

**Informe final de la actividad de fortalecimiento:
“Creación de un laboratorio de investigación para la síntesis,
sinterización y caracterización de materiales cerámicos”**

**Presentado a la Dirección de Proyectos de la Vicerrectoría de Investigación y
Extensión del Instituto Tecnológico de Costa Rica**

**Dionisio Gutiérrez (investigador responsable)
Álvaro Amador**

**Escuela de Física
Instituto Tecnológico de Costa Rica**

Enero 2005

Tabla de contenidos

| | |
|--|----|
| Tabla de contenidos | 2 |
| Reconocimientos..... | 4 |
| Resumen..... | 5 |
| Lista de ilustraciones..... | 7 |
| Introducción..... | 8 |
| Antecedentes..... | 8 |
| Justificación | 8 |
| Objetivos..... | 8 |
| Materiales y métodos | 10 |
| Resultados | 11 |
| Conclusiones..... | 15 |
| Aportes y alcances..... | 16 |
| Cumplimiento de objetivos | 18 |
| Limitaciones encontradas..... | 19 |
| Observaciones generales y recomendaciones..... | 20 |

Primera parte

Reconocimientos

Los investigadores deseamos agradecer el apoyo que hemos recibido por parte de la Vicerrectoría de Investigación y Extensión, particularmente de su Dirección de Proyectos, y de la Vicerrectoría de Docencia del Instituto Tecnológico de Costa Rica (ITCR), la Escuela de Ciencia e Ingeniería de Materiales del ITCR, la Escuela de Ingeniería en Electrónica del ITCR, la Escuela de Física del ITCR y el Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Tecnológicas (CONICIT) del Ministerio de Ciencia y Tecnología para la realización de este proyecto.

Resumen

La utilización de materiales cerámicos se ha incrementado considerablemente en las últimas décadas, respondiendo a la creciente demanda de materiales para el desarrollo de componentes electrónicos, componentes estructurales y mejoramiento de tecnologías limpias. Las investigaciones en el ámbito de estos materiales son rápidas, pensando siempre en sintetizar nuevos materiales y dirigir su atención hacia las aplicaciones prácticas.

Ante esto, la respuesta del ITCR ha sido, inicialmente, apoyar el desarrollo de la actividad de fortalecimiento “Creación de un laboratorio de investigación para la síntesis, sinterización y caracterización de materiales cerámicos”.

La actividad tuvo como objetivo primordial dotar de equipo e infraestructura al naciente Laboratorio de Investigación en Materiales Cerámicos y establecer los procedimientos básicos para la elaboración de este tipo de materiales.

Gracias al apoyo recibido por las diferentes instancias e instituciones, actualmente se cuenta con un mínimo de equipo de laboratorio y de infraestructura para realizar la síntesis y sinterización de algunos materiales cerámicos, utilizando diferentes metodologías.

Durante el periodo de ejecución de la actividad se ha logrado conseguir, adquirir, reacondicionar o diseñar el equipo de laboratorio fundamental para realizar investigación científica en el campo de interés. Actualmente se cuenta con:

- Hornos de temperatura intermedia y alta temperatura
- Sistema portátil de control de temperatura
- Sistema de adquisición de datos
- Utensilios de laboratorio
- Equipo de protección personal
- Limpiador de ultrasonido
- Medidores de pH
- Calentador con agitación magnética
- Multímetro digital
- Herramientas de trabajo
- Materiales de oficina

La actividad desarrollada ha permitido generar condiciones para iniciar la investigación científica en el campo de los materiales cerámicos, por medio de la realización a corto plazo de proyectos de investigación particulares en el campo de los materiales cerámicos, la realización de trabajos de investigación de estudiantes que culminen en trabajos de graduación y la vinculación del ITCR con otros centros de investigación nacionales e internacionales afines.

Adicionalmente, por medio de esta actividad se ha generado una valiosa experiencia en la integración de componentes comerciales para el desarrollo de equipo de control y la creación de instrumentación virtual a través de lenguajes de programación modernos.

Lista de ilustraciones

| | |
|---|----|
| Ilustración 1: Horno de alta temperatura | 11 |
| Ilustración 2: Horno de temperatura intermedia (derecha) y control portátil de temperatura de uso general (izquierda). | 11 |
| Ilustración 3: Sistema portátil de control de temperatura de uso general. En (a) se muestra una vista externa y en (b) una vista interna. | 12 |
| Ilustración 4: Instrumento virtual para el control de la temperatura. En (a) se muestra el panel de configuración y en (b) se muestra el panel de ejecución. | 13 |

Introducción

Antecedentes

La actividad de fortalecimiento “Creación de un laboratorio de investigación para la síntesis, sinterización y caracterización de materiales cerámicos” se formaliza en la Vicerrectoría de Investigación y Extensión del ITCR en el primer semestre de 2004, gracias a las gestiones realizadas, de manera ininterrumpida, por los profesores de la Escuela de Física Dionisio Gutiérrez y Álvaro Amador desde el primer semestre de 2002.

Justificación

En nuestro país no existe un laboratorio en el que se definan los procedimientos y se establezcan las técnicas para la preparación de los materiales cerámicos. Así mismo, la industria cerámica es escasa y de un carácter basado en el seguimiento de procedimientos establecidos. Este fenómeno está estrechamente relacionado con la falta de conocimiento en la preparación y caracterización de los materiales cerámicos.

Dado este panorama, es necesaria la investigación para mejorar los procedimientos, diseñar nuevos materiales y fomentar la producción de cerámicas. En particular, a nivel académico existe la necesidad de introducir las técnicas de preparación de materiales a estudiantes de nuestra institución como a estudiantes de otras instituciones universitarias.

El Laboratorio de Materiales Cerámicos es, por lo tanto, una necesidad y responsabilidad de una institución de educación superior como el ITCR.

Objetivos

El proyecto de investigación se fundamentó en el siguiente objetivo general: crear un Laboratorio de Investigación para la preparación y el estudio de materiales cerámicos.

Adicionalmente, se alcanzaron los siguientes objetivos específicos:

- Implementar algunos de los métodos químicos utilizados actualmente para la preparación de materiales cerámicos (polvo cerámico).
- Establecer los parámetros correspondientes para la preparación de materiales cerámicos por medio del método convencional de mezcla de óxidos (preparación del polvo cerámico).
- Establecer la metodología para la sinterización de los materiales cerámicos (formación de la pieza cerámica).

- Desarrollar equipo y procedimientos para la caracterización de los materiales cerámicos (software, equipo fundamental de medición, etc.)
- Establecer convenios que a futuro generen proyectos de investigación ITCR-Industria que contemplen la participación de estudiantes en trabajos finales de graduación, Tesis de Grado, asistencias y otros.

Materiales y métodos

La actividad de fortalecimiento “Creación de un laboratorio de investigación para la síntesis, sinterización y caracterización de materiales cerámicos” se desarrolló completamente en el ITCR desde 1 de febrero de 2004 al 31 de diciembre de 2004. En las instalaciones de la Escuela de Física se realizaron la mayoría de las gestiones necesarias para la adquisición de equipo y las acciones tendientes al diseño y construcción de equipo, mientras que en el Laboratorio de la Escuela de Ciencias e Ingeniería de Materiales se llevó a cabo el montaje del equipo, pruebas preliminares de funcionamiento y la preparación de materiales cerámicos.

Las acciones que se llevaron a cabo para la adquisición de equipo consistieron en la búsqueda de características idóneas en catálogos impresos y electrónicos (disponibles en INTERNET), realización de contactos con las empresas que distribuyen los equipos de interés, análisis de ofertas y seguimiento del proceso de compra y entrega del equipo.

En cuanto al diseño y construcción de equipo, las actividades que se realizaron consistieron en la búsqueda de las características del equipo de laboratorio existente que realiza la función deseada, separación de los componentes fundamentales, incorporación de nuevas características de relevancia para el trabajo con materiales cerámicos, realización del diseño, adquisición de los componentes comerciales necesarios y, finalmente, su integración en la forma de un producto final.

Para la preparación de materiales cerámicos se ha utilizado, primordialmente, el método de mezcla de óxidos, el cual consiste esencialmente en la mezcla en proporciones definidas de óxidos que se hacen reaccionar a altas temperaturas. Además, se ha procurado generar las condiciones para la preparación de materiales por vía química, mediante el diseño y prueba de un reactor.

Resultados

Durante la ejecución del proyecto se han alcanzado los siguientes resultados:

1. Consecución de un espacio físico en donde ubicar las incipientes instalaciones del Laboratorio de Cerámicas. Dicho espacio fue facilitado, como préstamo, por la Escuela de Ciencia e Ingeniería de Materiales en su área de laboratorios.
2. Identificación y visita a los principales proveedores nacionales del equipo necesario para la síntesis y sinterización de los materiales cerámicos.
3. Identificación de los principales proveedores internacionales del equipo necesario para la síntesis y sinterización de los materiales cerámicos.
4. Gestión y seguimiento del proceso de compra de un horno de alta temperatura, con recursos extraordinarios girados por la VIE, a la empresa alemana Linn High Therm (Ilustración 1).



Ilustración 1: Horno de alta temperatura



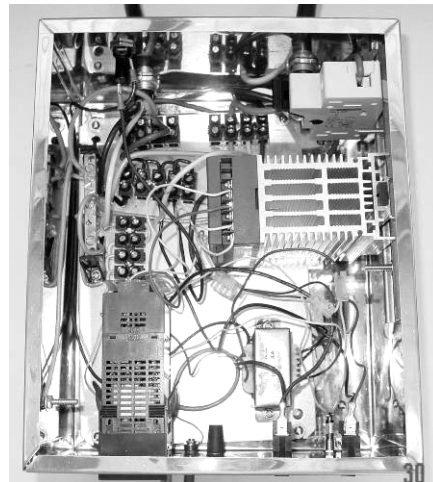
Ilustración 2: Horno de temperatura intermedia (derecha) y control portátil de temperatura de uso general (izquierda).

5. Gestión y seguimiento del proceso de compra de un horno de temperatura intermedia al la empresa Ladrillera la Uruca, a través del señor Fernando Sáenz (Ilustración 2).
6. Gestión y seguimiento del proceso de compra de una tarjeta de adquisición de datos de la marca National Instruments a la empresa costarricense Capris Engineering S.A.
7. Gestión y seguimiento del proceso de compra de un controlador de temperatura marca Gefran a la empresa costarricense J.R. Controles Industriales S.A.
8. Gestión y seguimiento del proceso de compra varios tipos de alambre termopar y accesorios para la construcción de termopares de uso específico del proyecto a la empresa costarricense J.R. Controles Industriales S.A.

9. Gestión y seguimiento del proceso de compra de un calentador con agitación magnética, un limpiador de ultrasonido con calentador y algunos accesorios, además de un medidor de pH. Este equipo actualmente está en trámite de compra a la empresa Servicios Analíticos S.A., mediante fondos del CONICIT.
10. Compra de utensilios de laboratorio (bandejas, mascarillas, guantes para alta temperatura, guantes para protección química, coladeros especiales, cinta indicadora de pH, caja plástica multiuso con divisiones).
11. Adquisición de material de oficina (papel, grapadora, perforadora, cinta adhesiva, dispensador de cinta, sobres, etc.)
12. Investigación, desarrollo y montaje de un sistema portátil de control de temperatura de uso general a partir de dispositivos comerciales y basado en un control de potencia de tipo estado sólido (SSR). El sistema se muestra en la Ilustración 3.



(a)



(b)

Ilustración 3: Sistema portátil de control de temperatura de uso general. En (a) se muestra una vista externa y en (b) una vista interna.

13. Investigación, desarrollo y montaje de un sistema de control de temperatura de uso general a partir de componentes comerciales y basado en un control de potencia de tipo relé electromagnético. El sistema es semejante al que se muestra en la Ilustración 3.
14. Instalación y puesta en funcionamiento del equipo adquirido o construido.
15. Investigación, desarrollo y programación inicial de un instrumento virtual de control de temperatura a partir lenguaje de programación LabView 7 Express de National Instruments (Ilustración 4). El instrumento utiliza rutinas de control PID (proporcional, integrativo y derivativo).

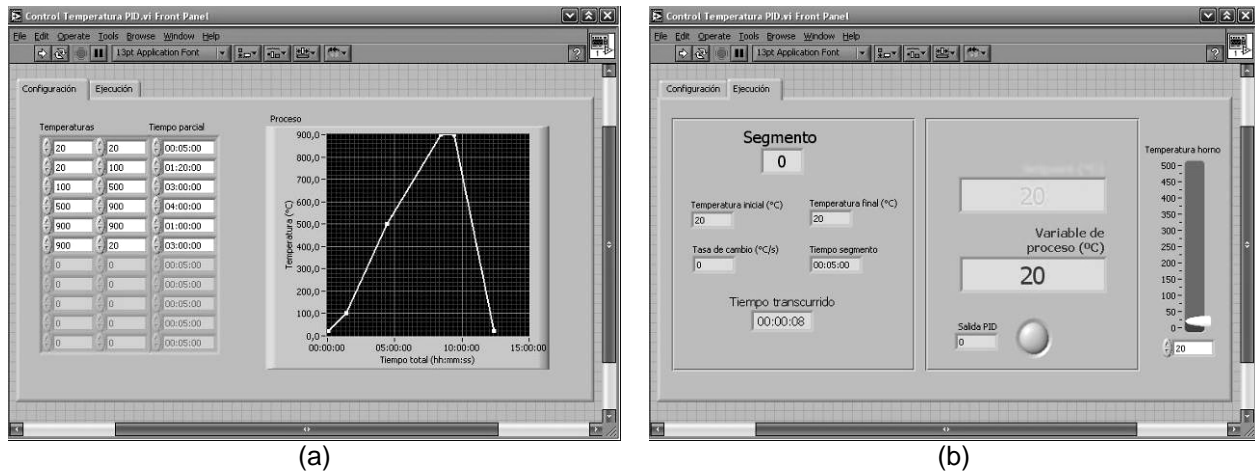


Ilustración 4: Instrumento virtual para el control de la temperatura. En (a) se muestra el panel de configuración y en (b) se muestra el panel de ejecución.

16. Investigación, diseño e implementación inicial de un controlador de potencia electrónico que se acopla al instrumento virtual de control de temperatura. El prototipo de este control de potencia está terminado y ha sido realizado como una de las labores en las que participa el asistente de investigación. En su conjunto, el instrumento virtual de control de temperatura y el controlador de potencia electrónico constituyen una solución de bajo costo para controlar la temperatura de sistemas resistivos generales.
17. Modificación y caracterización térmica inicial del horno de temperatura intermedia.
18. Reparación, en su primera etapa, de un horno de alta temperatura que fue donado por la Escuela de Ciencia e Ingeniería de Materiales del ITCR.
19. Dirección y asesoría a un grupo de estudiantes de Ingeniería en Electrónica del ITCR en la investigación, diseño e implementación de un sistema de control de temperatura para un calentador de placa que se usará como reactor para la síntesis de materiales cerámicos por vía química. Este proyecto ha sido finalizado y existe un prototipo del software y del hardware del dispositivo.
20. Estudio teórico para la implementación de la técnica de espectroscopia de impedancia compleja, con la cual se estará en capacidad de realizar caracterizaciones eléctricas a algunos de los materiales cerámicos. Este estudio ha sido realizado por un asistente del proyecto bajo la guía de los investigadores. La información generada se ha recopilado en un trabajo escrito.
21. Preparación de materiales cerámicos mediante la técnica convencional de mezcla de óxidos, con el propósito de establecer los parámetros de preparación.
22. Participación en el Encuentro de Biotecnología CENAT 2004, realizado el 19 de febrero de 2004 en el Centro Nacional de Alta Tecnología (CENAT).
23. Participación en el Primer Seminario Centroamericano y del Caribe sobre Tecnología de Materiales, realizado entre el 1 y el 2 de abril de 2004 en Centro de Transferencia Tecnológica (CETT) del ITCR.

24. Elaboración de un póster para el I Encuentro de Investigación y Extensión del ITCR.

Conclusiones

Luego de finalizado el periodo de ejecución de la iniciativa de proyecto “Creación de un laboratorio de investigación para la síntesis, sinterización y caracterización de materiales cerámicos” se pueden establecer algunas conclusiones generales:

- Se han realizado muchas gestiones para dotar de equipamiento básico al Laboratorio de Cerámicas. Estas gestiones han permitido concretar la adquisición de una importante cantidad de equipo.
- Se ha generado gran experiencia en la integración de componentes comerciales en la forma de sistemas de control de temperatura, usando tanto controles de potencia de tipo estado sólido (SSR) como relé electromagnético.
- Se ha realizado la instalación del equipo adquirido a la fecha.
- Se ha elaborado el primer instrumento virtual de uso específico del proyecto bajo el lenguaje de programación LabView 7 Express de National Instruments.
- Se ha desarrollado un control electrónico de potencia que se acopla al instrumento virtual de control de temperatura en una solución de bajo costo para el control de la temperatura de sistema resistivos generales.
- Se ha investigado con gran detalle la técnica de caracterización eléctrica denominada “espectroscopia de impedancia compleja”.
- Se han establecido vínculos de colaboración con otras Escuelas del ITCR, particularmente en la forma de asesorías de estudiantes que realizan algún proyecto propio de sus cursos.
- Se ha proyectado la iniciativa del “Laboratorio de materiales cerámicos” en el ámbito externo y en el ámbito interno.
- Se ha integrado la participación de estudiantes en temas relacionados con el proyecto.
- Se ha sintetizado polvos cerámicos preliminares.

Aportes y alcances

Como consecuencia de la ejecución de esta actividad de fortalecimiento, se consiguió:

- Abrir la posibilidad de realizar proyectos de investigación en el campo de los materiales cerámicos en el ITCR
- Dotar de equipo básico e infraestructura al naciente Laboratorio de Investigación en Materiales Cerámicos
- Establecer los procedimientos básicos para la elaboración de este tipo de materiales
- Generar experiencia en el diseño de equipo de laboratorio a partir de la integración de componentes comerciales
- Generar experiencia en la creación de instrumentos virtuales utilizando el lenguaje de programación LabView
- Incorporar estudiantes en las labores de investigación
- Servir de espacio para el desarrollo de proyectos de cursos de la Escuela de Ingeniería en Electrónica
- Vincular la actividad de investigación que se realiza en el ITCR con otras universidades estatales y otras instituciones públicas
- Realizar y consolidar contactos comerciales con empresas proveedoras de equipo en el ámbito nacional e internacional para el beneficio del ITCR
- Estrechar vínculos con investigadores nacionales e internacionales por medio de la participación en actividades científicas realizadas en el ámbito nacional
- Contribuir al desarrollo de la investigación científica de la Escuela de Física del ITCR

Segunda parte

Cumplimiento de objetivos

El objetivo general del proyecto, crear un Laboratorio de Investigación para la preparación y el estudio de materiales cerámicos, se alcanzó con un alto grado de satisfacción.

De manera particular, el cumplimiento de cada uno de los objetivos específicos es el siguiente:

| Objetivo específico planteado | Cumplimiento |
|--|---------------------|
| 1. Implementar algunos de los métodos químicos utilizados actualmente para la preparación de materiales cerámicos (polvo cerámico) | 85% |
| 2. Establecer los parámetros correspondientes para la preparación de materiales cerámicos por medio del método convencional de mezcla de óxidos (preparación del polvo cerámico) | 90% |
| 3. Establecer la metodología para la sinterización de los materiales cerámicos (formación de la pieza cerámica) | 50% |
| 4. Desarrollar equipo y procedimientos para la caracterización de los materiales cerámicos (software, equipo fundamental de medición, etc.) | 90% |
| 5. Establecer convenios que a futuro generen proyectos de investigación ITCR-Industria que contemplen la participación de estudiantes en trabajos finales de graduación, Tesis de Grado, asistencias y otros | 85% |

Al respecto del cumplimiento del objetivo específico 3 es importante reconocer la existencia de limitaciones que se detallan la siguiente sección.

Limitaciones encontradas

La principal limitación que se presentó a lo largo de la ejecución de la actividad de fortalecimiento fue la lentitud con la que se desarrollan los procesos de compra de equipo de laboratorio en nuestro país, esto a causa de que en general el equipo debe ser importado del extranjero y, como consecuencia, se incurre en largos tiempos de espera asociados con la solicitud de cotizaciones e información, la realización de los trámites de pedido y el envío, nacionalización y entrega del equipo.

Por otra parte, una limitación inicial fue la carencia de infraestructura para ubicar el Laboratorio y los tiempos de espera para la asignación del espacio físico y acondicionamiento del mismo, en particular porque esto último estaba fuera del control de los participantes de la actividad.

Adicionalmente, la ausencia de un taller dentro de la Institución que permita la confección de piezas metálicas para aplicaciones técnicas ocasionó que se limitara severamente la construcción de equipo de laboratorio auxiliar, pero fundamental para la investigación en materiales cerámicos (ejemplo: molinos y troqueles). Esta limitación afectó fuertemente la consecución del objetivo referido a la formación de la pieza cerámica.

Por último, las limitaciones presupuestarias de la actividad provocaron la carencia de algunos materiales y equipo de laboratorio necesarios para el cumplimiento de los objetivos.

Observaciones generales y recomendaciones

Gracias al alto grado de compromiso de los investigadores participantes de la actividad de fortalecimiento fue posible reducir el impacto de las limitaciones que se presentaron durante la ejecución de la misma.

Producto de lo anterior, la actividad alcanzó un alto grado de cumplimiento de los objetivos propuestos y, sin lugar a dudas, permitió sentar sólidas bases para el establecimiento de un laboratorio dedicado a la investigación en materiales cerámicos.

La principal recomendación que se puede plantear a nivel institucional es el establecer un taller que permita la confección de piezas de tipo técnico y en diferentes materiales que puedan ser requeridas por toda la comunidad de investigadores del ITCR. Con esto se potenciaría la capacidad de los investigadores para diseñar equipo de laboratorio autóctono y se reducirían considerablemente tanto la inversión que es necesario realizar en este tipo de equipo cuando se consideran las opciones comerciales, como la dependencia en estas opciones.

Adicionalmente, es recomendable que la institución realice ampliaciones en su infraestructura con el fin de albergar nuevas iniciativas de investigación en espacios aptos y con características idóneas, pues la escasa disponibilidad de estos limita el establecimiento de laboratorios de investigación como el que se desarrolló en esta actividad de fortalecimiento.