

Construcción y uso de instrumentos para la enseñanza de la caracterización térmica de materiales. "Do it yourself"

Luz María Martínez, Marcelo Videá, Julio Mesquita
Departamento de Química,
Tecnológico de Monterrey, Campus Monterrey, Monterrey, N.L., México
luzvidea@itesm.mx

Resumen

En este trabajo se presentan los resultados obtenidos en el proyecto de aprendizaje basado en la construcción de instrumentos de caracterización térmica que fue desarrollado bajo el apoyo de la convocatoria de innovación educativa aplicando tecnología *NOVUS 2012*. Este proyecto ofrece la oportunidad de aprendizaje basado en investigación en el que los alumnos, además de aprender sobre una técnica de caracterización térmica de materiales desarrollan conocimientos sobre la adquisición de datos, programación gráfica y la construcción de equipos de medición. El proyecto se basó en tres objetivos a desarrollar: la capacitación de los alumnos en la metodología de adquisición de datos, la construcción de instrumentos de caracterización térmica y el uso de estos instrumentos en el salón de clase y en proyectos de investigación. Con en este esquema de aprendizaje activo se logró motivar el interés de los alumnos para lograr una experiencia de aprendizaje integral. Los productos de aprendizaje se reflejaron en la realización de proyectos de investigación cuyos resultados han sido presentados por alumnos en congresos nacionales e internacionales.

Palabras clave: materiales, análisis térmico, aprendizaje basado en investigación, LabVIEW, adquisición de datos, aprendizaje basado en el contexto.

1 Introducción

En nuestra vida diaria utilizamos una gran variedad de materiales como aleaciones metálicas, polímeros, pigmentos, cerámicos, nanomateriales, biomateriales y sustancias presentes en la formulación de pigmentos, cosméticos, productos farmacéuticos, adhesivos, alimentos, etc. Independientemente de cuál sea el origen y la aplicación de estos materiales, es importante conocer su comportamiento frente a diferentes tratamientos térmicos ya que los materiales pueden fundirse, descomponerse, desnaturalizarse o cambiar sus propiedades mecánicas, como su resistencia, por efecto de la temperatura. Para tener conocimiento de primera mano en este ámbito es necesario desarrollar en los futuros profesionistas habilidades que les permitan evaluar las propiedades y características de diferentes tipos de materiales. En este sentido, el análisis térmico se ha convertido en una herramienta esencial para la evaluación de las propiedades de una sustancia en función de la temperatura pues éstas determinan el comportamiento mecánico y termodinámico de cualquier sustancia o material a diferentes temperaturas.

Una de las técnicas más versátiles y prácticas para la caracterización térmica de materiales es el Análisis Térmico Diferencial o DTA (por sus siglas en inglés). Con esta técnica no sólo es posible determinar el comportamiento termomecánico de un material, sino que también podemos conocer su comportamiento químico en función de la temperatura a través de la determinación de temperaturas de descomposición o de desnaturalización. Esto hace que esta técnica sea

útil para ingenieros, físicos y químicos. Sin embargo, la principal barrera para la enseñanza de esta técnica en los cursos y laboratorios del currículum universitario es el elevado costo de los equipos comerciales. El precio de un instrumento comercial de DTA fluctúa entre los \$30,000 y \$100,000 dólares, y los costos de mantenimiento y reparación del sensor pueden alcanzar los \$6,000 dólares. Estos equipos son muy delicados y requieren de un uso experto para asegurar su buen funcionamiento.

Como una solución a esta limitación, en nuestro grupo de investigación se desarrollaron prototipos de DTA caseros que no sólo tiene alta sensibilidad y precisión en la medición sino que también son de bajo costo y suficientemente robustos para ser construidos y utilizados por usuarios no-expertos. Los detalles sobre la construcción del primer prototipo fueron publicados en el *Journal of Chemical Education* [1]. En la Figura 1 se muestra un esquema de los componentes del instrumento del primer prototipo y en la Figura 2 se presenta un ejemplo del tipo de resultados que se pueden obtener con el instrumento.

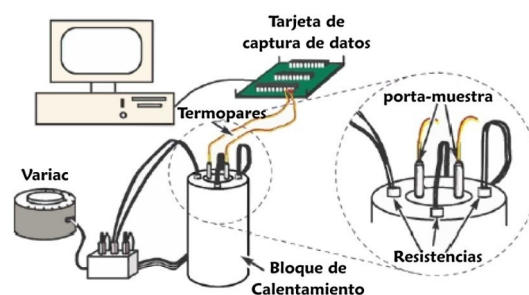


Figura 1. Esquema de los componentes básicos del DTA

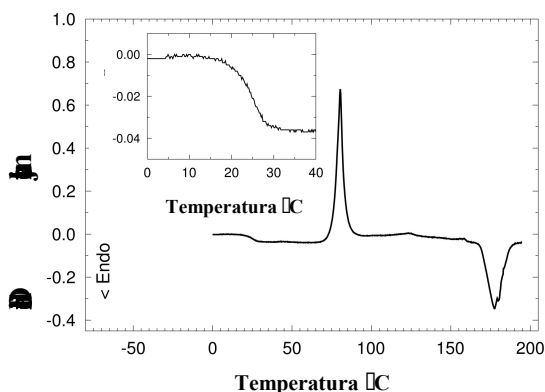


Figura 2. Ejemplo de resultados de caracterización que pueden obtenerse con el instrumento de DTA. El análisis presentado corresponde a una muestra de paracetamol que presenta señales de transición vítrea, cristalización y fusión.

2 Antecedentes

La simplicidad en el diseño de nuestros instrumentos los hace herramientas útiles para la docencia ya que son versátiles para su introducción en los cursos o laboratorios de materiales debido a que permiten a los alumnos entender y aprender los principios de caracterización térmica de materiales y, de manera general, ofrecen una oportunidad para el aprendizaje de los elementos de construcción de un instrumento de medición cuyas aplicaciones son fundamentales en diversos ambientes de trabajo. Enseñar de manera práctica la construcción de un instrumento en el salón de clases ofrece la oportunidad de introducir lo que se conoce como un ambiente de aprendizaje basado en el contexto. [2] Cuando los alumnos están involucrados activamente en la construcción de sus propios instrumentos no solamente aprenden sobre la técnica de caracterización y sus aplicaciones sino también aspectos tecnológicos sumamente necesarios y útiles como son la adquisición y digitalización de datos a través de dispositivos electrónicos y lenguajes de programación para el control de la medición. Estas competencias son particularmente deseables en perfiles profesionales que no son especialistas en computación, de tal forma que, independientemente del programa académico y de la formación de los alumnos éstos pueden convertirse en versátiles usuarios de equipos construidos y adaptados por ellos mismos en función del problema que deben resolver.

2.1 Justificación

El primer prototipo de instrumento de DTA, que se mencionó en la Introducción, se introdujo con fines académicos en el laboratorio de Fisicoquímica que es parte del currículum de la carrera de Licenciado en Ciencias Químicas. El objetivo que se buscaba alcanzar con el uso de este instrumento era la construcción de diagramas de fase de mezclas binarias de dos materiales. Cabe mencionar que antes de tener nuestro instrumento de DTA los alumnos tenían que

realizar este experimento tomando datos manualmente: los alumnos exponían el material a caracterizar a diferentes temperaturas y se detectaban cambios de fase mediante mediciones de temperatura con un termómetro de mercurio tal y como se muestra en la Figura 3 (izquierda).



Figura 3. Fotografías que ejemplifican la evolución de la enseñanza tradicional de caracterización térmica de materiales (izquierda) y la enseñanza con instrumentos con adquisición de datos digitales.

En la Figura 3 (derecha) se muestra el uso del prototipo que incluye la adquisición de datos digital y que representa el avance tecnológico en la enseñanza. Los detalles del procedimiento de esta práctica de laboratorio para obtener un diagrama de fases usando nuestro instrumento de DTA se encuentran disponibles como material suplementario junto con la referencia 1.

Con el propósito de extender el uso de nuestro prototipo a alumnos de varios programas académicos, tanto a nivel de licenciatura como de posgrado, se planteó la idea de realizar un proyecto de innovación educativa para difundir el uso de instrumentos de caracterización térmica no comerciales como una oportunidad de aprendizaje que sirviera como contexto para la enseñanza tecnológica. El enfoque central de este proyecto es motivar en los alumnos el aprendizaje basado en la resolución de problemas, el descubrimiento y la investigación en torno a un problema abierto, en contraste a un aprendizaje procedimental.

2.2 Objetivos

El objetivo general del presente proyecto fue lograr que el aprendizaje sobre el proceso de caracterización de materiales dejara de ser un proceso pasivo, donde los alumnos sólo medían datos, y se convirtiera en una oportunidad de aprendizaje activo, propiciando un ambiente de innovación e inclusive de invención. En las actividades planteadas en este proyecto los alumnos, además de aprender sobre la aplicación de la caracterización térmica aprenden los principios básicos de la adquisición de datos y la construcción de instrumentos de medición.

Para alcanzar el objetivo general del proyecto se plantearon los siguientes objetivos específicos:

1) capacitar al alumno sobre los principios básicos de adquisición de datos mediante el uso del software LabVIEW (lenguaje de programación gráfica) [3].

2) enseñar al alumno la construcción de los elementos constitutivos de los equipos de caracterización térmica y,

3) utilizar el equipo construido por el alumno en la caracterización térmica de materiales en prácticas de laboratorio o proyectos de investigación.

3 Implementación

La implementación del proyecto se llevó a cabo en tres etapas:

3.1 Capacitación sobre la adquisición de datos

Para la capacitación en programación y adquisición de datos se decidió utilizar el software LabVIEW ya que es un lenguaje de programación gráfica que resulta intuitivo para un alumno sin experiencia previa en programación avanzada y que facilita el manejo, almacenamiento y presentación visual de datos.

Para esta etapa se desarrolló inicialmente una capacitación tipo “lecture” con el pleno de los alumnos participantes, sin embargo esta estrategia no resultó ser tan efectiva y se observó que el proceso de enseñanza-aprendizaje de programación usando LabVIEW es más efectivo si se hace individualizada. Se vio que era más conveniente que los alumnos aprendieran el uso de este programa de forma autodidacta, a su propio ritmo de aprendizaje y en el tiempo de su elección. Con este propósito se grabaron videos tutoriales en los cuales se lleva a los alumnos de la mano en cada una de las etapas de elaboración, tanto de la programación gráfica como de la aplicación de la adquisición de datos. Los videos elaborados se realizaron en dos versiones: en español y en inglés, estos últimos preparados para los cursos de programas internacionales. (Figura 4) Los videos están disponibles para la comunidad académica bajo solicitud a los autores del proyecto.

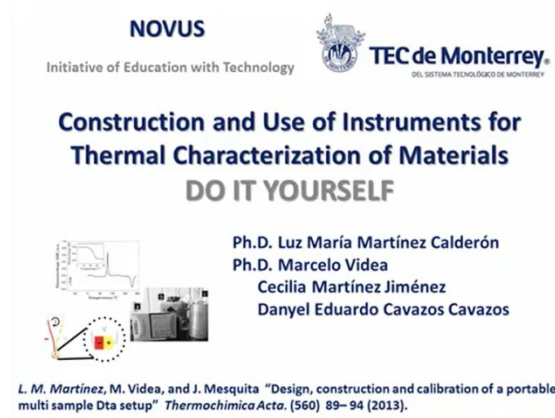


Figura 4. Portada del video instructivo en el que se introduce el uso de LabVIEW para la adquisición de datos. Los videos (en español como en inglés) fueron realizados por alumnos participantes del proyecto.

En esta etapa de capacitación podemos comentar que los videos tutoriales fueron muy exitosos. Se observó que cuando los alumnos eran de los primeros semestres, la realización de la construcción del software la realizaban de manera mucho más rápida que en el caso de los alumnos de posgrado y eran evidentes las características de una generación de “nativos digitales” frente al uso de la tecnología digital.

Para llevar a cabo esta etapa es deseable que cada alumno cuente con el software disponible e instalado en sus propias computadoras. El Campus Monterrey cuenta con una licencia institucional del software LabVIEW pero solo se puede instalar en las computadoras que son activo fijo del campus, para que los alumnos pudieran tener este software en sus propias computadoras fue necesario que usaran una licencia de prueba temporal (duración de 7 semanas) que ofrece el proveedor National Instruments, lo cual ayudó a la implementación. Para las sesiones presenciales en las que se trabajó con el hardware (tarjetas de adquisición de datos) se recurrió también a los espacios que cuentan con equipo de cómputo como el salón ACE (Aulas II) y el Learning Commons en la biblioteca del Campus Monterrey (ver Figura 5).



Figura 5. Imagen de una sesión presencial en la que se probaron los programas elaborados por los alumnos.

Una vez que los alumnos realizaron las actividades guiadas que forman parte de los videos tutoriales fueron capaces de utilizar las funciones básicas de LabVIEW para elaborar instrumentos digitales para adquisición de datos (ver Figura 6).

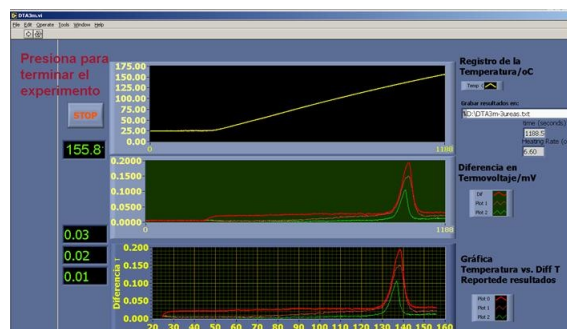


Figura 6. Ejemplo de Panel frontal elaborado por alumnos que registra temperatura de tres muestras en tiempo real durante un proceso de caracterización térmica.

3.2 Construcción de instrumentos de medición.

Los alumnos llevaron a cabo la construcción de sus instrumentos en el salón de clases o en el laboratorio para realizar caracterización de materiales; primero de un instrumento simple: termómetro digital y luego de un instrumento más complejo como un instrumento de análisis térmico diferencial, DTA. La Figura 7 ilustra el proceso de construcción de dichos instrumentos.



Figura 7. Fotografías que muestran la construcción de los instrumentos de medición realizada por alumnos y maestros.

Los instrumentos de análisis térmico diferencial diseñados y contruidos tienen varias ventajas que lo convierten en una buena opción tanto para fines de educación, como en proyectos de investigación; a continuación se describe sus características:

- Son portátiles. Debido a las características de la tarjeta de adquisición de datos que se ha seleccionado para el instrumento y el hecho de que todas las partes involucradas en la construcción del equipo de dimensiones pequeñas hacen que el equipo sea totalmente portátil y se pueda utilizar en cualquier lugar, por lo que se puede utilizar tanto de manera demostrativa en un salón de clases como en diferentes laboratorios.
- Pueden ser transferibles. Los programas que elaboran los alumnos para la adquisición y análisis de datos se realizan en forma de archivo ejecutable, así que no es necesario adquirir ningún software comercial adicional para su transferencia y uso.
- Permiten realizar mediciones simultáneas de múltiples muestras. Generalmente la caracterización térmica de un material requiere de varios experimentos en un corto período de tiempo y en este tipo de equipos se pueden medir tres muestras al mismo tiempo, a diferencia de los equipos comerciales que puede medir una sola muestra.

- Tienen alta sensibilidad. Las transiciones de fase pueden generar señales muy sutiles y por el tamaño reducido de las muestras estudiadas el calor absorbido o liberado no puede ser detectado fácilmente con cualquier herramienta. En nuestros equipos mediciones como la desnaturalización de las enzimas, cuya señal es sólo un muy pequeño pico endotérmico se puede detectar (ver sección 2.3 de uso de instrumentos). De la misma manera, la temperatura de transición vítrea de los materiales amorfos y polímeros son claramente observables en estos equipos. Un ejemplo puede apreciarse en el inserto de la Figura 2 en el que se observa la transición vítrea con alta precisión.
- Su costo es accesible. Al comparar el costo de los equipos contruidos con el costo de un equipo comercial que cuesta entre \$30,000 a \$100,000 dólares es evidente que contamos con una clara ventaja: el costo de cada instrumento es de aproximadamente \$1,300 dólares que incluye: regulador de voltaje (\$500 dls.), tarjeta de adquisición de datos (\$600 dls.), bloque de calentamiento (\$ 100 dls.) y consumibles como celdas de vidrio y termopares (\$ 100 dls.).

En la Figura 8 se muestra una imagen de uno de los instrumentos de DTA contruido y usado por los alumnos.



Figura 8. Fotografía de un instrumento de DTA contruido y usado por los alumnos

Enseñar a los alumnos a construir sus propios instrumentos de medición sin tener experiencia previa en programación o adquisición de datos es un claro ejemplo de cómo este proyecto introduce la transversalidad en el aprendizaje de los alumnos y expande así las competencias profesionales de los alumnos derribando las barreras mentales sobre lo que cada profesión puede o no puede hacer.

3.3 Uso de instrumentos contruidos por los alumnos en clases y en proyectos de investigación

Una vez que los alumnos son capaces de construir sus instrumentos pueden llevar a cabo la caracterización de diferentes materiales o bien, adaptar el instrumento a mediciones más avanzadas o con un diseño para una caracterización específica.

En las Figuras 9, 10 y 11 se muestran ejemplos de resultados de caracterización térmica que se han realizado a materiales de diferente naturaleza con los instrumentos construidos por alumnos y maestros.

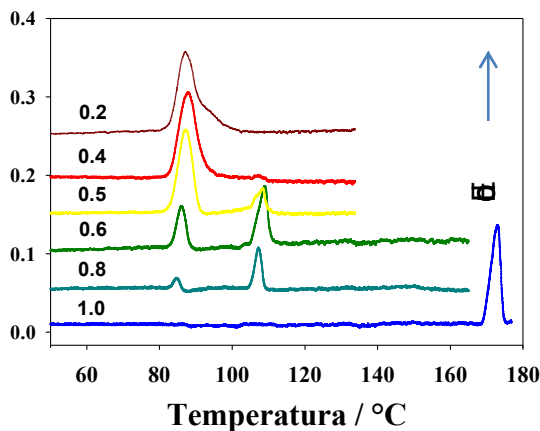


Figura 9 Curvas de calentamiento que muestra fusión del fármaco paracetamol puro (composición 1.0) y mezclado con otro principio activo en diferentes fracciones molares (0.2 a 0.8). Los picos de las mezclas corresponden a temperaturas de fusión de la composición eutéctica y la temperatura del liquidus.

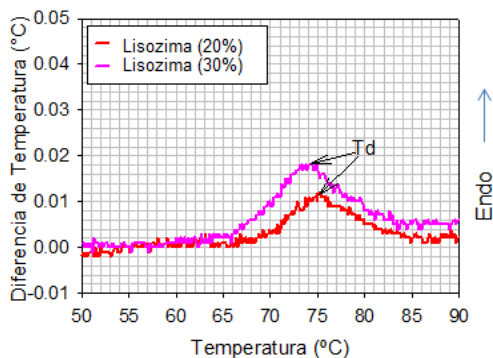


Figura 10 Curvas de calentamiento que muestran temperatura de desnaturalización (T_d) de soluciones de la enzima lisozima en diferente concentración.

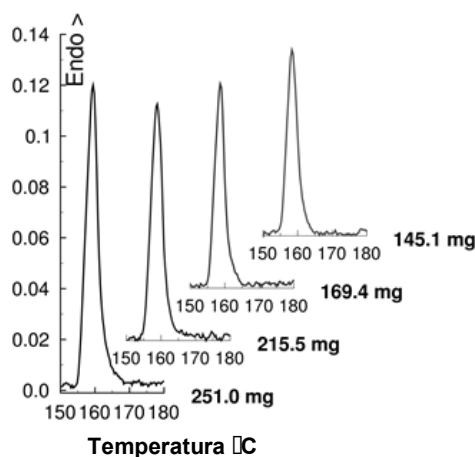


Figura 11 Curvas de calentamiento que muestran la temperatura de fusión de muestras de indio metálico.

4 Resultados

Durante el periodo de agosto del 2012 a agosto del 2013 este proyecto se ha implementado en cursos teóricos y laboratorios con la participación de alrededor de 160 alumnos de distintos semestres y distintos programas académicos, los cuales se citan a continuación:

- alumnos de primer semestre en las clases de Introducción a la Ciencia y Tecnología y el curso de Química *honors* para programas internacionales
- alumnos de segundo y tercer semestre del curso de Química de Materiales
- alumnos de quinto y sexto semestre del laboratorio de Físicoquímica y el laboratorio de Caracterización de materiales y nanomateriales
- alumnos de proyectos de tesis de octavo y noveno semestre
- alumnos de la maestría en Biotecnología en el curso de Propiedades ingenieriles de alimentos y materiales biológicos.

Además tuvimos la oportunidad de utilizar estos equipos en varios proyectos de investigación y tesis de licenciatura: Uno de ellos sobre la fabricación de materiales para capacitores de tantalio, otro sobre la construcción de diagramas de fase de sistemas binarios de fármacos y uno en el que se contrasta la solubilidad de materiales cristalinos y materiales amorfos, también en fármacos.

Algunos de los resultados de los proyectos de investigación han sido presentados por alumnos en diferentes foros nacionales e internacionales; a continuación se citan algunos ejemplos de estas participaciones (con letra en negritas y subrayado aparecen los nombres de los alumnos que han realizado estos trabajos):

- **Gladys López y Nahida Gonzalez**, Luz María Martínez, “Estabilidad térmica de principios activos amorfos”. *Congreso Latinoamericano de Química 2012*.
- **A. Villela Zumaya**, M. Videa "Estudio de la Formación Piroclítica de MnO_2 mediante Análisis Diferencial Isotérmico y Espectroscopía Raman" *X Encuentro de Participación de la Mujer en la Ciencia, mayo 2013*
- **Jorge Cruz, Tania Lizeth López Silva**, Luz María Martínez, “Formulación y caracterización de sistemas binarios de fármacos amorfos”, *X Encuentro de Participación de la Mujer en la Ciencia Mayo 2013*.

- **Tania López**, L. M. Martínez “Study of binary systems of amorphous drugs using a non-coomercial DTA” *Regional Undergraduate Symposium at Rice University Houston Texas octubre 2013*.

Uno de los principales logros de este proyecto es la publicación del artículo “*Design, construction and calibration of a portable multi sample DTA setup*” en la revista *Thermochimica Acta* [4], en el cual se describe a detalle la construcción, calibración y aplicaciones del último prototipo de nuestros instrumentos, que introduce como innovación la portabilidad del instrumento y el análisis térmico simultáneo de tres muestras.

5 Conclusiones

La construcción y uso de sus propios instrumento de medición ha permitido motivar en los alumnos una experiencia de aprendizaje integral que los prepara para enfrentar problemas complejos cuya resolución les demandan un conjunto de habilidades y competencias transversales.

Las *actitudes y habilidades* mostradas por los alumnos en el proyecto fueron distintas en alumnos cursando diferentes semestres. Se facilita el aprendizaje utilizando dispositivos digitales cuando los alumnos pertenecen a una generación de “nativos digitales”.

La disponibilidad de un mayor número de instrumentos de caracterización térmica abrió la oportunidad para que los alumnos pudieran realizar su *experimentación* en sistemas *novedosos* aprovechando de manera más eficiente el tiempo de cada sesión de laboratorio.

El hecho de que los alumnos apliquen los conocimientos adquiridos en la realización de proyectos de investigación abre el panorama de su *interés* en aspectos más amplios que cuando se presentan los conceptos en una clase teórica, introduciendo una motivación intrínseca que permite individualizar el aprendizaje.

La *transversalidad* en el aprendizaje de los alumnos que este proyecto introduce a la clase expande las *competencias profesionales* de los alumnos y derriba barreras mentales sobre lo que alumnos de cada profesión puede o no puede hacer.

6 Agradecimientos

Deseamos agradecer a todas las personas que hicieron posible este proyecto, en particular a Julio Mezquita, quien fue fundamental en la realización de este proyecto y en la elaboración de la primera edición del material videográfico. De igual forma los

autores agradecen a cada uno de los estudiantes voluntarios que inicialmente participaron como alumnos de los cursos en los que se implementó el proyecto y que en la actualidad fungen como facilitadores. Ellos son; Danyel Cavazos, Cecilia Martínez, Jorge Cruz, Gladys López, Carlos de los Reyes, Nahida González, Tania López y Ricardo Benítez. Asimismo, agradecemos a la directora del Departamento de Química M.C. Luz María Gutiérrez y al Dr. Manuel Zertuche por su apoyo incondicional y motivación para participar y continuar en este proyecto. Al Dr. Carlos Astengo, la Ing. Norma Yepiz y C.P. Elizabeth Ponce que nos apoyaron en la parte logística, administrativa y de divulgación del proyecto, al Dr. Genaro Zavala por facilitarnos el acceso al salón ACE y al personal de Biblioteca por facilitarnos los espacios del Learning Commons del Campus Monterrey.

Finalmente dedicamos este proyecto al Dr. Javier Rivas Ramos quien ha sido nuestra inspiración como investigadores y mentor en nuestra carrera académica.

7 Referencias

- [1] L. M. Martínez, M. Videa, F. Mederos, J. Mesquita, “Constructing a High-Sensitivity, Computer-Interfaced, Differential Thermal Analysis Device for Teaching and Research” *Journal of Chemical Education*, 84(7):1222-1223 (2007).
- [2] L.G.A. de Putter-Smits, R. Taconis, W.M.G. Jochems, “Mapping context-based learning environments: The construction of an instrument”, *Learning Environments Research*, 16: 437-462 (2013).
- [3] National Instruments NI LabVIEW, “Software de Desarrollo de Sistemas NI LabVIEW”, <http://www.ni.com/labview/esa/>, visitada el 20/10/2013.
- [4] L. M. Martínez, M. Videa and J. Mesquita “Design, construction and calibration of a portable multi sample DTA setup” *Thermochimica Acta*, 560(20): 89–94 (2013).