyst.

With regard to the chain microstructure parameters, the average values of the results of the ¹H NMR and ¹³C NMR tests have been included. The use of Ph₃Bi as the catalyst favored the formation of LA-CL dyads and alternating LA-CL-LA triads, shortening the repeat unit length values of LA and CL and leading to copolymers with a randomness character close to 1. The values or the randomness character (R) were even above 1, suggesting the presence of alternating monomer sequences (-LA-CL-LA-CL-LA-CL-) in the copolymer chains. The systems synthesized using SnOct₂ showed a blockier tendency, with longer repeat unit lengths, especially in the case of LA, and lower values of R.

As can be seen from the results of the first DSC scan, a higher randomness character and shorter L-LA repeat unit length, as in the copolymers synthesized with Ph₃Bi, limits the capability of crystallization of the L-LA units, causing the melting temperature to be lower and reducing the crystallinity fraction greatly. For the systems synthesized using SnOct₂, a much higher crystallinity degree was obtained, with fractions around 30% in both cases. Both the crystallinity fraction and the melting temperature were slightly higher in the case of the PLCL 8020 Sn system. This can be explained by both the presence of higher amounts and the longer repeat unit lengths of L-LA.

In the second scan, all the PLCLs showed a homogeneous amorphous phase except for the 8020 Sn system, which shows a very minimal melting peak.

Crystallization analysis

According to the DSC analysis, the crystallization capability of the copolymers increases with the length of the L-lactide repeat sequences, as well as with increasing isothermal crystallization temperature. According to the DSC traces, none of the systems were capable of forming crystals in the quench except for the PLCL 8020 Sn system, in which a subtle endothermic peak was detected.

In the Bi systems, PLCL acts as a single phase amorphous copolymer showing a single hybrid T_g. In the case of the Sn systems, however, two glass transitions are registered. The lower T_g is associated to

the hybrid amorphous miscible LA-CL phase, composed mostly of ε-CL units and the higher T_g suggests the presence of amorphous polylactide domains which are phase separated [7].

The crystalline morphology of the PLCL systems was analyzed by means of atomic force microscopy. Figure 2 shows AFM height images corresponding to the systems. It is possible to distinguish spherulitic morphologies for the samples treated at 70 °C, excepting the 7030 Bi system. The Sn systems, when treated isothermally at 50 °C led to lamellar morphologies in which it is possible to identify small axialites. In the quench, these systems show an amorphous phase with some disperse lamellae.

The variations in the crystal morphologies lead to different topographies which are associated to varying roughness values. A summary of the characteristics of the surfaces can be seen in Table 2. The samples with spherulitic morphologies present microcavities between the spherulites and characteristic topographies, leading to much rougher surfaces.

Table 2. Morphologies and roughness of quenched and isothermally crystallized PLCL.

	Treatment	Morphology	Size	R _a (nm)	R _{max} (nm)
PLCL 80-20 Bi	quenching	amorphous	-	0.223	3.38
	iso. 50°C	amorphous	-	1.76	20
	iso. 70°C	spherulitic	7 μm	39.2	356
PLCL 80-20 Sn	quenching	lamellar	150 nm x 25 nm	0.882	20.2
	iso. 50°C	lamellar/axialitic	300 nm x 32 nm 800 nm	8.11	95.4
	iso. 70°C	spherulitic	12 μm	136	2311
PLCL 70-30 Bi	quenching	amorphous	-	0.215	2.67
	iso. 50°C	amorphous	-	0.302	5.74
	iso. 70°C	amorphous	-	0.203	10.0
PLCL 70-30 Sn	quenching	lamellar	380 nm x 16 nm	1.70	21.0
	iso. 50°C	lamellar	285 nm x 25 nm	14.3	133
	iso. 70°C	spherulitic	14 μm	110	1551

Cell adhesion study, preliminary work

In the cell adhesion studies nuclei staining (blue channel) and cytoskeleton actin staining (red channel) were performed. The images show that the cell adhesion was possible, an important step for the viability of the developed materials for their use as cell substrates.

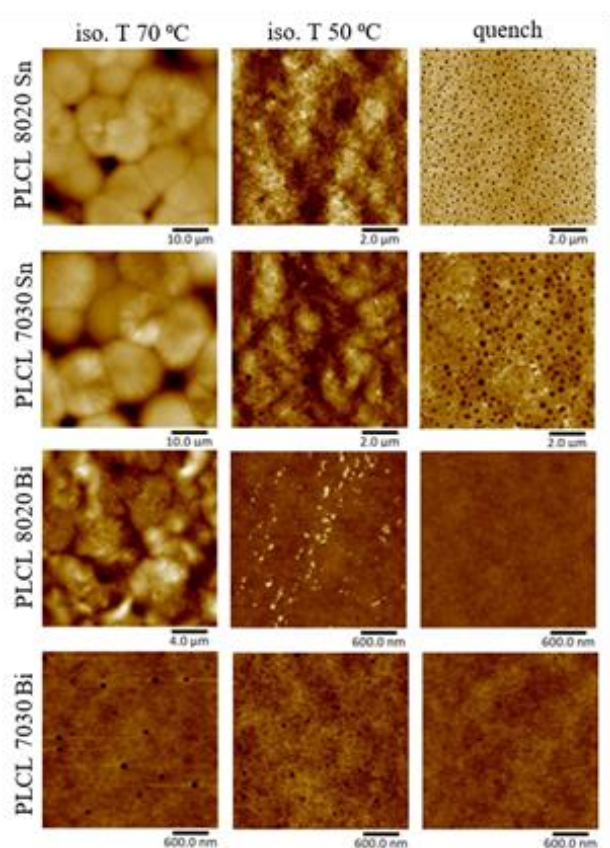


Figure 2. Atomic force microscopy height images of PLCLs.

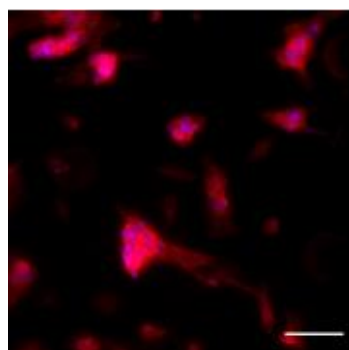


Figure 3. Fluorescence microscopy images of MRC-5 cells on PLCL. Scale bar length: 200 μ m.

4.- CONCLUSIONS.

The crystallization morphologies of poly(ϵ -lactide-co- ϵ -caprolactone) (PLCL) systems with different comonomer compositions and chain microstructures were studied for various thermal treatment conditions, exploring surface topographies capable of modulating cell growth and adhesion behaviors.

A ring opening polymerization method was used to synthesize PLCL copolymers. Ph_3Bi proved to be a suitable catalyst to obtain copolymers presenting random morphologies, while SnOct_2 led to copolymers of blockier nature.

The number average sequence length of ϵ -lactide was determinant in the crystallization capability of the

obtained PLCL copolymers, with increasing values of l_A leading to higher crystal fractions.

The crystallization analysis showed a plethora of morphologies depending on the thermal treatment and the composition and chain microstructure of the PLCL.

Finally, the preliminary work of the cell adhesion study permitted the verification of the cells' ability to adhere to the developed material.

5.- BIBLIOGRAPHY

- [1] H. Ye, K. Zhang, D. Kai, Z. Li, and J. Loh, "Polyester elastomers for soft tissue engineering," *Chem. Soc. Rev.*, 2018.
- [2] E. Costa Martínez *et al.*, "Human chondrocyte morphology, its dedifferentiation, and fibronectin conformation on different PLLA microtopographies," *Tissue Eng.*, 2008.
- [3] H. Ye, K. Zhang, D. Kai, Z. Li, and X. J. Loh, "Polyester elastomers for soft tissue engineering," *Chem. Soc. Rev.*, 2018.
- [4] J. M. Ugartemendia, "In a search for tough polylactides for tissue regeneration: poly (l-lactide-co- ϵ -caprolactone) and its blends with poly (l-lactide)," UPV/EHU, 2014.
- [5] J. Fernández, A. Larrañaga, A. Etxeberria, W. Wang, and J. R. Sarasua, "A new generation of poly(lactide/ ϵ -caprolactone) polymeric biomaterials for application in the medical field," *J. Biomed. Mater. Res.*, 2014.
- [6] R. V. Castillo, A. J. Müller, J. M. Raquez, and P. Dubois, "Crystallization kinetics and morphology of biodegradable double crystalline PLLA- b -PCL diblock copolymers," *Macromolecules*, 2010.
- [7] H. Tsuji, Y. Tezuka, S. K. Saha, M. Suzuki, and S. Itsuno, "Spherulite growth of l-lactide copolymers: Effects of tacticity and comonomers," *Polymer (Guildf.)*, 2005.
- [8] J. Fernández, "Synthesis and Characterization of Biodegradable Thermoplastic Elastomers for Medical Applications: Novel copolyesters as an alternative to polylactide and poly(ϵ -caprolactone)," UPV/EHU, 2016.
- [9] S. M. Weidner and H. R. Kricheldorf, "The Role of Transesterification in SnOct_2 -Catalyzed Polymerizations of Lactides," *Macromol. Chem. Phys.*, 2017.
- [10] Y. Wang, M. Xia, X. Kong, S. J. Severtson, and W. J. Wang, "Tailoring chain structures of l-lactide and ϵ -caprolactone copolyester macromonomers using: Rac-binaphthyl-diyl hydrogen phosphate-catalyzed ring-opening copolymerization with monomer addition strategy," *RSC Adv.*, 2017.
- [11] Z. Wei, C. Jin, Q. Xu, X. Leng, Y. Wang, Y. Li, "Synthesis, microstructure and mechanical properties of partially biobased biodegradable poly(ethylene brassylate-co- ϵ -caprolactone) copolyesters," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 2018.

AVANCES EN LA OXIDACIÓN ELECTROLÍTICA POR PLASMA DE ALEACIONES DE ALUMINIO

Jonás Carnero García¹, Marta Mohedano Sánchez¹

¹Departamento de Ingeniería Química y de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, 28040, Madrid, jcarnero@ucm.es

¹Departamento de Ingeniería Química y de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, 28040, Madrid, mmohedan@ucm.es

Resumen: El presente trabajo afronta de manera novedosa uno de los retos actuales de los recubrimientos mediante oxidación electrolítica por plasma (OEP) que es su elevado consumo energético en el caso concreto de las aleaciones de aluminio. El objetivo ha sido desarrollar recubrimientos OEP con un bajo consumo energético, pero manteniendo sus buenas propiedades de desgaste y corrosión. Para la reducción de consumo energético se han investigado estrategias de capa precursora de anodizado y variación de la frecuencia (50 y 400 Hz). Los recubrimientos generados se han estudiado con un enfoque global incluyendo su caracterización (MEB, EDX), comportamiento a desgaste y evaluación de la corrosión. Resultados muy prometedores se obtuvieron para recubrimientos OEP con capa precursora de anodizado y elevadas frecuencias.

Palabras clave: aleación de aluminio, oxidación electrolítica por plasma, anodizado, frecuencia, consumo energético, desgaste, corrosión.

1. INTRODUCCIÓN.

Las aleaciones de aluminio son de gran interés ya que reducen considerablemente el peso de componentes en aplicaciones donde dicho factor sea determinante. Estas aleaciones tienen una buena resistencia mecánica, elevada ductilidad y buena resistencia a la corrosión en gran variedad de medios. Sin embargo, en ambientes agresivos y en situaciones de elevadas exigencias tanto a corrosión como desgaste estos materiales requieren un tratamiento superficial adecuado [1].

Convencionalmente, el tratamiento de protección frente a la corrosión más utilizado es el anodizado. Desde hace años cabe destacar los progresos de dicha técnica que han derivado en tratamientos de oxidación electrolítica por plasma (OEP). Este tratamiento suele realizarse en aleaciones de Al, Ti y Mg [2] dando lugar a recubrimientos cerámicos multifuncionales que dotan al material de mejores propiedades dieléctricas, de barrera térmica, comportamiento al desgaste y a la corrosión [3]. Debido al empleo de altos voltajes (200-600 V) y densidades de corriente (10-60 A dm⁻²) en comparación con el anodizado se produce la ruptura dieléctrica dando lugar a microdescargas en plasma y un aumento local de la presión y temperatura lo que da lugar a un elevado número de reacciones químicas, electroquímicas y de oxidación térmica en plasma que producen fases óxidas cristalinas de elevada estabilidad como α -Al₂O₃ y γ -Al₂O₃, y dotan al recubrimiento de propiedades excepcionales como son una alta dureza, resistencia térmica y al desgaste, asociadas con la presencia de α -Al₂O₃ en el recubrimiento. Los procesos OEP presentan una duración aproximada de 10-60 minutos en función del material sustrato y el espesor del recubrimiento deseado [3].

Los recubrimientos típicos generados por OEP en aleaciones de Al presentan un espesor de 50-100 μ m y se componen por el óxido del propio material con elementos procedentes del electrolito. A nivel de microestructura suelen presentar una morfología dividida en tres capas: i) una primera capa barrera amorfa densa adyacente al sustrato responsable de la resistencia a la corrosión del recubrimiento, ii) una segunda capa intermedia compuesta principalmente por α -Al₂O₃ con grietas y poros de tamaño submicrométrico que representa el 70-95% del espesor total del recubrimiento y proporciona la principal funcionalidad termomecánica y tribológica, y iii) una capa porosa externa de baja dureza compuesta principalmente por γ -Al₂O₃ que constituye el 5-30% del espesor total.

Este tipo de tratamientos tienen una gran limitación, ya que requieren altos consumos energéticos debido a dos razones: i) es un proceso de alta intensidad energética ya que emplea voltajes y densidades de corrientes mucho más elevados que el anodizado [3] y ii) el proceso tiene una baja eficiencia ya que menos de 1/3 de la corriente consumida se emplea en la formación de las capas de óxido y se da una excesiva evolución de oxígeno en comparación con la cantidad que deberían marcar las leyes de Faraday [1].

Actualmente existen diferentes estrategias para mejorar la eficiencia energética como son el empleo de agentes acomplejantes, el diseño de forma de onda y geometría de la celda o el uso de capas anódicas precursoras [1]. En esta última estrategia, se va a centrar el presente trabajo. La estrategia se basa en conseguir mediante anodizado a bajo coste un espesor suficiente para que luego durante el OEP se produzca un régimen especial de microdescargas llamado “chispas suaves” el cual se caracteriza por disminuir la evolución anómala de los

gases y da lugar a recubrimientos más densos y uniformes con mayor velocidad de crecimiento [4]. Para que se dé este régimen es necesario un cierto espesor de la capa óxido, el cual se consigue con la capa de pre-anodizado. A día de hoy ya se ha demostrado la eficacia del uso de capas de pre-anodizado en recubrimientos OEP, aunque son necesarios estudios que analicen el efecto de otros parámetros eléctricos como es la frecuencia en el consumo energético de recubrimientos OEP con y sin capa de pre-anodizado, además de analizar su influencia en la caracterización, en las propiedades de desgaste y frente a la corrosión.

2. OBJETIVOS.

El objetivo general de este trabajo es la generación de recubrimientos OEP sobre la aleación de aluminio 6082-T6 con bajo consumo energético y buenas propiedades de desgaste y corrosión. Los objetivos específicos consisten en analizar el efecto de la presencia de la capa de pre-anodizado y la frecuencia en el consumo energético del proceso OEP, y estudiar los recubrimientos seleccionados respecto a caracterización, comportamiento a desgaste y corrosión empleando técnicas de MEB, EDX, medidas tribológicas y de corrosión mediante espectroscopía de impedancia electroquímica.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

Como material de partida se empleó una aleación de aluminio 6082-T6. Para realizar el anodizado convencional se empleó una fuente de alimentación de corriente continua, un electrolito compuesto de ácido sulfúrico al 24,5% en peso a 50 V durante 800s.

Los recubrimientos OEP fueron desarrollados con corriente alterna a dos frecuencias diferentes (50 y 400 Hz) tanto con capa anódica precursora (A+OEP) como sin ella (OEP) empleando un electrolito mixto base silicato-fosfato. Cabe recalcar que los tratamientos fueron parados 600s tras la caída de corriente para garantizar un espesor homogéneo de los recubrimientos. En la Tabla 1 se presentan los parámetros empleados en los tratamientos OEP.

Tabla 1. Parámetros empleados en los distintos recubrimientos OEP.

Condición	OEP_50
	A+OEP_50
	OEP_400
	A+OEP_400
$J_{\max}$ (mA/cm ²)	500
Rampa V (s)	60
V_{pp}/V_{pn} (V)	490/-110
t (s)	Variable
T (°C)	20

La energía total específica (E_{TOTAL} específica) (Kw h m⁻² μm⁻¹) fue calculada mediante la suma de la energía consumida en el proceso OEP (E_{OEP}) dada por la Ecuación 1, y la consumida durante el proceso de anodizado en aquellas muestras donde se realizó (E_{ANOD}

= 2,3 Kw h m⁻²) dividido entre el espesor del recubrimiento.

$$E_{PEO} = \int_{t_0}^t (V \cdot i) \left[\frac{W \cdot s}{m^2} \right] dt \quad (1)$$

donde V es el voltaje instantáneo, i es la densidad de corriente instantánea, t_0 es el tiempo inicial del experimento y t es el tiempo final del experimento.

El comportamiento a desgaste fue evaluado mediante ensayos con un tribómetro pin-on-disk empleando una bola de WC, cargas de 10 N y una distancia ensayada de 120 m. Las estimaciones de los volúmenes de desgaste ($Vol_{desgaste}$) se obtuvieron mediante microscopía de variación de foco 3D, y la velocidad de desgaste ($V_{desgaste}$) fue hallada mediante la Ecuación 2:

$$V_{desgaste} = \frac{Vol_{desgaste}}{P \cdot d} \quad (2)$$

donde P es la carga aplicada (N), y d es la distancia de deslizamiento ensayada (m).

El comportamiento a corrosión fue estudiado mediante ensayos de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) tras inmersiones de 1 hora en solución salina al 3,5% en peso.

Todos los recubrimientos fueron caracterizados con un microscopio electrónico de barrido (MEB) equipado con un sistema de análisis de energías dispersivas de rayos X (EDX) y con microscopía de variación de foco 3D.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

4.1. Respuesta eléctrica y eficiencia energética.

En la Figura 1 se representan las curvas rms voltaje-corriente-tiempo de los diferentes recubrimientos OEP. En ella se aprecia una caída de corriente que coincide con el momento en el que se establece uniformemente el régimen de “chispas suaves” por toda la superficie de las muestras.

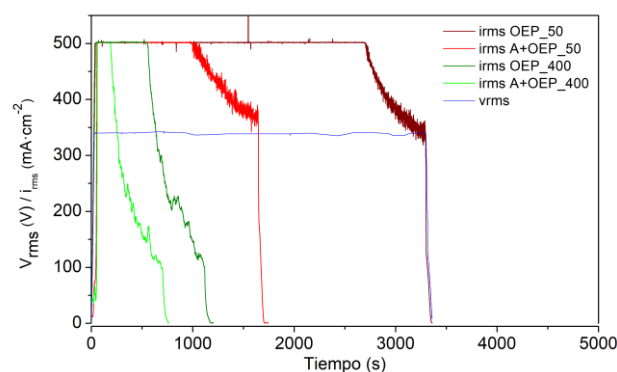


Figura 1. Curvas rms voltaje-corriente-tiempo de los distintos recubrimientos OEP generados.

Se observa un efecto beneficioso de elevadas frecuencias tanto en los tratamientos OEP directos como con capa de pre-anodizado, obteniendo tiempos de caída más tempranos. También se da un efecto positivo de la capa de pre-anodizado en la caída de corriente tanto en los recubrimientos generados a 50 Hz como a 400 Hz. Por tanto, cabe destacar un efecto beneficioso tanto de

elevadas frecuencias como el uso de capa de pre-anodizado. El recubrimiento OEP que muestra el mejor comportamiento es A+OEP_400 ya que muestra la caída de corriente más temprana de todos los recubrimientos. En la Tabla 2 se presentan parámetros relevantes del consumo energético para todas las condiciones estudiadas.

Tabla 2. Parámetros relevantes de los diferentes recubrimientos OEP generados.

Condición	E_{OEP} (Kw h m ⁻²)	E_{TOTAL} específica (Kw h m ⁻² μm ⁻¹)
OEP_50	766,3	7,9
A+OEP_50	398,2	4,5
OEP_400	239,7	5,99
A+OEP_400	87	1,9

Se observa una relación directa entre los tiempos de caída de corriente y el consumo energético específico (E_{TOTAL} específica), pues a menor tiempo de caída de la corriente, menor consumo energético específico. En cuanto al efecto de la frecuencia en el consumo energético, en el caso de los tratamientos OEP directos se observa un ahorro de hasta el 23% empleando elevadas frecuencias. El mismo comportamiento se da en los tratamientos OEP con capa de pre-anodizado dándose un ahorro energético de hasta el 58%. En cuanto al efecto de la capa de pre-anodizado, se observa el mismo comportamiento tanto en los recubrimientos generados a 50 Hz como a 400 Hz, dándose un ahorro energético de hasta 43% y 69% respectivamente. Cabe señalar que el mayor ahorro energético es del 76% y se obtiene al comparar OEP_50 frente a A+OEP_400.

4.2. Caracterización de los recubrimientos OEP.

Los valores de espesores y velocidad de crecimiento se recogen en la Tabla 3. Se aprecia que a menores frecuencias se obtienen mayores espesores, mientras que empleando capas de pre-anodizado no se observan cambios relevantes. En cuanto a la velocidad de crecimiento, se observa un efecto positivo tanto de elevadas frecuencias como de capas de pre-anodizado, siendo A+OEP_400 la condición con mayor velocidad de crecimiento.

Tabla 3. Espesores y velocidades de crecimiento para los distintos recubrimientos OEP.

Condición	Espesor (μm)	$V_{crecimiento}$ (μm min ⁻¹)
OEP_50	97 ± 4	1,7
A+OEP_50	89 ± 2	3,06
OEP_400	40 ± 3	1,9
A+OEO_400	47 ± 3	3,7

La caracterización mediante MEB de la sección longitudinal y transversal de los distintos recubrimientos OEP se muestran en la Figura 2. La vista longitudinal muestra una morfología tipo cráter debido a la evolución de los gases durante el proceso, junto a poros y microgrietas en los lugares de los canales de descarga debido a tensiones térmicas y desprendimiento de gases a través del material fundido durante el proceso [5].

Tanto el uso de elevadas frecuencias como el empleo de capa de pre-anodizado no afectan significativamente a la morfología. En la sección transversal se revela una estructura dividida en 3 capas: i) Una capa extremadamente porosa, ii) una capa densa intermedia y iii) una capa barrera de tamaño submicrométrico adyacente al sustrato.

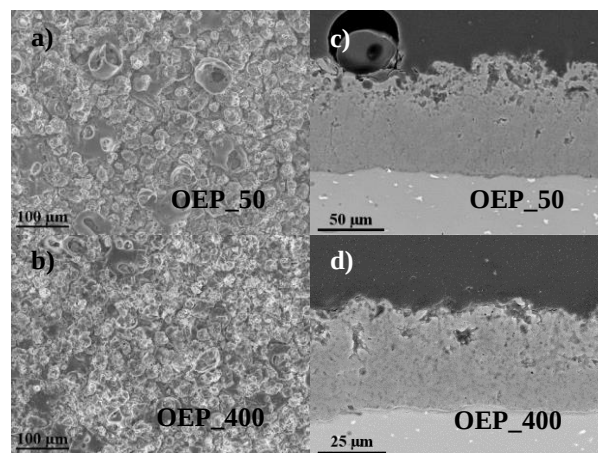


Figura 2. Caracterización mediante MEB de los recubrimientos OEP: a) y b) Sección longitudinal de OEP_50 y A+OEP_400 respectivamente; c) y d) Sección transversal OEP_50 y A+OEP_400 respectivamente.

4.3. Evaluación del comportamiento a desgaste.

La Figura 3 muestra los valores de velocidad de desgaste. En cuanto al efecto de elevadas frecuencias, tanto en tratamientos OEP directos como con capa de pre-anodizado se observó un efecto beneficioso, ya que se redujo el volumen de desgaste y la velocidad de desgaste. En cuanto al efecto de la capa de pre-anodizado, en los tratamientos realizados a 50 Hz se dio un efecto positivo, mientras que en los tratamientos realizados a 400 Hz se obtuvieron valores ligeramente inferiores, siendo necesarios otros estudios como DRX y microscopía electrónica de transmisión (MET) para interpretar en más profundidad dichos resultados ya que puede deberse a diferencias en las fases cristalinas presentes. La condición OEP_400 obtuvo el menor desgaste.

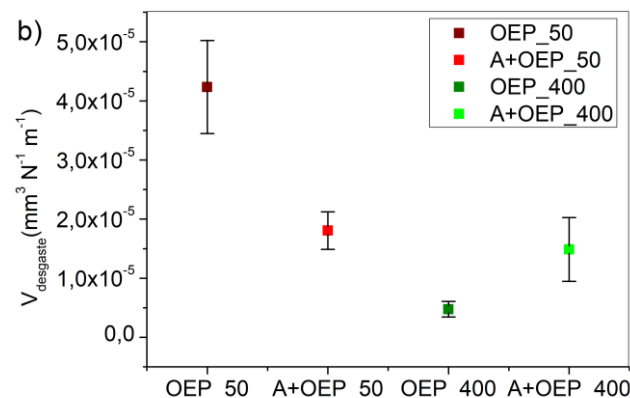


Figura 3. Representación de los valores de velocidad de desgaste de los recubrimientos OEP.

La caracterización por MEB de las secciones longitudinales y transversales de los recubrimientos OEP tras los ensayos de desgaste se muestran en la Figura 4. En la sección longitudinal se observó que las anchuras de las huellas están en concordancia con los valores de volumen y velocidad de desgaste obtenidos anteriormente, siendo OEP_400 la muestra con menor anchura de huella. La caracterización mediante MEB de la sección transversal reveló una ligera curvatura como resultado de los ensayos de desgaste. Se observan zonas brillantes en las capas más externas de los recubrimientos que corresponden a capas tribológicas ricas en W debido al daño realizado por la bola de los ensayos de desgaste según revelan los análisis EDX realizados en dichas zonas. Estos mismos análisis revelaron que los recubrimientos se constituyen tanto de elementos provenientes del electrolito (Na, Si, P, K) como del material sustrato (Al).

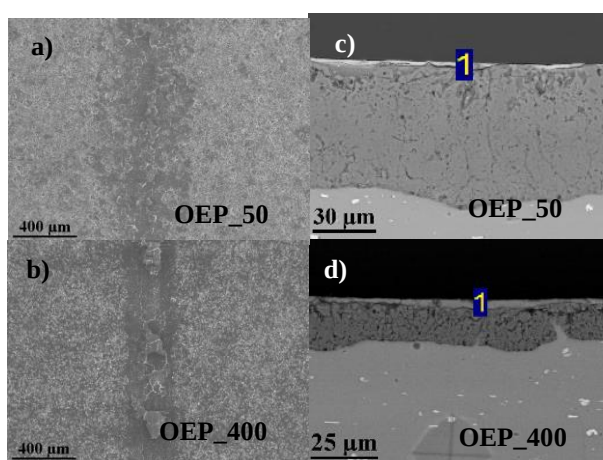


Figura 5. Caracterización mediante MEB de los recubrimientos OEP tras los ensayos de desgaste. a) y b) Sección longitudinal de OEP_50 y OEP_400 respectivamente; c) y d) Sección transversal de OEP_50 y OEP_400 respectivamente.

4.4. Medidas de resistencia a la corrosión.

Se realizaron ensayos de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) tras inmersiones de 1 hora en solución salina al 3,5% en peso, y se tomó el valor de módulo de impedancia a 0,01 Hz como indicativo del comportamiento global a la corrosión cuyos valores se reflejan en la Figura 5.

El uso de frecuencias elevadas tuvo un efecto beneficioso tanto en tratamientos OEP directos como en tratamientos con capa de pre-anodizado, obteniéndose mayores valores del módulo de impedancia. En cuanto a la influencia de las capas de pre-anodizado, no se obtuvieron cambios relevantes. Cabe destacar que en la condición A+OEP_400 se obtuvieron valores ligeramente inferiores del módulo de impedancia. La condición OEP_400 presenta el mejor comportamiento a corrosión, obteniendo el mayor valor del módulo de impedancia.

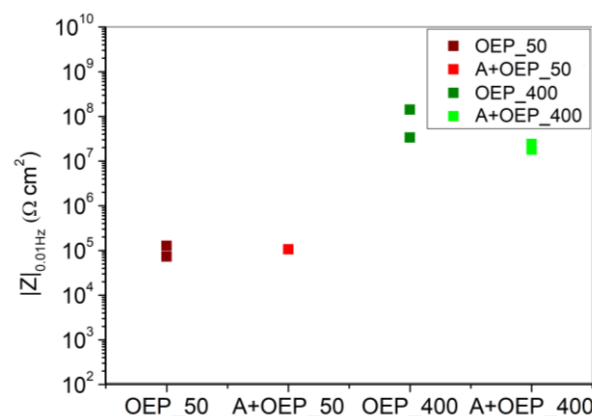


Figura 5. Representación de los valores de módulo de impedancia total a 0,01 Hz tras inmersiones de 1h en NaCl al 3,5%.

5. CONCLUSIONES.

Los valores de consumo energético más bajos se obtuvieron para el tratamiento OEP con capa anódica precursora a 400 Hz, presentando un 76% de ahorro de energía en comparación con el tratamiento OEP directo a 50 Hz que es la condición menos eficiente.

Respecto al comportamiento a desgaste, el uso de elevadas frecuencias claramente mejora la respuesta con resultados de menores volúmenes y velocidades de desgaste tanto para capas OEP y A+OEP.

La evaluación de la corrosión mostró un efecto positivo del empleo de elevadas frecuencias en todas las capas OEP generadas con módulos de impedancia superiores; mientras que la presencia o no de capa precursora de anodizado en el comportamiento a corrosión no influye de forma significativa.

6. REFERENCIAS.

- [1] Matykina, E., Arrabal, R., Mohedano, M., Mingo, B., Gonzalez, J., Pardo, A., Merino, M. C., Recent advances in energy efficient PEO processing of aluminium alloys, Transactions of Nonferrous Metals Society of China 27 (2017), 1439-1454.
- [2] Mohedano, M., Lu, X., Matykina, E., Blawert, C., Arrabal, R., Zheludkevich, M.L., Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) of Metals and Alloys, Surface Science and Electrochemistry (2014), 423-433.
- [3] Matykina, E., Arrabal, R., Pardo, A., Mohedano, M., Mingo, B., Rodríguez, I., González, J., Energy-efficient PEO process of Aluminium Alloys, Materials Letters 127 (2014), 13-16.
- [4] Mohedano, M., Matykina, E., Arrabal, R., Mingo, B., Zheludkevich, M.L., PEO of rheocast A356 Al alloy: energy efficiency and corrosion properties, Surface and interface analysis 48 N°8 (2015), 953-959.
- [5] Yerokhin, A.L., Nie, X., Leyland, A., Matthews, A., Plasma electrolysis for surface engineering, Surface & Coatings Technology 122 (1999), 73-93.

PASADO, PRESENTE Y FUTURO DE LA REVISTA CIENTÍFICA “MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN”.

M. M. Alonso y F. Puertas

Instituto de Ciencias de la Construcción “Eduardo Torroja” (IETcc-CSIC). Madrid, España

Autora de contacto: Dra. Mar Alonso. mmalonso@ietcc.csic.es

Resumen: *Materiales de Construcción* es una revista científica internacional editada por el CSIC. En 2021 celebra su 70 Aniversario. En este artículo se hace un breve repaso histórico de su evolución en estos 70 años; y su situación actual (temáticas, índices de impacto, indicadores de calidad, repercusión internacional, etc.). *Materiales de Construcción* es una de las revistas más importantes de España y referente internacional en su ámbito de investigación.

Palabras clave: Materiales de Construcción, Revista científica internacional, Índices de Impacto. Indicadores de calidad. Evolución histórica

1. UN POCO DE HISTORIA.

Este año 2021, la revista científica *Materiales de Construcción*, publicada por el CSIC y gestionada en el Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja (IETcc-CSIC), celebra su 70 aniversario. Setenta años en los que la Revista ha ido evolucionando y cambiando conforme a los tiempos y a las necesidades científicas de cada época. En un comienzo en los años 50 del siglo XX, la Revista se denominaba “*Últimos Avances en Materiales de Construcción*”, se editaba únicamente en español, su tirada se hacía en multicopista (Figura 1) y se publicaban fundamentalmente resúmenes y reseñas de artículos científicos sobre cementos y hormigones publicados en revistas extranjeras.



Figura 1. Portada del primer número de la Revista “Últimos avances en Materiales de Construcción” (1951) y del número 263-264 (2001).

En 1957, se comenzó con la edición en papel en imprenta con artículos en castellano de científicos españoles y extranjeros, y las portadas llevaban entonces una gran fotografía en blanco y negro con motivos relacionados con los materiales de construcción. En los años 80, los artículos pasan a ser bilingües (castellano e inglés) y se produce un nuevo cambio de imagen (Figura 1). El paso al bilingüismo propició la difusión e internacionalización

de la Revista, lo que condujo en 1998 a la inclusión de la revista en el Science Citation Index.

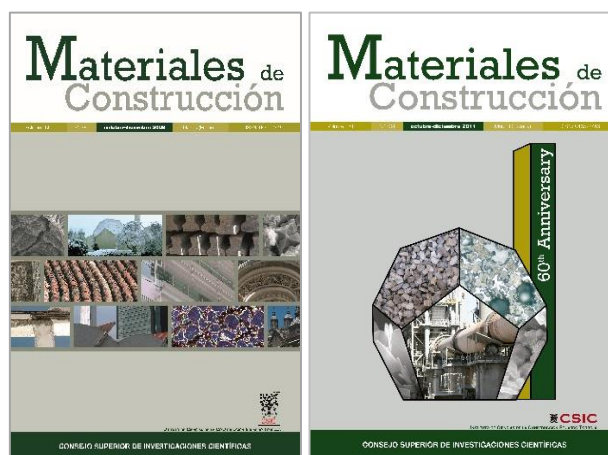


Figura 2. Portadas del número 281 (2006) primero de la nueva imagen corporativa del CSIC y la portada conmemorativa del 60 aniversario (2011).

En el año 2006 y siguiendo las directrices corporativas del CSIC, se cambió de nuevo la portada, vigente a día de hoy (Figura 2), y *Materiales de Construcción* pasó a formar parte de un portal de acceso abierto (Open Access) para todas las revistas del CSIC [1, 2]. En esta misma Figura 2 se muestra la portada correspondiente al 60 aniversario de la revista (año 2011) y que coincidió con la celebración del XIII *International Congress on the Chemistry of Cement*, organizado por el IETcc y celebrado en Madrid.

Por último, en 2014 se produjo un cambio importante, ya que la revista pasó a publicarse únicamente en formato digital y en inglés, lo que sin duda supuso un aumento de la visibilidad e internalización de la revista. Los artículos se publican en la página WEB de la revista (<https://materconstrucc.revistas.csic.es/index.php/materconstrucc>). Es importante destacar también, que están digitalizados los contenidos de la revista desde el año 1957 hasta la actualidad. Este año 2021, la portada de la

revista es un homenaje a todas esas portadas que marcaron una época en la historia de Materiales de Construcción (Figura 3).

Por último, destacar que, a lo largo de estos años, varios han sido los científicos que han estado a cargo de la dirección y gestión de la revista, todos ellos científicos de prestigio y referentes en su campo, como los Profesores José Calleja, Demetrio Gaspar, Francisco Soria, Tomás Vázquez y Francisca Puertas.

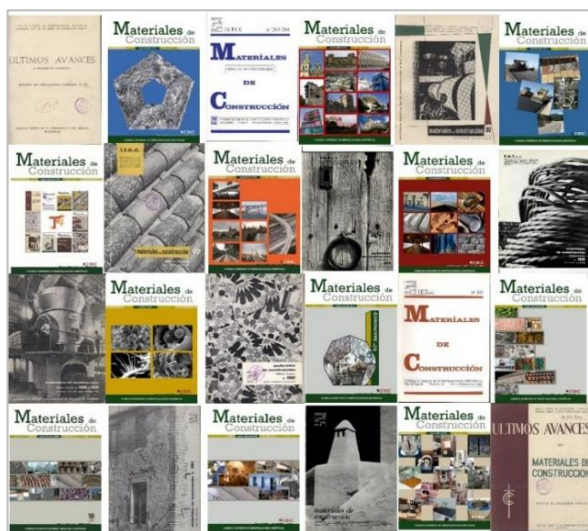


Figura 3. Portadas históricas de la revista que conforman la base de la portada del volumen 71, correspondiente al 70 aniversario de la revista (2021).

2. MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN EN LA ACTUALIDAD

Materiales de Construcción es una revista científica, referente a nivel nacional e internacional en el campo de los materiales de construcción. En origen la mayor parte de los artículos publicados estaban enmarcados en temas relacionados con el estudio y el comportamiento de cementos y hormigones (con enfoques diversos como durabilidad del hormigón, físico-química de procesos de formación de cementos, elaboración de morteros, reología). En la actualidad suponen cerca del 60% de los artículos publicados.

No solo se han publicado y publican artículos sobre cementos y hormigones, también están presentes en la revista otros materiales de construcción como la madera, vidrio, cales, materiales bituminosos, rocas, cerámicos, suelos, composites, etc. De hecho, la revista Materiales de Construcción ha dedicado números monográficos a algunos de estos materiales, como al vidrio (Vol. 46 No. 242-243, 1996), a los materiales compuestos (Vol. 47 No. 247-248, 1997), a la piedra natural (Vol. 58 No. 289-290, 2008) y a los materiales bituminosos (Vol. 67, No. 289-290, 2017).

A lo largo de los años, y acorde con la actualidad y necesidades de la sociedad, las temáticas de los artículos publicado en *Materiales de Construcción* han ido

evolucionando hacia aspectos más relacionados con la sostenibilidad y la Economía circular (incluyendo obviamente también temas relacionados con cementos y hormigones). La reutilización de muchos y muy diversos residuos y/o subproductos industriales en la preparación de materiales de construcción más sostenibles es un aspecto que se recoge en muchos artículos publicados en la revista en la última década. Especial interés han tenido temas relacionados con cementos y hormigones más eco-eficientes y con baja huella de carbono como los cementos belíticos, con adiciones minerales, cementos LC3 y cementos activados alcalinamente o geopolímeros.

La temática de restauración y conservación de los materiales de los monumentos del Patrimonio Histórico, también está muy presente en los artículos publicados en la revista, siendo ésta un referente en las investigaciones en este sector.

La calidad científica y editorial de *Materiales de Construcción* ha sido reconocida a lo largo de estos 70 años. La revista está indizada en las principales bases de datos nacionales e internacionales, como Web of Science: Journal Citation Reports (JCR) y Science Citation Index Expanded (SCI); SCOPUS, CWTS Leiden Ranking (Journal indicators), REDIB o DOAJ, entre otras.

La revista cumple con los todos los criterios de calidad editorial Latindex y tiene el sello de Calidad Editorial FECYT (desde 2014), que ha sido recientemente renovado. Dentro de los indicadores de la calidad editorial se encuentran, entre otros, la publicación en PDF, HTML y XML, la asignación de DOI a los documentos, la presencia del ORCID de los autores, utilización de códigos de buenas prácticas y el empleo de herramientas anti plagio. Estos reconocimientos son el reflejo de una gestión editorial transparente, de acuerdo a las más exigentes normas bibliográficas internacionales.

La inclusión en 1998 de los contenidos de *Materiales de Construcción* en el JCR provocó un incremento de los artículos recibidos en la revista, siendo ese incremento de más de 480%. Este aumento de recepción de artículos ha hecho que el Comité de Redacción y Asesor, junto con la dirección de la revista, hayan extremado los requisitos para la aceptación de manuscritos, buscando la calidad y novedad científica. Esto ha supuesto que el índice de rechazo de artículos se haya elevado hasta el 80% de los recibidos.

En la Figura 4 se ve la evolución en el número de citas que han recibido los artículos publicados en la revista entre 1998 (cuando se recogió por primera vez a la revista en JCR) y 2020. Se ven unos cambios de pendiente destacables cuando la revista empezó a publicarse como Open Access (2006), y con un incremento exponencial cuando se pasó a la edición electrónica y a publicación de los artículos únicamente en inglés (2014). Estos cambios han supuesto un incremento muy importante en la visibilidad de la revista a nivel internacional. Es importante destacar que estas citas proceden, en su gran mayoría, de las revistas científicas más relevantes en el

campo de los materiales de construcción, y que, además, el porcentaje de autocitas es muy bajo (estos últimos años está en, tan solo, un 6% del total de citas).

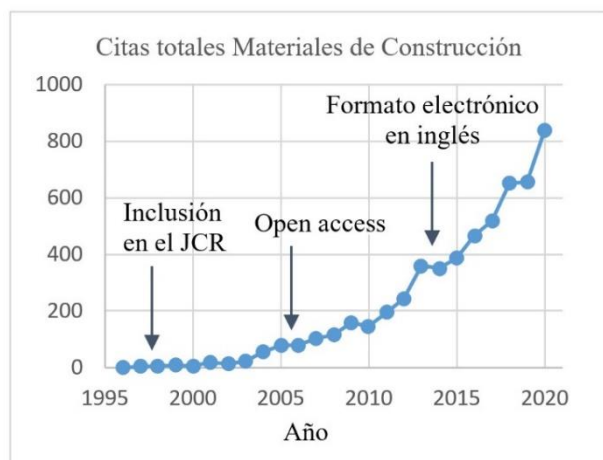


Figura 4 Número de citas de artículos de la revista entre 1996 y 2020. Elaboración propia a partir de datos Web of knowledge

En el Journal Citation Index de WoS, los contenidos de la revista están recogidos en las áreas temáticas “Materials Science, Multidisciplinary” y “Construction and Building Technology”. Concretamente, dentro de esta última área, desde 1998 hasta la actualidad, se ha ido produciendo un incremento progresivo y notable del “Impact Factor (IF)” tal y como se puede observar en la Figura 5. En la actualidad de IF (2020) es a 2 años de 1.619 y a 5 años de 2.285.

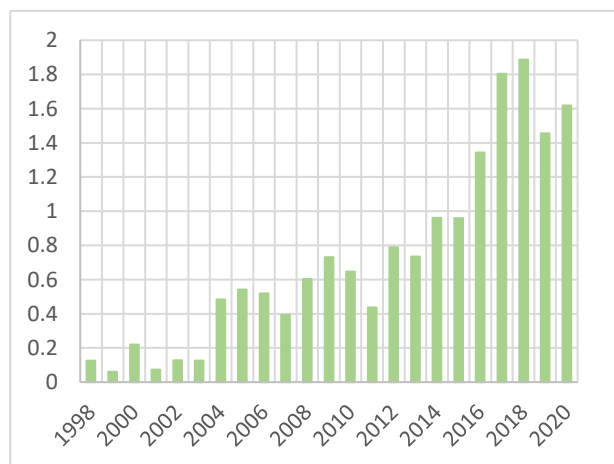


Figura 5. Índice de Impacto en el periodo 1998 a 2020

En la base de datos de Scopus, *Materiales de Construcción* presenta un CiteScore de 2.9 en 2020, lo que la sitúa en el área temática de Building and Construction en la posición 66 de 185 revistas y un percentil del 64%.

Materiales de Construcción también está presente en el Scimago Journal Rank en la categoría “Building and Construction” con un índice que ha ido aumentando con los años. En la actualidad este índice es de 0.539 y la

revista ocupa la posición 58 de 162, siendo la primera revista española en este listado

Asimismo, la Red Iberoamericana de Innovación y Conocimiento Científico (REDIB) presenta anualmente una clasificación de las principales revistas iberoamericanas de diferentes áreas científicas, y *Materiales de Construcción* se encuentra desde hace años en los puestos de cabeza del ranking REDIB. En el año 2020, la revista ocupaba el puesto 34 de un total de 1199 revistas, lo que supone un verdadero hito para una revista científica española.

Todos estos indicadores de calidad, visibilidad e impacto, ponen de manifiesto el trabajo llevado a cabo a lo largo de la historia de la revista.

Y junto con estos cambios en los indicadores, se han producido otro tipo de cambios. La procedencia geográfica de los autores de los artículos recibidos ha cambiado de forma radical, con una mayor internacionalización. Se ha evolucionado desde los inicios de la revista, de contar únicamente con autores españoles, a ser cada vez más diversos los países de origen de los artículos recibidos. A modo de ejemplo, entre los años 2003-2013, el 76% de los artículos provenían de Europa, con un 70% de procedencia española y un 24% de países de Hispanoamérica [3]. Sin embargo, a partir de 2015, a raíz de la implantación del inglés como idioma único de la revista, la procedencia cambió de manera sustancial, con una mayor presencia de artículos de autores de todas las partes del mundo.

Asimismo, hay que destacar que el 40% de los artículos aceptados y por lo tanto publicados, son de autores no españoles.

La revista tiene una implantación consolidada en España, y prueba de ello, es la procedencia de los artículos que se reciben en la su redacción, que provienen de instituciones de reconocido prestigio. Dentro de las instituciones españolas que más publican en *Materiales de Construcción* se encuentran el CSIC, las universidades Politécnicas de Madrid, de Barcelona, de Valencia y de Cartagena, y de prácticamente todas las universidades españolas, entre las que destacamos, la de Granada, Zaragoza y Alicante [4].

Entre las Universidades extranjeras merecen mención especial la Universidad del Valle (Colombia), la Universidad Autónoma (Chile), la Universidade de Lisboa (Portugal), la Suzhou University (China), la University of Pannonia (Polonia), la Georgia Southern University (USA), la University of São Paulo (Brasil), la Università degli Studi di Pavia (Italia) y un largo etcétera.

3. RETOS DE FUTURO

Todos estos logros, cambios y mejoras han sido, en definitiva, el fruto del esfuerzo y del entusiasmo de muchas personas que han trabajado y apoyado a la revista no solo desde la Dirección y Secretaría de la revista o desde los Comités Editoriales. Han sido fundamentales también el apoyo editorial del Instituto de Ciencias de la

Construcción Eduardo Torroja y de Editorial CSIC y, por supuesto, el compromiso de los autores, revisores científicos y lingüísticos de los artículos.

Y en esta línea seguiremos apostando por seguir avanzando y renovándonos, trabajando por una mayor visibilidad: completar el contenido de artículos históricos en la WEB (en la actualidad están visibles desde 1957 hasta la actualidad), mejorar la presencia en redes sociales donde ya tenemos presencia en twitter (twitter.com/MaterialesdeCo3). Trabajaremos también para implantar herramientas de gestión más modernas a través de una plataforma on-line, y seguiremos luchando por mantener la calidad y aumentar el impacto de la revista. Aún queda por hacer y esperamos cumplir nuestras expectativas.

Desde estas líneas queremos invitar a todos los lectores de MATERIAL-ES a conocer nuestra revista. Más información sobre la misma se puede consultar en la web (<https://materconstrucc.revistas.csic.es/index.php/materconstrucc>). Agradecemos muy sinceramente al Prof. Rodrigo Moreno y a SOCIEMAT su invitación para presentar este artículo sobre la revista *Materiales de Construcción*, que esperamos sirva para su mejor conocimiento y difusión en el ámbito nacional de los materiales.

9.- REFERENCIAS.

- [1] Calleja, J., “Fiftieth anniversary of the journal “Últimos Avances en Materiales de Construcción”, Mater. Construcc. 2001, 51(263-264). <https://doi.org/10.3989/mc.2001.v51.i263-264.349>
- [2] Puertas, F., Alonso, M. “Materiales de Construcción: Paths tread paths new”. Mater. Construcc. 2014, 64(313)
- [3] Sorli-Rojo, A., Mochón-Bezares, G., “Materiales de Construcción’ Journal, 2003-2012: A bibliometric analysis” Mater. Construcc. 2013, 63 (312) pp , 613-621. <https://doi.org/10.3989/mc.2013.07513>
- [4] Sorli-Rojo, A., Mochón-Bezares, G. “Bibliometric analysis of the journal Materials of Construction: 1 2013-2020” Mater. Construcc. 2021, 71 (344). <https://doi.org/10.3989/mc.2021.10421>

NORMAS DE PRESENTACION DE LA REVISTA “MATERIAL-ES”

A. Pérez¹, M. Martínez¹, J. López²

¹Centro y dirección 1, antper@unizere.es

²Centro y dirección 2

Resumen: En el siguiente texto se presentan las normas para la presentación de los trabajos completos. (*El formato en el que se presenta el presente texto, sirve de orientación a la estructura del trabajo*). El no cumplimiento de estas directrices puede implicar la exclusión del trabajo en la revista.

Palabras clave: palabras clave que caractericen el contenido del artículo separadas por comas.

1. EXTENSIÓN.

Se admitirán trabajos completos de hasta 4 páginas (máximo) incluyendo todas las secciones, ajustándose al formato que se indica a continuación. Para su correcto procesamiento, el fichero resultante deberá tener un tamaño menor a 10 MB.

2. FORMATO GENERAL.

Los márgenes serán de 2 cm en todos los casos (superior, inferior, derecha e izquierda). El texto debe ajustarse a 2 columnas (Excepto el Título, Autores y Resumen), con espaciado entre columnas de 1cm. Se utilizará espaciado simple entre líneas de texto dejando una línea en blanco entre párrafos (sin sangrado), así como entre el encabezado de cada apartado y el texto.

Tipo de letra para el texto principal: Times New Roman 10.

3. TÍTULO.

Centrado la parte superior de la primera hoja sin dejar espacio. Letra: Times New Roman 12, mayúsculas y **negrita**.

4.- AUTORES.

El nombre de los autores constará centrado debajo del título, dejando una línea en blanco. Tipo de letra: Times New Roman 11 **negrita cursiva** y en minúsculas. Deberá subrayarse el nombre del autor que presenta el trabajo y la pertenencia a distintos centros se indicará con un superíndice detrás del nombre.

Tras una línea en blanco, se indicará la filiación de los autores. Debe hacerse constar la dirección de correo electrónico del ponente. La dirección de cada centro, en su caso, se incluirá en una línea diferente. Times New Roman 11.

5.- RESUMEN.

No excederá las 150 palabras en la versión castellano. Se colocará debajo de los autores tras 4 líneas en blanco. El texto principal a doble columna comenzará tras dos líneas en blanco de las palabras clave.

6.- ENCABEZADOS.

Los encabezamientos de los distintos apartados se mecanografiarán en mayúsculas y en negrita y serán numerados correlativamente. Los subencabezados, en su caso, deberán ir en minúsculas y subrayados.

7.- ECUACIONES Y FÓRMULAS.

Se recomienda mecanografiar las fórmulas dejando una línea en blanco antes y después de las mismas y consignando su número de referencia entre paréntesis en el margen derecho.

8.- FIGURAS Y TABLAS.

Las figuras aparecerán insertadas en el lugar del texto que les corresponda.

Como norma general, las tablas y figuras deberán ocupar el ancho de columna, aunque en caso necesario pueden prepararse para abarcar el ancho de hoja. Las figuras, a las que se hará referencia en el texto, aparecerán numeradas correlativamente y con un pie de figura que tendrá la estructura que se muestra en el siguiente ejemplo:

Figura 1. Sección longitudinal del pliegue 2 A. Pliegue en la parte interna del codo. 2,4x.

Las tablas tendrán el mismo tipo de letra que el texto, anteponiendo a cada tabla el número y título correspondiente en la forma que se indica:

Tabla 1. Composición química de los aceros.

9.- REFERENCIAS.

Se citarán en el texto con el número correspondiente entre corchetes: [1]. Aparecerán agrupadas en la última sección. Las referencias se numerarán correlativamente en el orden que aparecen en el texto, con la forma siguiente:

[1] Kamdar, M. H., “Embrittlement by Liquid and Solid Metals”, Ed. The Metallurgical Society, 1984.

SCIENTIFIC JOURNAL "MATERIAL-ES" GUIDELINES FOR PRESENTATION

A. Pérez¹, M. Martínez¹, J. López²

1 Group and address 1, antper@unizere.es

2 Group and address 2

Summary: In the following text are described the guidelines for presenting complete works. (*The format in which this text is presented, serves as an orientation of the work structure*). Failure to comply these guidelines may involve the exclusion of the work from the magazine.

Keywords: keywords that characterize the article content separated by commas.

1. EXTENSION.

Full papers of up to 4 pages (maximum) including all sections will be accepted, according format to these rules. For a correct processing, the resulting file size must be less than 10 MB.

2. GENERAL FORMAT.

The margins will be 2 cm in all cases (upper, lower, right and left). The text must be adjusted to 2 columns (except the Title, Authors and Summary), with 1 cm. spacing between columns. Simple spacing will be used between lines of text leaving a blank line between paragraphs (without bleed), as well as between the heading of each section and the text.

Main text formatted in Times New Roman font size 10.

3. TITLE.

At the top of the first sheet, centered without leaving space. Times New Roman font size 12, caps and **bold**.

4. AUTHORS.

The name of the authors will be centered below the title, leaving a blank line. Times New Roman font size 11 **bold, italics and lowercase**. The name of the author presenting the work should be underlined, and membership in different groups will be indicated by a superscript after the name.

After a blank line, the authors affiliation will be indicated. The rapporteur's e-mail address must be included. Each center's address, if so, will be included in a different line, Times New Roman font size 11.

5. SUMMARY.

It will not exceed 150 words in the English version. It will be placed below the authors after 4 blank lines. The main text in double column will begin after the keywords and two blank lines.

6. HEADINGS.

Different sections headings will be typed in **CAPITAL LETTERS, BOLD** and will be numbered correlatively. Subheadings, if applicable, should be lowercase and underlined.

7. EQUATIONS AND FORMULAS.

It is recommended to type the formulas leaving a blank line before and after them and entering their reference number in parentheses in the right margin.

8. FIGURES AND TABLES.

The figures will appear inserted in the corresponding place of the text.

As a general rule, tables and figures should occupy the column width, although if necessary they can be prepared to cover all the sheet width. The figures, to which reference will be made in the text, will appear numbered correlatively and with a figure foot that will have the structure shown in the following example:

Figure 1. Longitudinal section of the fold 2 A. Fold in the inner elbow side. 2,4x.

The tables will have the same format as the text, placing the corresponding number and title before each table as shown:

Table 1. Chemical composition of steels.

9. REFERENCES.

They will be cited in the text with the corresponding number in brackets: [1]. They will be presented grouped in the last section. The references will be numbered correlatively in the order they appear in the text, with the following form:

[1] Kamdar, M. H., "Embrittlement by Liquid and Solid Metals", Ed. The Metallurgical Society, 1984.