

## EN RELACIÓN AL SECADO Y A LOS DESECADORES

*por Carlos Eduardo Núñez*

*Texto libre y gratis para usos no lucrativos nombrando la fuente.*

[www.cenunez.com.ar](http://www.cenunez.com.ar)

Cuando se habla de secado en laboratorio se quiere decir extraer un líquido de un sólido, que habitualmente es agua pero no siempre. Hay tres maneras corrientes de secar muestras o especímenes. La más común y sencilla es por temperatura, es decir que se calienta el material a secar en una estufa, el agua se va evaporando, y se mantiene en tratamiento hasta peso constante. Otra forma es por medio de la desecación que consiste en extraer el agua rodeando la muestra de una atmósfera de muy baja humedad y de esa forma el agua va migrando hacia ella, de acuerdo a la presión de vapor. La tercera forma es también de desecación pero se realiza en estado sólido es decir a partir de la muestra congelada y haciendo un gran vacío. A este método se le llama de liofilización. En este capítulo no hablaré sobre la liofilización porque es un método bastante particular utilizado solamente para la conservación de seres vivos o de sustancias muy lábiles.

### ESTUFAS

No se puede imaginar un laboratorio sin estufa. Este es un elemento tan obvio y sencillo que nunca se lo tiene en cuenta, sin embargo una mala elección o falta de mantenimiento complica el funcionamiento de muchas tareas todo el tiempo. Si hay que comprar es preferible elegir una que tenga algún tipo de circulación de aire interior, y que sea de la capacidad conveniente. En el caso de que el flujo de trabajo tenga picos de secado si no se cuenta con esa capacidad, todo el trabajo se atrasa por tiempos considerables. La falta de circulación interna hace que las temperaturas sean variables, por ejemplo 120 - 130° en el piso y 90° en la parte superior.

Las bandejas más comunes son de alambre galvanizado con un marco de acero, pero otros modelos traen planchas cribadas de acero inoxidable. Cualquier sistema es bueno, pero en las de alambre tejido es conveniente colocar alguna superficie plana en algún lugar para apoyar cosas pequeñas que pueden tumbarse por la rugosidad de la malla. En nuestro caso usamos una o dos baldosas cerámicas esmaltadas para que sean fáciles de limpiar. No es conveniente poner mucha superficie sin orificios porque corta los flujos de convección.

Existen modelos no muy costosos que traen tiro forzado de aire en su interior, y que se utilizan cuando se necesita secar rápida gran cantidad de muestras con mucha humedad. Estos modelos tienen ingreso permanente de aire para mantener baja la humedad relativa del interior.

Otro tipo de estufa es aquella que también cuenta con vacío. En realidad el equipo es una campana hermética conectada a una bomba de vacío colocada dentro de una estufa, Figura N° 1, es decir que une las dos formas de secado que se dijera que son comunes en el laboratorio. En este caso se colocan sustancias desecadoras dentro de la campana, el vacío se hace una vez hasta el máximo posible y se cierra, haciéndose otra vez vacío cuando la presión interna llegue a cierto valor. De esta



Figura N° 1

manera no se utiliza la bomba inútilmente, puesto que generalmente se colocan muestras casi secas a las que hay que terminar de sacar el agua remanente.

**Figura N° 2**



Hay estufas que se llaman de cultivo porque se suelen usar para ese fin, pero que son útiles en los laboratorios químicos. Se caracterizan por utilizarse solamente a bajas temperaturas, 25 a 50°, y poseen un buen sistema termostático que mantiene la temperatura con una baja tolerancia de uno o dos grados, algo que no pueden hacer las estufas comunes de secado en este rango. Sirven para secar muchas cosas que a mayor temperatura se descompondrían, para secar material de vidrio que se podría deformar a mucha temperatura como los viscosímetros capilares y para secar papeles u otros materiales orgánicos.

Obviamente que esto se podría hacer en una estufa convencional pero para ello habría que interrumpir los trabajos que se están haciendo y esperar un tiempo considerable hasta que la estufa llegue al nuevo régimen, secar y después volver a esperar que se eleve de nuevo. Este tipo de cosas no se pueden hacer en laboratorios donde se trabaja mucho y con plazos definidos. En general se aconseja de ser posible contar con más de una estufa, por ejemplo una de bajas temperaturas, otra corriente mantenida a 110 °C para las cosas delicadas, pesafiltros, membranas de filtración etc., y otra para las muestras burdas o de mucho tamaño.

## DESECADORES

Los desecadores son recipientes que se pueden sellar y que contienen adentro un agente desecante que hace que la atmósfera interna tenga muy baja presión de vapor o lo que es lo mismo muy baja humedad relativa.

Se utilizan para sacar las últimas fracciones de agua de muestras que ya están casi secas y que, o no se pueden extraer calentando o que se hallan en sustancias lábiles a la temperatura. Los desecadores son elementos que se requieren generalmente para el trabajo fino de laboratorio, es decir para aquellos que requieran alta precisión y exactitud. Por eso generalmente son de pequeño tamaño porque en él se colocan solamente pesafiltros o frascos pequeños. Esencialmente los desecadores son recipientes con una tapa grande esmerilada que poseen un falso fondo, generalmente de porcelana o de metal con orificios, debajo del cual se pone el agente desecante.

Existen dos modelos básicos: los ciegos, Figura 2 izquierda, y los que poseen una válvula para succionar el aire y hacer vacío, Figura N° 2 derecha. Del primer tipo vienen solamente de vidrio y del segundo de vidrio y de plástico. Los de vidrio tienen la desventaja de que son muy pesados y por ello incómodos de transportar. La tapa también es pesada y difícil de extraer porque poseen un cierre esmerilado con grasa de sello, y hay que tratarla con sumo cuidado para que no se rompa al colocarla invertida sobre la mesada para que no se ensucie el esmerilado y entonces suele rodar. Los de plástico son mucho más livianos pero eso también tiene su contraparte porque por ello no se puede sellar la tapa con esmerilado y por lo tanto se mantienen sellados solamente mientras estén en vacío. Particularmente prefiero los ciegos de vidrio porque son seguros y confiables.

**Figura N° 3**



## AGENTES DESECANTES

Los agentes desecantes que se pueden utilizar son muy variados, desde el óxido de calcio que es de bajo rendimiento y bajo costo, hasta el pentóxido de fósforo que es el más eficiente pero no barato, pasando por el ácido sulfúrico concentrado que es intermedio en prestación, de bajo costo pero muy peligroso en su manipuleo. En los últimos tiempos y para los trabajos generales de laboratorio se ha impuesto el 'silicagel', que es una abreviatura anglosajona de 'gel de sílice'. El silicagel es áci-

do silícico gelatinoso prensado, desecado y fragmentado en piedritas de unos 4 - 5 mm de lado. Posee propiedades que lo hacen muy a propósito para el trabajo de laboratorio: es inocuo e inofensivo, posee una considerable capacidad para extraer agua, y esencialmente es reutilizable de manera indefinida. A lo antedicho se le agrega que se puede teñir con sustancias identificadoras de humedad con lo que se puede saber cuando ha dejado de desecar. El silicagel se puede adquirir con indicador de humedad que es cloruro de cobalto embebido en las piedritas. Esta sal es color azul cuando está anhidra y pasa a rosa fuerte al hidratarse, Figura N° 3. Dado que el producto con indicador es más caro conviene comprar sin indicador de humedad y un solo frasco con indicador, y mezclar algunas piedritas de éste en los que no tienen.

**Figura N° 4**



Es conveniente cambiar el desecante cuando se comienza a notar el tinte rosa. Para ellos hay que tener en la estufa preparado la cantidad necesaria para reposición. En nuestro caso tenemos bandejas de metal ubicadas en el piso de la estufa listas para cambiar. Cuando haya que hacerlo hay que dejar que el silicagel se enfríe antes de ponerla en el desecador, porque sino suele saltar la tapa del mismo y romperse, o después enfriarse adentro y producir un fuerte vacío que impide abrirlo.

## PESAFILTROS

Los pesafiltros son los recipientes en donde se secan las muestras sólidas, polvo, virutas, aserrín, escamas, papeles de filtros, membranas de filtración, etc. Se caracterizan por ser elementos pequeños y livianos con un cierre esmerilado que en los de buena calidad es absolutamente hermético, Figura N° 4. A escala se pueden ver dentro del desecador de la figura N° 2 izquierda.

El bajo peso es imprescindible para que entre en el rango de pesadas y de error de las balanzas analíticas de precisión con apreciación hasta la décima de miligramo. Los comunes son de vidrio borosilicato para que no se altere con los sucesivos tratamientos de secado y mantengan la tara. Los buenos pesafiltros modifican la tara entre pesada y pesada solamente en el error de la operación, que suele ser de un miligramo.

Estos elementos suelen ser costosos por lo que hay que cuidarlos. Es frecuente que el operador sin experiencia rompa la tapa. Esto inutiliza al pesafiltro porque cada tapa es única y sirve solamente para el recipiente en el que vino.

Los más pequeños son de alrededor de 15 - 20 mL de capacidad y los más grandes de 80 - 100 mL. Dado su alto costo y su fragilidad, para algunas operaciones de rutina en las que se deben utilizar una gran cantidad de pesafiltros, existen algunas versiones diferentes como unos pesafiltros de aluminio, que poseen tapa a presión, pero estos elementos, si bien cumplen con su cometido para muestras grandes, son menos seguros que los de vidrio dado que el cierre no es hermético. Suelen tener unos 100 a 200 mL de capacidad.

En general en los trabajos seriales de laboratorio es muy conveniente trabajar con elementos iguales o semejantes, es decir de la misma capacidad y si es posible de la misma forma, porque de esta manera las transformaciones y procesos se harán también igual o semejantes en todos los elementos. Se puede sofisticar el trabajo adquiriendo 'juegos' de elementos. En el caso de los pesafiltros vienen juegos de cuatro o seis pesafiltros iguales y en algunos casos hasta de tapas intercambiables, con indicaciones de números o letras para diferenciarlos. Los dos pesafiltros elegidos se lavan con agua y detergente si están limpios o en su defecto con mezcla sulfocrómica.

## ETAPAS DE UNA OPERACIÓN DE SECADO ANALÍTICA

A continuación listaré la secuencia de etapas de una operación de secado analítica es decir aquella en la que se requiere saber con la mayor certidumbre posible el peso seco de una muestra o espécimen. Se supondrá que está en forma de polvo, escamas, pequeños fragmentos, aserrín, etc., ya sea suelto o depositado sobre un papel de filtro o membrana. También que alcanza con una determi-

nación en duplicado. Las determinaciones simples prácticamente no tienen valor en los trabajos donde se requiera la mínima confianza en los resultados.

1) Se elige un par de pesafiltros adecuados. Luego de enjuagados completamente, se destapan colocando la tapa como se ve en la figura N° 4 lado izquierdo, y se colocan en la estufa a 105 - 110° C hasta que estén secos. Normalmente esta operación puede durar de 10 a 20 minutos.

2) Se sacan de la estufa y se ponen en el desecador, esperando unos 10 segundos antes de cerrar la tapa para que se equilibren las temperaturas.

3) Una vez fríos se sacan del desecador y se pesan a la décima de miligramo. Si no están perfectamente fríos se producirán en la balanza corrientes de convección y la pesada no se equilibrará. Ya tarados se pueden volver al desecador o dejar afuera en un lugar protegido. El vidrio no absorbe humedad de forma que sea apreciable en la balanza.

4) Se coloca el material que se desea secar, en los dos pesafiltros en pesos semejantes y destapados se introducen en la estufa. El tiempo de secado es variable en función del material, pero si se trabaja con pesafiltros chicos, con una cantidad de 2 a 4 gramos con material disgregado, puede ser de una a cuatro horas. Si el tiempo no se estipula en la norma o técnica es necesario hacer pesadas cada cierto tiempo para definirlo.

5) Una vez transcurrido el tiempo estipulado se sacan los pesafiltros de la estufa, se los deja enfriar unos 5 o 10 segundos y luego se los coloca destapados en el desecador hasta que se enfrién. La función del desecador en este caso es permitir que las muestras sacadas de la estufa tomen la temperatura del medio sin que absorban humedad del ambiente.

6) Una vez fríos se destapa el desecador se tapan los pesafiltros se sacan y se pesan.

## **RESPECTO AL PESO CONSTANTE**

Es frecuente que el operador con poca experiencia se preocupe por la falta de un peso constante en sus trabajos. En realidad hay que decir que el peso constante no existe, por lo menos a la sensibilidad de una balanza analítica de la décima de miligramo, porque hay muchos pequeños factores que pueden hacer que nunca se consiga el mismo valor en la pantalla numérica de la balanza. Por eso siempre hay que tener en cuenta el error que se comete, algo que no me cansaré de repetir. Uno debe saber que significa, por ejemplo un miligramo, en cada trabajo que se está haciendo. En líneas generales, si el trabajo fue bien realizado y si el universo no se confabula en contra de uno como suele pasar a veces, después de un tiempo lógico de secado las pesadas son muy parecidas. Si analizando los errores esto no alcanza hay que modificar la forma de trabajo y comenzar a normalizar operaciones como tamaño de la muestra, tiempo de secado, tiempo de enfriamiento, humedad de la sala de balanzas, tiempo de pesado, etc.. Si después de esto tampoco se consigue la confiabilidad necesaria hay que ver de modificar la técnica general de trabajo y en última instancia aceptar que no se puede medir lo que se desea.

*Versión de agosto de 2007*

