

Las versiones en inglés y francés de esta publicación, así como sus modificaciones posteriores realizadas por el Instituto Canadiense de Conservación (ICC), se consideran las versiones oficiales. El ICC no asume ninguna responsabilidad por la exactitud o confiabilidad de esta traducción al español.

La Liofilización al Vacío de Artefactos Arqueológicos

Precaución:

Esta Nota se refiere a acciones que afectarán físicamente al objeto, y/o a procedimientos que requieren el uso de químicos. Proceda con precaución, y si tiene dudas recurra a un profesional calificado.

Introducción

La liofilización es una técnica útil para secar artefactos arqueológicos de origen orgánico, recuperar materiales de biblioteca y archivo dañados por el agua, y para preparar especímenes de plantas y animales para museo. En esta Nota se presentará el proceso de liofilización, se verán los componentes más importantes de un liofilizador y se describirán formas para monitorear el secado.

El Proceso de Liofilización

La liofilización es un proceso en el que se remueve la humedad de un material congelado por sublimación (es decir, el hielo presente en el material es convertido directamente en vapor, sin pasar por un estado líquido para luego evaporarse). Este proceso generalmente se lleva a cabo en un liofilizador, donde la velocidad de secado es determinada tanto por la temperatura como por la presión. Por este motivo, los liofilizadores usualmente permiten controlar la temperatura, la presión o ambos índices.

La liofilización es valiosa como proceso de conservación, ya que no provoca tanta contracción, distorsión o destrucción, como la que se puede producir al secar objetos mojados al aire. Si se disminuye la temperatura del material a menos de 0°C durante el proceso, el riesgo de daño por secado se disminuye aún más; sin embargo, mientras la temperatura baja, la presión de vapor del hielo disminuye (ver Tabla 1), lo que reduce la tendencia del hielo a sublimar tornándose más lento el proceso de liofilización.

Tabla 1: Presión de vapor del hielo a diferentes temperaturas

(datos obtenidos del libro *CRC Handbook of Chemistry and Physics [Manual CRC de Química y Física]*)

Temperatura (°C)	Presión de vapor (Pa)
0	611.15
-5	401.76
-10	259.90
-15	165.30
-20	103.26
-25	63.29
-30	38.01

La liofilización en cámara de vacío evita este problema mediante el uso de una bomba de vacío que retira el aire y el vapor de agua del sistema, reduciendo de esta manera la presión de aire de la cámara (Figura 1). A medida que esta presión se acerca a los niveles de la presión de vapor del hielo (ver arriba), la sublimación aumenta y el secado se inicia. La velocidad del secado depende directamente de cuánto más baja sea la presión en el sistema en relación a la presión del vapor del hielo, e irá aumentando su velocidad a medida que la presión de la cámara siga bajando. Sin embargo, si esta presión llega a un nivel muy bajo, no habrá calor transferido al objeto por convección, la temperatura del objeto bajará y se detendrá el secado.

Mientras continúa el proceso de liofilización, el vapor de agua que sublima del objeto formará hielo en las superficies frías del condensador. Este hielo atrapado debe ser removido periódicamente durante el secado, por lo que se debe descongelar el condensador.

Partes más Importantes

Los liofilizadores adecuados para propósitos de conservación pueden ser adquiridos en el comercio. Existen en distintos tamaños, desde pequeñas unidades de sobremesa, hasta instalaciones con cámaras que pueden contener varios metros cúbicos de material. Un liofilizador al vacío típico, tiene cuatro piezas principales: una bomba de vacío, una

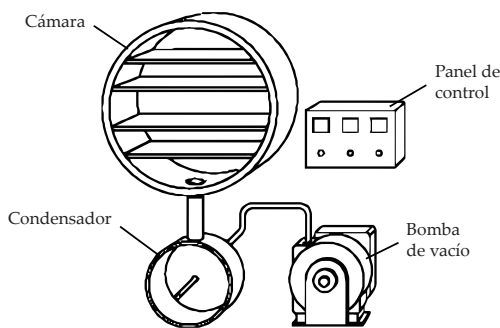


Figura 1. Un dibujo esquemático de los cuatro componentes principales de un liofilizador común.

cámara refrigerada para el producto, un condensador y un sistema de control (ver Figura 1). El tamaño y la capacidad de cada uno afecta a los otros componentes, por ejemplo, el tamaño de la cámara determina la capacidad de la bomba de vacío (la que debe ser capaz de evacuar la cámara en un tiempo razonable; usualmente en menos de una hora), y tanto el tamaño de la cámara como la temperatura requerida influyen en el tamaño del compresor de refrigeración. A continuación se describen los requisitos sugeridos para cada uno de estos sistemas.

La bomba de vacío

Las bombas de vacío eliminan el aire y el vapor de agua de la cámara, por lo tanto, su característica más importante es el grado de vacío que puede lograr. Esto es particularmente importante a temperaturas más bajas, donde la presión del vapor del hielo disminuye. También es importante la capacidad de bombeo (el número de litros de aire y vapor de agua que la bomba puede mover por minuto), que es lo que controla la rapidez con que puede evacuarse el sistema.

Las bombas de vacío modernas de paletas rotativas con accionamiento directo, son preferibles a aquellos modelos antiguos con pistones, ya que toleran mejor el agua. Esto reduce la necesidad de extraer la humedad que se acumula en el aceite de la bomba, lo que es una gran ventaja cuando se deben extraer grandes cantidades de agua del material congelado. La extracción de esta humedad requiere de la apertura de una válvula de lastre de gas en la parte superior de la bomba, lo que aumenta la temperatura de operación, y por lo tanto desacelera el proceso de secado.

La cámara refrigerada

Las cámaras refrigeradas contienen el material que se está secando y su tamaño determina el del objeto que puede ser tratado. Las cámaras pequeñas son menos costosas que las de mayor tamaño, tanto para comprarlas como para mantenerlas, y

si se requiere secar material de grandes dimensiones, es posible aumentarles la longitud con una ampliación bien aislada.

Las cámaras se enfrían mediante sistemas de refrigeración mecánicos. Es importante saber qué tipo de refrigerante utiliza el sistema, especialmente cuando se adquiere un equipo de segunda mano. Muchos refrigerantes tradicionales han sido prohibidos y se ha descontinuado su producción.

Las mejores cámaras están fabricadas de acero inoxidable; material que no se corroe, es fácil de limpiar y de desinfectar tras el secado de material con moho. Algunos liofilizadores más económicos utilizan acero recubierto o pintado, pero tienden a oxidarse con el tiempo.

Algunos liofilizadores tienen repisas que se calientan dentro de la cámara refrigerada, los que son frecuentemente usados en la industria alimenticia, pero no son generalmente recomendados para utilizarse con material cultural.

El condensador

Los condensadores atrapan el vapor de agua que sublima de los objetos a medida que se secan. Existen dos tipos de condensadores disponibles: una cámara enfriada con un sistema de refrigeración mecánico o enfriada con metanol/hielo seco o nitrógeno líquido. A pesar de que este último reduce los costos del equipo, requiere de un monitoreo y mantenimiento diario, lo que deriva en mayores costos operacionales. Por ende, los condensadores que enfrían con un sistema de refrigeración mecánico constituyen la mejor opción.

Los condensadores deben ser fabricados de acero inoxidable y estar contruidos para proporcionar una máxima superficie para la formación de hielo. Pueden estar diseñados con una matriz de tuberías para el refrigerante dentro del tambor, o contar con tubería recubierta de material aislante que lleva el refrigerante y estar sujeta al exterior del tambor. El diseño preferido

es el que tiene las tuberías en el exterior del tambor, porque resulta más fácil la remoción de la acumulación de hielo.

Los sistemas de control

Las bombas de vacío para la cámara y los sistemas de refrigeración para el condensador tienen controles y visualizadores individuales. Las bombas de vacío tienen un interruptor para encendido/apagado y un calibrador para indicar la presión en la cámara. Algunos sistemas además presentan un dispositivo para controlar la presión o un método para cambiar entre varios sensores de diferentes presiones.

Los sistemas de refrigeración para los condensadores tienen un interruptor encendido/apagado y un indicador de temperatura. En la mayoría de los liofilizadores estos sistemas no pueden ser controlados, ya que siempre alcanzan la temperatura más baja posible. Algunas unidades tienen una función de descongelamiento para acelerar la remoción del hielo de la cámara.

Las unidades de refrigeración para las cámaras tienen un interruptor encendido/apagado y un indicador de temperatura. En casi todos los casos estos sistemas permiten ajustar la temperatura; lo que es importante, ya que los diferentes usos determinarán las temperaturas requeridas, por ejemplo, los artefactos arqueológicos que han sido empapados en una solución de polietilenglicol, deben ser secados a una temperatura menor que los libros o documentos de archivo dañados por el agua.

Otros posibles sistemas de control o medición incluyen alarmas, sensores de temperatura o aparatos para pesar. También es posible tener todos los sistemas de control combinados en un solo sistema informático.

Monitoreo del Secado

El proceso del secado puede ser monitoreado de las siguientes formas (comenzando por el método más común):

- Pesando el objeto
- Determinando la temperatura del objeto
- Midiendo los cambios de presión en la cámara de liofilización

Cada método tiene ventajas y desventajas. Los últimos dos permiten el monitoreo sin perder el vacío en la cámara y sin reducir la velocidad del proceso de secado, pero la primera opción es más fácil de llevar a cabo y no requiere la inserción de una sonda en el objeto.

Pesando el objeto

El peso de un objeto que está siendo liofilizado disminuye a medida que la humedad sublima, pero se estabiliza en cuanto el objeto está seco. Por lo tanto, pesar el objeto a intervalos a lo largo del proceso de liofilización es una forma (la más común) de monitorear el progreso del secado (ver Figura 2, donde el proceso de liofilización se completó a los 15 días). Es un procedimiento simple que solo requiere de una balanza estándar de carga superior. Sin embargo, este método también reduce la velocidad del proceso de liofilización ya que la cámara debe ser abierta para pesar el material.

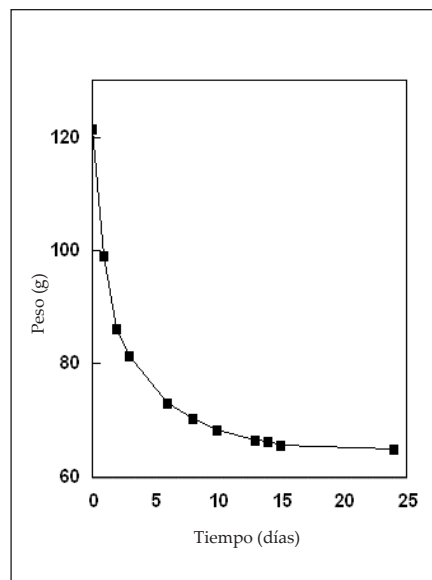


Figura 2. Una curva típica de pérdida de peso durante el proceso de secado por liofilización.

Determinando la temperatura del objeto

La temperatura interna de un objeto húmedo en proceso de liofilización es más baja que la temperatura de su superficie, pero esta diferencia disminuye a cero a medida que el objeto se seca. Por lo tanto, es posible monitorear el progreso del secado mediante la medición de la temperatura de la superficie y la interna. Esta técnica es más frecuentemente empleada cuando se usa un liofilizador con repisas que se calientan, y rara vez es utilizada con material cultural, ya que existe la posibilidad de que el objeto se dañe por el sobrecalentamiento y por la introducción de la sonda para medir la temperatura. A pesar de esto, a veces se usa este método con grandes piezas, tales como vigas de barcos.

Midiendo los cambios de presión

La humedad que sublima de los objetos que están en proceso de secado cambia la presión en la cámara, por ende, los cambios de presión pueden ser utilizados para indicar la sequedad del objeto. Esta técnica requiere de una válvula para aislar la cámara de la bomba de vacío y un dispositivo preciso para medir la presión (debido a que usualmente los cambios son muy pequeños a medida que se aproxima al secado completo). Primero se debe determinar el índice de fuga del sistema de vacío, lo cual se logra cerrando la válvula y registrando la velocidad de re-presurización de la cámara mientras está aislada. Luego, se repite el proceso en intervalos durante el desarrollo del secado. En la medida que la humedad sublima desde el objeto que se está secando, el sensor de presión registra el aumento del vapor de agua y la velocidad de re-presurización de la cámara. Durante el proceso de secado, la velocidad de re-presurización será mayor que el obtenido con la cámara vacía, y el material se considerará seco cuando ambas velocidades sean iguales.

Conclusión

El liofilizador al vacío es un equipo muy útil para preservar material cultural, ya sea mientras se recupera de un desastre o como parte de un proceso de conservación. Para quienes no tienen su propio equipo, el Instituto de Conservación Canadiense puede proveer servicios de liofilización.

Bibliografía

Lide, D.R., ed. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 79th edition. Boca Raton, Boston, London, New York, Washington, DC: CRC Press, 1998–1999, p. 6-7.

Escrito por Clifford Cook

Versión disponible en inglés y francés en Government of Canada, Canadian Conservation Institute: www.canada.ca/en/conservation-institute.html

Versión en español disponible en www.cncr.cl

Versión en español por CNCR-DIBAM.

Traducción: Gloria Alveal.
Revisión: Amparo Rueda de APOYOnline, Soledad Correa y Paloma Mujica.

© Government of Canada, Canadian Conservation Institute (CCI), 2002.
Revisado en 2007

Cat. N° NM 95-57/4-2-2007E

ISSN 0714-6221

© Centro Nacional de Conservación y Restauración (CNCR), 2017.

ISSN 0717-3601

Permitida su reproducción citando la fuente.