

"LIOFILISADOR" FEITO EM CASA

A.S. Paschoa, L. Guivelder e E.C.H. Latham
Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro
Departamento de Física, C.P. 38071, RJ 22453, Brasil

O preço elevado dos liofilisadores comercialmente disponíveis no mercado nacional motivou a construção de um protótipo simplificado para a retirada de água de amostras biológicas e ambientais através de vácuo seco. Tais amostras depois de secas são utilizadas na preparação de alvos que são irradiados por prótons para a análise elementar quantitativa através da técnica PIXE (Particle Induced X-Ray Emission). Tanto as amostras biológicas quanto as ambientais são colocadas em balões de vidro conectados diretamente a um tubo de vidro que, por sua vez, está ligado a um outro tubo, este de cobre e parcialmente imerso em nitrogênio líquido. O tubo de cobre está ligado a um sistema de vácuo que serve para forçar o abaixamento da pressão no interior do sistema, permitindo a secagem da amostra. A amostra é considerada "desumificada", quando a pressão na "extremidade úmida" iguala a pressão na "extremidade seca".

PIXE, desumificação, vácuo.

1. INTRODUÇÃO

O método analítico PIXE (Particle Induced X-Ray Emission) começou a ser utilizado quantitativamente na PUC/RJ em 1977 (1). A descrição do método PIXE para a análise multielementar de traços e uma discussão sobre suas potencialidades e possíveis aplicações podem ser encontradas em português (2,3). Contudo, só recentemente o método PIXE foi efetivamente utilizado no país para a análise elementar quantitativa de amostra biológica; no caso cabelo humano (4).

A principal dificuldade encontrada na aplicação do método PIXE para a análise de um grande número de amostras biológicas reside na técnica adotada na preparação dessas amostras. É comum a perda de alguns elementos traços durante os

procedimentos realizados na execução da maioria das técnicas de preparação de amostras adotadas. Dentre as técnicas mais comumente usadas para a preparação de amostras a serem analisadas pelo método PIXE a "secagem à frio" coloca-se entre aquelas de maior sucesso pelo fato de minimizar a possibilidade de perda de elementos de interesse. Trabalho recente de Robaye el alli (5) ressalta a importância da escolha adequada da técnica de preparação de amostras quando a análise pretende ter acuidade suficiente para estabelecer diferenças entre as composições elementares de amostras de tecidos associados como os vasos linfáticos interbronquiais e o pulmão como um todo, ou para medir variações na composição elementar do sangue humano durante a hemodiálise.

O propósito inicial que animou os autores do presente trabalho foi a construção de um liofilizador semelhante aqueles disponíveis para a venda no comércio especializado. Entretanto, a ausência de recursos específicos para a realização do projeto de construção de tal liofilizador, forçou o redirecionamento do propósito inicial. Este fato permitiu então que se construísse um sistema mais simples de secagem e o testasse com amostras tão diversas quanto folhas de Grumixana*, pedaços de camarão, casca e polpa de maçã e folhas de laranja e limão.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A Figura 1 mostra um esquema da montagem experimental utilizada. O sistema consiste essencialmente de um tubo de vidro "pyrex" com cinco saídas. A saída 1 está ligada a um manômetro de mercúrio em forma de U. As saídas 2, 3 e 4 permitem a conexão de até três bulbos de vidro "pyrex", simultaneamente, de 250 ml de volume interno cada um, onde são colocadas as amostras a serem secadas. O bulbo de vidro foi modificado para permitir que um termômetro seja colocado tão próximo à amostra quanto possível. A saída 5 está conectada por meio de um tubo de borracha flexível, resistente à baixa pressão interna, a um tubo de cobre. Este tubo de cobre, confor-

*Myrtaceae: Eugenia brasiliensis Lam.

me mostra a Figura 1, tem parcialmente o formato de uma espira que funciona como um "dedo frio" imerso em nitrogênio líquido. O objetivo deste "dedo frio" é congelar imediatamente o excesso de umidade dentro do tubo, baixando a pressão no interior do sistema e evitando que a bomba de vácuo mecânica (40l/min) seja exposta à umidade.

A pressão na "extremidade úmida" do sistema é medida pelo manômetro conectado à saída 1 e a pressão na "extremidade seca" é medida por outro manômetro de mercúrio, também em forma de U, colocado após o "dedo frio", conforme mostra a Figura 1.

Um frasco contendo grânulos de cloreto de cálcio para absorver umidade foi colocado antes da ligação final do sistema com a bomba de vácuo, com finalidade de proteção.

Quando a pressão no manômetro I cai, significa que está ocorrendo um congestionamento no "dedo frio". Isola-se então o tubo de cobre do restante do sistema por meio de grampos (vide Figura 1) e limpa-se o interior do tubo de cobre, após retirá-lo do sistema, por meio de ar comprimido.

O índice utilizado para estimar a água retirada das amostras é denotado por ϵ , cuja expressão é a seguinte:

$$\epsilon = \frac{m_u - m_s}{m_u} 100\% \quad [1]$$

onde m_u é a massa da amostra úmida e m_s é a massa da amostra seca.

As massas m_u e m_s foram determinadas por meio de pesagem em balança de precisão.

Tendo em vista a inexistência do sistema de medida de vácuo, a duração do processo de secagem foi controlada visualmente, isto é, encerrou-se o processo quando a amostra apresentava uma aparência seca. Obviamente, o tempo de "secagem" de cada amostra depende predominantemente de sua estrutura celular.

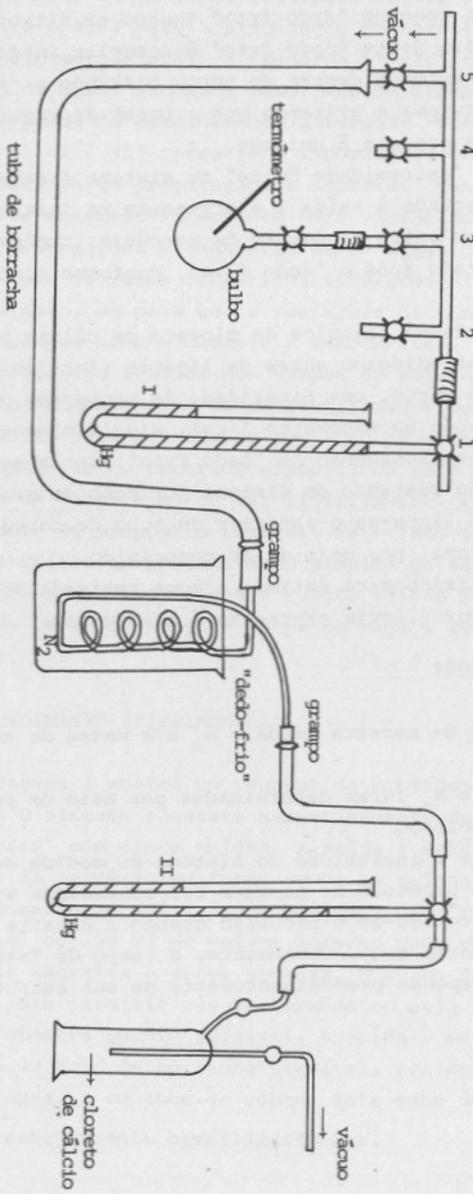


Figura 1. Esquema da montagem experimental.

3. RESULTADOS

Os resultados obtidos para a secagem de diferentes tipos de amostras estão apresentados nas tabelas I, II e III.

A tabela I mostra os resultados obtidos na secagem das amostras de folha de Grumixana.

TABELA I. Secagem de folhas de Grumixana.

m_u^* (g)	m_s^* (g)	ϵ (%)	tempo (horas)
0.284	0.061	79	72
0.223	0.054	76	72
0.506	0.112	78	48
0.217	0.055	75	48
0.506	0.265	48	24
0.302	0.123	59	24

*Os erros na determinação das massas são menores do que 1%.

A tabela II apresenta os resultados obtidos com a secagem de amostras de camarão.

TABELA II. Secagem de amostras de camarão

amostra	m_u^* (g)	m_s^* (g)	ϵ (%)	tempo (horas)
casca (exo-esqueleto)	0.109	0.067	43	45.7
tecido mole + conteúdo intestinal**	0.333	0.078	77	69.7
tecido mole	0.129	0.028	78	45.7
tecido mole [†]	0.755	0.170	77	0.83 (-50min)

*Os erros na determinação das massas são menores do que 1%.

**O conteúdo intestinal era constituído predominantemente de pequenos pedaços de algas verdes.

[†]Com fornecimento de calor através de banho de vapor e a amostra inicialmente congelada por meio de nitrogênio líquido.

Os resultados obtidos na secagem de partes de frutas comestíveis estão mostrados na tabela III.

TABELA III. Secagem de partes de frutas comestíveis.

amostra	m_u^* (g)	m_s^* (g)	ϵ (%)	tempo (horas)
maça (casca + polpa)	0.606	0.240	60	24,3
laranja (casca)	0.492	0.136	72	24,3
limão (casca)	0.492	0.170	63	24,3

*Os erros na determinação da massa são menores do que 1%.

4. DISCUSSÃO

Pode-se observar tentativamente, a partir dos dados apresentados na tabela I, que é necessário um tempo de secagem maior do que 48 horas para que se obtenha um índice de secagem ϵ acima de 70% para folhas de Grumixana. Quando o tempo de secagem foi de apenas 24 horas, o índice ϵ não atingiu a 60%.

A tabela II permite inferir que é possível secar o tecido mole de camarão até quase 80% com o sistema apresentado aqui, desde que o tempo de secagem seja suficientemente longo. Por outro lado, é interessante observar quando se congela uma amostra de tecido mole de camarão por meio de nitrogênio líquido antes de colocá-lo no bulbo de vidro e, a seguir, aquece-se o bulbo a uma temperatura máxima de 70°C através de banho de vapor, ao mesmo tempo que se processa a secagem a vácuo, o tempo necessário para se alcançar um índice ϵ de 77% é de apenas 50 minutos.

A tabela III permite observar que em cerca de 24 horas consegue-se índices de secagem entre 60 e 72% para partes de frutas comestíveis tais como maça (polpa + casca), casca de laranja e casca de limão.

5. COMENTÁRIOS FINAIS

A construção de um sistema de secagem simples que pode retirar facilmente até 80% da água existente em algumas amostras biológicas, de interesse para a análise elementar através do método PIXE, foi conseguida a um custo não estimado, mas sem dúvida muito inferior aos preços cobrados no mercado nacional por liofilisadores. Evidentemente, o custo preponderante deste sistema de secagem feito em casa esta relacionado à bomba de vácuo utilizada na operação e aos medidores de pressão. A bomba mecânica utilizada no sistema é a mesma que vem sendo usada num sistema de de-emanção de radônio, já montado e em operação para medir concentrações de ^{226}Ra em águas (6). Este fato fez baixar o custo total do sistema de secagem. Os medidores de pressão tipo "pirani" foram substituídos, na versão atual, por simples manômetros de mercúrio, cuja função principal é acusar algum vazamento no sistema ou entupimento devido ao gelo que pode acumular no interior do "dedo-frio".

A simplicidade de construção e funcionamento deste sistema de secagem é compatível com os limitados resultados preliminares obtidos até agora. Reconhece-se que o sistema de secagem aqui apresentado carece de maior desenvolvimento e, evidentemente, críticas e sugestões para o aperfeiçoamento deste sistema só poderão ser bem recebidas. Entretanto, cum pre lembrar também que o objetivo primordial que norteou a construção de tal sistema foi evitar o dispêndio, na compra de um liofilizador comercial, de verbas que poderiam ser melhor utilizadas no atendimento de outras necessidades do laboratório do acelerador Van de Graaff do Departamento de Física da PUC/RJ.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores desejam expressar seus agradecimentos ao Sr. Walter Munhoz, da Edwards do Brasil, pelas sugestões apresentadas no início da concepção deste projeto, ao Sr. Marcos Antonio Moraes Lentino e ao Prof. Gilson Brand Baptista

pelo interesse demonstrado em diversas fases do desenvolvimento do projeto.

7. REFERÊNCIAS

1. A.S. Paschoa, E.C. Montenegro, W. Margulis, A.G. de Pi nho, C.V. Barros Leite e G.B. Baptista, Proc. 3rd. Int. Conf. on Nuclear methods in environmental and energy research, Columbia, Missouri, CONF 771072 - USERDA (1977) 21.
2. A.G. de Pinho, E.C. Montenegro, C.V. Barros Leite, G.B. Baptista e A.S. Paschoa, An. Acad. brasil. Cienc. 51 (1979) 365.
3. E.C. Montenegro, A.G. de Pinho, G.B. Baptista e A.S. Paschoa, Ciência e Cultura, 32 (1980) 749.
4. G.B. Baptista, E.C. Montenegro, A.S. Paschoa e C.V. Barros Leite, Nucl. Instr. and Meth. 181 (1981) 263.
5. G. Robaye, G. Weber, J.M. Delbrouck, I. Roelandts, P. Bartsch e A. Collignon, Nucl. Instr. and Meth. 181 (1981) 59.
6. A.S. Paschoa, G.B. Baptista, E.C. Montenegro, A.C. Mi randa e G.M. Sigaud, Proc. Symp. Low-Level Radioactive Waste Management, Virginia, EPA 520/3-79-002 (1979) 337.