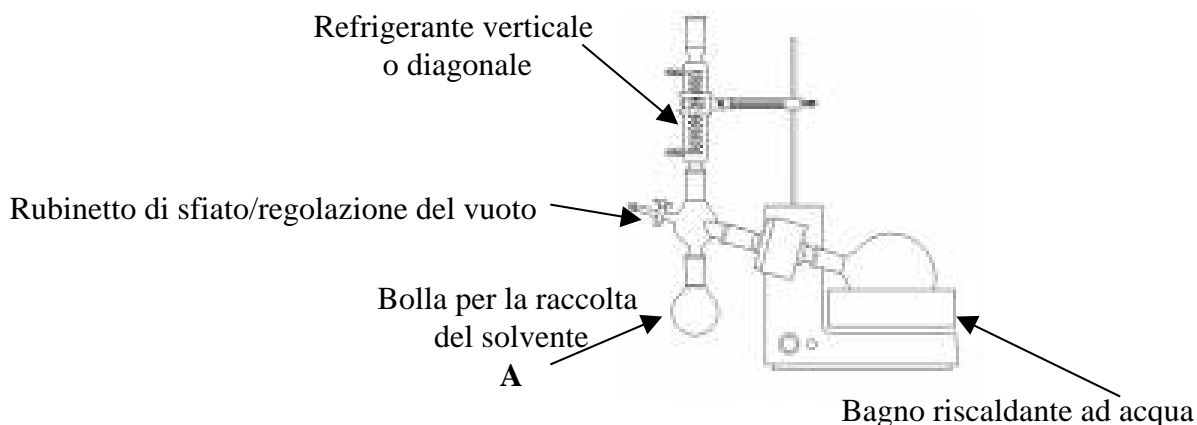
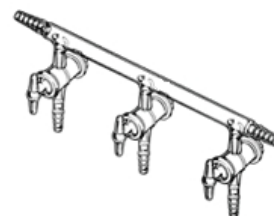


# EVAPORATORI ROTANTI e POMPA A MEMBRANA



## 1-EVAPORATORE ROTANTE

L'evaporatore rotante (o a rotazione) ha numerosi campi d'impiego tra cui distillazione, concentrazione di soluzioni, essiccazione, cristallizzazione, estrazione ecc.. Il rotavapor è collegato a un sistema di vuoto, rappresentato da una pompa ad acqua o a membrana, tramite una serie di tubi di materiale adatto al vuoto e al passaggio di sostanze chimiche. E' possibile collegare una singola pompa a più rotavapor o ottenere più vie per il vuoto tramite un apparecchio di vetro chiamato manifold, mostrato qui a lato.



La corretta procedura di utilizzo prevede di:

- (1) Indossare sempre gli occhiali di protezione e/o utilizzare gli appositi schermi;
- (2) Non sostare continuamente davanti al rotavapor in funzione, ne' tantomeno sedersi per controllare il pallone per tutta la durata dell'evaporazione; il processo di evaporazione, se ben pianificato, procede autonomamente;
- (3) Utilizzare solo vetreria adatta, ossia palloni a fondo tondo; l'utilizzo di altri contenitori, es. beute, può provocare implosioni devastanti e pericolosissime;
- (4) Controllare che il vetro del pallone sia integro; non devono essere presenti incrinature o "stelle";
- (5) Riempire il pallone per un volume non superiore alla metà;
- (6) Interporre tra rotavapor e pallone un apparecchio di vetro chiamato *bolla paraspruzzi* (mostrata a lato); tale accorgimento permette di recuperare agevolmente il campione in caso di ebollizione violenta e facilita la pulizia del rotavapor;

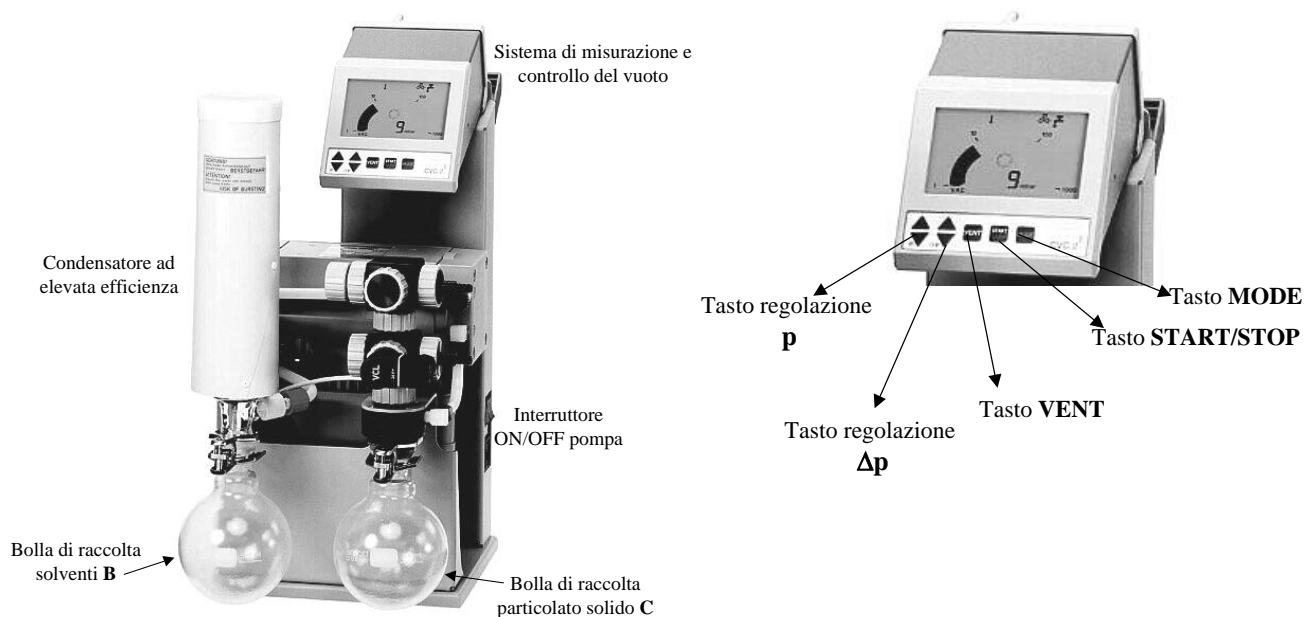


Per garantire un'ottimale resa di condensazione e un corretto recupero del solvente bisogna far attenzione alla **temperatura** e alla **pressione** di lavoro, che devono essere scelte a seconda delle caratteristiche del solvente da evaporare, tenendo conto anche della volatilità del soluto.

- (1) La temperatura del bagno deve essere almeno 20 °C al di sopra della temperatura di ebollizione del liquido da condensare alla pressione di lavoro;
- (2) La temperatura del refrigerante deve essere almeno 20 °C al di sotto della temperatura di ebollizione del liquido da condensare alla pressione di lavoro. Si noti che la temperatura dell'acqua di raffreddamento varia notevolmente nel corso dell'anno e che nel caso di solventi bassobollenti può essere necessario utilizzare un criostato a circolazione e/o immergere il pallone di raccolta (A) in una miscela frigorifera.

La temperatura di ebollizione del solvente, **t**, ad una certa pressione **p** si ottiene per via grafica dal diagramma sotto riportato, conoscendo la temperatura di ebollizione a 1 bar, **t<sub>s</sub>** (°C) e la costante **b** del solvente (riportata in Tabella). Es.: alcol metilico, **t<sub>s</sub>** = 65 °C, **b** = 0.160, **p** = 130 mbar, **t** = 24 °C.

## 2-POMPA a MEMBRANA



La pompa attualmente in uso nel laboratorio è una pompa a membrana con controller di pressione. Di seguito sono riportate alcune nozioni sul suo utilizzo (per spiegazioni più dettagliate si rimanda al manuale di istruzioni).

La pompa deve essere accesa, tramite l'interruttore laterale, alcuni minuti prima dell'utilizzo per permettere una migliore efficienza e ridurre l'usura delle parti meccaniche; inoltre è necessario aprire la circolazione dell'acqua per il raffreddamento del condensatore che sormonta la bolla di raccolta **B**.

L'accensione della pompa attiva anche il controller del vuoto (connesso alla pompa tramite un tubo da vuoto), che mostrerà la pressione atmosferica nell'unità di misura preimpostata (è possibile variare l'unità di misura della pressione, nonchè tarare il vacuometro, come descritto nel manuale di istruzioni).

Il pompaggio viene attivato o disattivato tramite il tasto **START/STOP**.

La pompa funziona in due modalità differenti selezionabili attraverso il tasto **MODE**. Il passaggio dall'una all'altra modalità può essere effettuato durante il pompaggio, ma è necessario premere prima il tasto **STOP**.

**MODALITA' 1:** la pompa raggiunge il massimo vuoto possibile (solitamente 7/8 Torr).

**MODALITA' 2:** il vuoto viene scelto manualmente dall'operatore tramite la doppia freccia **p**; la pompa determina un intervallo di pressione di lavoro  $\Delta p$ , correlato alla pressione scelta; normalmente è necessario regolare manualmente il valore di  $\Delta p$ , tramite l'apposito tasto a doppia freccia, se gli intervalli preimpostati risultano troppo stretti o troppo ampi; nel primo caso, la pompa apre e chiude la membrana in continuazione per mantenere la pressione all'interno dell'intervallo (questo provoca una maggiore usura delle parti meccaniche e della membrana); intervalli ristretti risultano necessari nel caso la pompa venga usata per distillazioni di composti organici; nel secondo caso, il processo di evaporazione è reso discontinuo dalle ampie variazioni di pressione.

E' presente il tasto **VENT** che permette di interrompere il vuoto sia momentaneamente (pressione di pochi secondi sul tasto), opzione particolarmente utile in caso di ebollizione violenta o schiumaggio del campione, sia permanentemente (pressione prolungata sul tasto) per riportare il sistema a pressione atmosferica in modo controllato.

La pompa è munita di due bolle di raccolta. La bolla **C** serve per raccogliere eventuale particolato solido trasportato dalla corrente di vapore del solvente, mentre la bolla **B**, sormontata da un condensatore ad elevata efficienza, permette di condensare i vapori di solvente, evitando il loro ristagno in pompa.

## 3-EVAPORAZIONE DI UN SOLVENTE DA UNA SOLUZIONE

- (1) Accendere la pompa da vuoto e controllare la circolazione di acqua nel condensatore;

- (2) Controllare che il liquido di raffreddamento (acqua o altro liquido criogenico) circoli nei refrigeranti dei rotavapor (collegati in serie);
- (3) Regolare la temperatura del bagno ad acqua attraverso l'apposita manopola;
- (4) Sollevare il lift mediante l'apposito interruttore o l'apposita manopola;
- (5) Connettere al rotavapor la bolla paraspruzzi tramite molla o apposita clip;
- (6) Controllare che il cono del pallone sia pulito e che tutta la vetreria sia a temperatura ambiente per evitare il bloccaggio dei giunti;
- (7) Connettere il pallone contenente la soluzione da evaporare alla bolla paraspruzzi tramite clip;
- (8) Azionare la rotazione meccanica del pallone, regolando il numero di giri del motore;
- (9) Abbassare il lift per immergere il pallone nel bagno ad acqua;
- (10) Connettere il rotavapor al sistema di vuoto aprendo il relativo rubinetto del manifold;
- (11) Chiudere il rubinetto di sfiato a due vie del rotavapor;
- (12) Azionare la pompa al vuoto prestabilito con il tasto **START**;
- (13) Scegliere le condizioni operative di pressione e temperatura in modo da permettere la condensazione della maggior parte del solvente nella bolla di raccolta del rotavapor **A**, riducendo così l'usura della pompa; se necessario, raffreddare la bolla di raccolta **A** con miscela frigorifera;
- (14) Al termine del processo di evaporazione riportare il sistema a pressione atmosferica fermando la pompa con il tasto **STOP**. Esercitare quindi una pressione prolungata sul tasto **VENT** ed infine aprire il rubinetto di sfiato a due vie del rotavapor; **CONTROLLARE CHE IL SISTEMA SIA EFFETTIVAMENTE A PRESSIONE ATMOSFERICA PRIMA DI COMPIERE QUALSIASI ALTRA OPERAZIONE, PER EVITARE GRAVI INCIDENTI.**
- (15) Fermare la rotazione meccanica del pallone;
- (16) Sollevare il pallone dal bagno ad acqua e spegnere il riscaldamento;
- (17) Staccare il pallone dalla bolla paraspruzzi;
- (18) Controllare che la bolla paraspruzzi e il rotavapor siano puliti;
- (19) Svuotare tempestivamente la bolla di raccolta solventi **A** del rotavapor, lavarla con acetone e asciugarla con il phon.

E' necessario ricordare che in presenza di altri utenti GIA' connessi alla linea di vuoto tramite il manifold:

- le operazioni (1)-(2) e (12) non sono necessarie. Inoltre, occorre anteporre all'operazione (10) la chiusura del rubinetto del manifold connesso all'altro rotavapor, per riaprirlo solo dopo che è stato nuovamente raggiunto il livello di vuoto desiderato. Questo modo di procedere consente di evitare brusche alterazioni di pressione che possono influenzare le evaporazioni in corso.
- al posto dell'operazione (14), occorre isolare il proprio rotavapor dalla linea, chiudendo il relativo rubinetto del manifold e riportare il rotavapor a pressione atmosferica aprendo gradualmente il rubinetto di sfiato a due vie.

## 4-MANUTENZIONE DEL SISTEMA

Al termine di ogni giornata lavorativa è necessario:

- controllare che le bolle di raccolta del solvente **A** e **B** siano vuote e pulite;
- accertare la presenza di solido o liquidi altobollenti nella bolla di raccolta particolato **C** della pompa;
- controllare che il rotavapor sia pulito da ogni residuo solido o liquido;
- controllare che solventi o sostanze organiche non siano condensate nelle diverse parti dell'impianto, compresi i tubi di connessione rotavapor/manifold, pompa/manifold e pompa/controller di vuoto;
- spegnere la pompa, tutti i bagni riscaldanti e chiudere l'acqua di raffreddamento.

La manutenzione mensile richiede di:

- controllare l'integrità e la flessibilità dei tubi di connessione (il passaggio ripetuto di vapori organici tende a deteriorare le pareti interne del tubo, provocando lo strozzamento del tubo stesso, con rischi di vuoto non controllato).
- controllare la mobilità di rubinetti; in caso di rotazione difficoltosa, è necessario smontare il rubinetto, pulirlo con carta e adeguato solvente, e ricoprire la superficie con un sottile strato di grasso siliconico; controllare la mobilità dei giunti sferici che collegano le bolle di raccolta **A**, **B**, **C** ed eventualmente ingrassarle;
- smontare e pulire il manifold;
- smontare e pulire il rotavapor in ogni sua parte;
- controllare lo stato dell'acqua nei bagni riscaldanti e sostituirla;

- verificare il vuoto massimo raggiungibile dalla pompa e tarare il controller di vuoto.

## 5-CONSIDERAZIONI PRATICHE

**Evaporazione di solventi bassobollenti**, come Et<sub>2</sub>O, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, CHCl<sub>3</sub>, THF, MeOH, etere di petrolio 40-60, pentano, esano, etilacetato, acetone:

- Evaporare la maggior parte del solvente a pressione controllata tramite blando riscaldamento del bagno ad acqua, in modo da favorire il contatto tra la serpentina refrigerante del rotavapor e i vapori di solvente; tale accorgimento permette di raccogliere il solvente nella bolla **A**.
- Riportare il sistema a pressione atmosferica, svuotare la bolla di raccolta **A** ed evaporare le ultime tracce di solvente alla pressione minima raggiungibile; per ridurre il rischio di un'evaporazione violenta, è consigliabile aumentare gradualmente il vuoto mentre il pallone è immerso nel bagno riscaldante, oppure lavorare in condizioni di vuoto massimo a freddo.

**Evaporazione di solventi altobollenti**, come EtOH e alcoli superiori, etere di petrolio 60-80 e 80-100, H<sub>2</sub>O, CH<sub>3</sub>CN, benzene, toluene, DMF, DMSO:

- Evaporare la maggior parte di solvente a pressione controllata riscaldando maggiormente il bagno del rotavapor rispetto al caso precedente, per favorire la raccolta del solvente nella bolla **A**, che viene ulteriormente refrigerata con ghiaccio; ciò permette una migliore efficienza di lavoro, oltre ad impedire che grandi quantità di solvente condensino nella linea di vuoto, provocando problemi all'impianto.
- Riportare il sistema a pressione atmosferica, svuotare la bolla di raccolta **A** e portare il sistema alla minima pressione raggiungibile; in questo caso l'eliminazione delle ultime tracce di solvente può essere lenta e richiedere temperature elevate; è buona norma riportare in soluzione il composto con un appropriato solvente organico con T<sub>eb</sub> minore e portare a secco; tale operazione, se ripetuta più volte, facilita l'eliminazione completa dei residui di solvente altobollente.
- Lavare accuratamente il rotavapor per eliminare i residui di solvente; dopo aver svuotato le bolle di raccolta, smontare il rubinetto di sfiato e lavare la serpentina refrigerante con un solvente adatto (miscibile con quello evaporato; nella maggior parte dei casi si può usare acetone); infine, riempire un pallone da 50-100 mL con acetone ed evaporarlo per completare il lavaggio dell'apparecchio.

**LA PRESENZA DI ACQUA NEL SISTEMA PUÒ PROVOCARE REAZIONI INDESIDERATE O DECOMPORRE I COMPOSTI PROPRI E DEI COLLEGHI !**

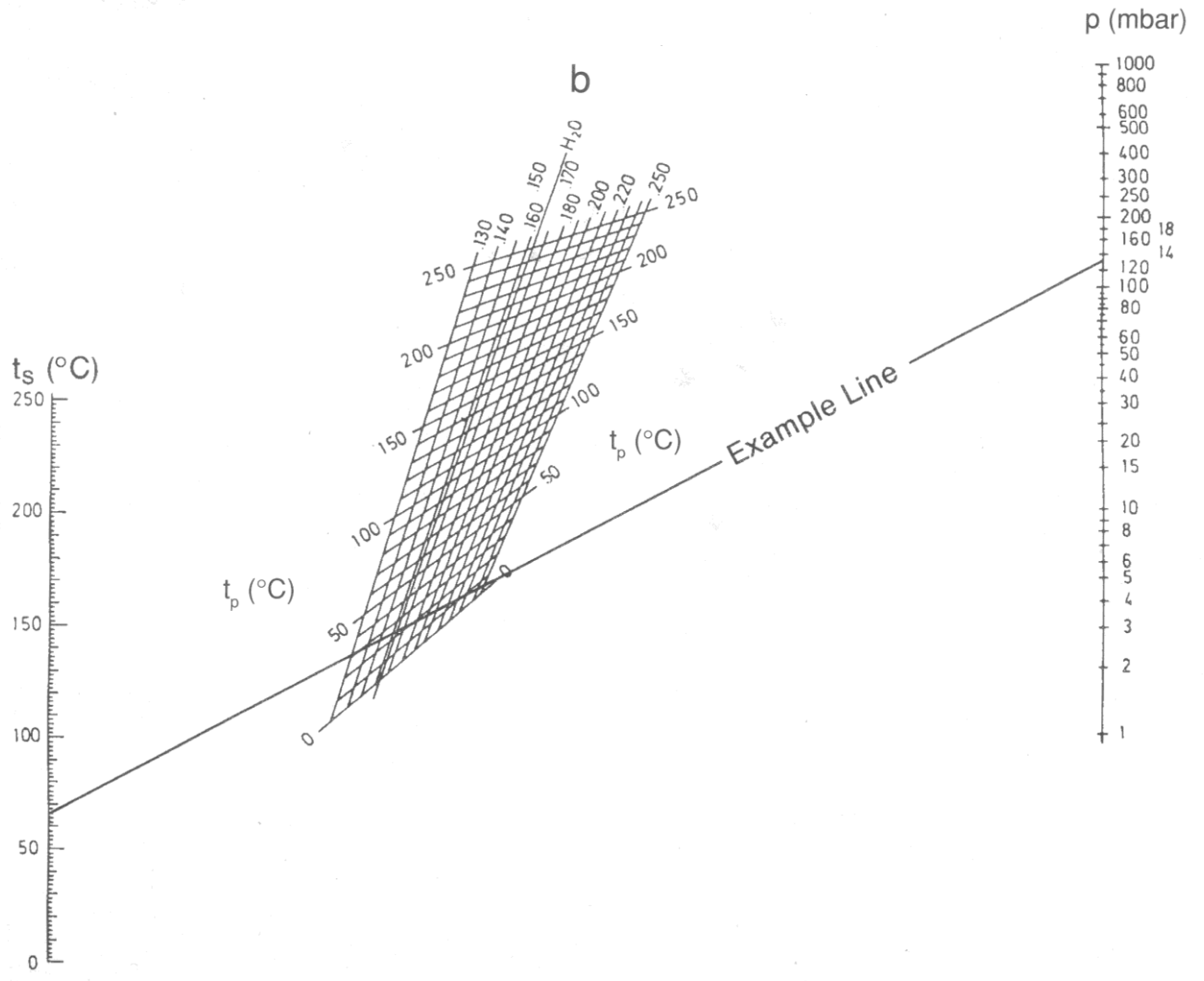
**Evaporazione di soluzioni contenenti sostanze acide**, come HCl, HBr, HCOOH, CH<sub>3</sub>COOH, SOCl<sub>2</sub>, ecc....., **o basiche**, es. ammine:

- È di vitale importanza raccogliere la totalità dell'evaporato nella bolla **A** del rotavapor, sia per evitare il precoce danneggiamento dell'impianto che per facilitare le operazioni di pulizia.
- Al termine dell'evaporazione lavare accuratamente il rotavapor e la bolla di raccolta con un solvente appropriato (che non reagisca in ambiente acido o basico); molto spesso l'acqua rappresenta una buona scelta; svuotare la bolla di raccolta e evaporare 50-100 mL di un solvente appropriato per lavare l'apparecchio; effettuare un lavaggio finale dell'impianto con acetone;

**LA PRESENZA DI ACIDI O BASI NEL SISTEMA PUÒ PROVOCARE REAZIONI INDESIDERATE O DECOMPORRE I COMPOSTI PROPRI E DEI COLLEGHI !**

**Bloccaggio dei giunti smerigliati.** Dopo aver verificato che il sistema sia realmente a pressione atmosferica, provare a ruotare i giunti bloccati; se ciò non dovesse funzionare, provare a battere dolcemente la zona di contatto tra i giunti con un pezzo di legno, sorreggendo l'impianto per evitare che distacchi improvvisi portino alla caduta del pallone.

**SPESSE CRISTALLIZZAZIONI DIFFICOLTOSI, COLORAZIONI INDESIDERATE, ODORI INASPETTATI E PRESENZA DI PICCHI <sup>1</sup>HNMR NON SPIEGABILI NEL PRODOTTO FINALE SONO FRUTTO DI UNA SCARSA PULIZIA DEL ROTAVAPOR!!!!**



## PHYSICAL CONSTANTS B: EXPERIMENTAL DATA FOR THE DETERMINATION OF THE

Solvent	Chem. form.	Density [g/cm <sup>3</sup> ]	b.p.. [°C]	Const. b
Acetone	(H <sub>3</sub> C) <sub>2</sub> CO	0,79	56	0.195
Benzene	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	0,88	80	0.195
Butanol	H <sub>3</sub> C-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -OH	0,81	117	0.160
<i>iso</i> Butanol	(H <sub>3</sub> C) <sub>2</sub> CH-CH <sub>2</sub> -OH	0,81	129	0.160
<i>tert.</i> Butanol	(H <sub>3</sub> C) <sub>3</sub> C-OH	0,79	82	0.154
<i>tert.</i> Butylmethylether	(H <sub>3</sub> C) <sub>3</sub> C-O-CH <sub>3</sub>	0,74	55	0.195
Chlorobenzene	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl	1,11	132	0.202
Cyclohexane	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	0,78	81	0.200
1,2-Dichloroethane	ClH <sub>2</sub> C-CH <sub>2</sub> Cl	1,24	84	0.201
Dichloromethane	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	1,33	40	0.200
Diethylether	(H <sub>3</sub> C-CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O	0,71	35	0.195
Diisopropylether	((H <sub>3</sub> C) <sub>2</sub> CH) <sub>2</sub> O	0,72	68	0.195
DMF	HCON(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0,95	149-56	
1,3-Dioxane	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	1,03	105	0.195
1,4-Dioxane	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	1,03	101	0.195
Ethanol	H <sub>3</sub> C-CH <sub>2</sub> -OH	0,79	79	0.160
Ethylacetate	H <sub>3</sub> C-CO <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	0,90	77	0.190
Hexane	H <sub>3</sub> C-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -CH <sub>3</sub>	0,66	69	0.200
Methanol	H <sub>3</sub> C-OH	0,79	65	0.160
Methylethylketone	H <sub>3</sub> C-CH <sub>2</sub> -CO-CH <sub>3</sub>	0,81	80	0.206
Nitrobenzene	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>2</sub>	1,20	210	0.190
Pentachloroethane	Cl <sub>3</sub> C-CHCl <sub>2</sub>	1,68	162	0.200
Pentane	H <sub>3</sub> C-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -CH <sub>3</sub>	0,63	36	0.200
Pentanol	H <sub>3</sub> C-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -OH	0,81	137	0.158
Propanol	H <sub>3</sub> C-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -OH	0,80	97	0.160
<i>iso</i> Propanol	(H <sub>3</sub> C) <sub>2</sub> CH-CH <sub>2</sub> -OH	0,79	82	0.158
1,1,2,2-Tetrachloroethane	Cl <sub>2</sub> HC-CHCl <sub>2</sub>	1,60	146	0.200
Tetrachloroethylene	Cl <sub>2</sub> C=CCl <sub>2</sub>	1,62	121	0.200
Tetrachloromethane	CCl <sub>4</sub>	1,59	77	0.200
THF	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O	0,89	67	0.195
1,1,1-Trichloroethane	Cl <sub>3</sub> C-CH <sub>3</sub>	1,34	74	0.205
Trichloroethylene	ClHC=CCl <sub>2</sub>	1,46	87	0.200
Trichlormethane	CHCl <sub>3</sub>	1,48	62	0.200
Toluene	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	0,87	111	0.195
Water	H <sub>2</sub> O	1,00	100	0.160
Xylene (isomeric mixture)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0,86	140	0.195