

DRY BOX MBraun UniLAB

La dry-box in dotazione fornisce un ambiente in atmosfera controllata (N_2) nel quale effettuare operazioni che coinvolgono sostanze sensibili all'aria (sostanze fortemente igroscopiche, sostanze reattive nei confronti di O_2 e CO_2 , ecc.). La dry-box rappresenta anche una utile fonte di azoto pulito per operazioni da eseguire sotto cappa con le tecniche usuali (reazioni in atmosfera inerte, flussaggio di campioni, ecc.). La concentrazione di O_2 e H_2O all'interno della dry-box può essere mantenuta inferiore a 1 ppm e monitorata con gli appositi sensori elettronici o con altre tecniche. Al suo interno, la dry-box è dotata di bilancia, agitatore magnetico con piastra riscaldante, sostegno, spatole, bacchette di vetro, Parafilm, tappi di polietilene ecc.. Sono inoltre presenti contenitori per rifiuti liquidi e solidi, spazzola e paletta per la raccolta di frammenti di carta e vetro.

Tecnicamente, lo strumento è composto dall'ambiente di lavoro vero e proprio (A), da una pre-camera principale (B1) e una mini pre-camera (B2) per l'introduzione e la rimozione del materiale, dal pannello elettronico (C), dalla consolle di comando (D), dai sensori di O_2 (E1) ed H_2O (E2), da una pompa da vuoto Edwards (F), dalla pompa del circolatore (G), dal manicotto di raffreddamento (H). In più sono presenti un filtro a carboni attivi, un filtro a catalizzatore+setacci molecolari e la linea che fornisce il gas di lavoro (N_2 , 99.998% con pressione di **5-6 bar**) (non mostrati in figura).



1. Accensione e spegnimento della dry-box. L'accensione della dry-box viene effettuata ruotando in posizione "I" l'interruttore "Main Switch" posto sul lato destro del pannello elettronico (C). Dopo una serie di messaggi di inizializzazione, sul display della consolle di comando (D) compaiono il valore della pressione all'interno della dry-box (in mbar) e le letture dei sensori di O_2 ed H_2O (o la scritta "OFF" se i sensori sono disattivati). Lo spegnimento si effettua ruotando lo stesso interruttore su "0".

2. Accensione e spegnimento della pompa da vuoto. La pompa da vuoto Edwards (F) viene accesa e spenta premendo l'apposito tasto "vacuum pump" sulla consolle (D).

3. Attivazione e disattivazione dei sensori. Sulla consolle (D) premere ENTER, quindi F2 (FUNCTION), e F1. Dopo l'attivazione, occorrono alcuni minuti prima che i sensori vadano a regime. Per disattivare i sensori, seguire una identica procedura.

N.B.: Se la concentrazione di H_2O è > 253 ppm, il sensore di O_2 viene automaticamente disattivato ("OFF"). La riattivazione è automatica quando la concentrazione di H_2O scende al di sotto di 253 ppm.

Il sensore di H_2O deve essere sottoposto a periodica pulizia e manutenzione. Rivolgersi ad AJ.

4. Regolazione della pressione interna. Richiamando N_2 dalla linea esterna o collegando la pompa da vuoto, la dry-box è in grado di regolare automaticamente la pressione interna P, mantenendola in un intervallo $P_{min} < P < P_{max}$ scelto dall'operatore. Per impostare P_{min} e P_{max} , premere ENTER sulla consolle (D), quindi scorrere il menu con F1 (<<) e F4 (>>) fino a selezionare PARAMETER BOX SET (F2); con le

freccette F1 (<<) e F4 (>>) posizionarsi su UPPER PRESSURE o LOWER PRESSURE, digitare il valore numerico desiderato, premere ENTER. Uscire con ESC.

N.B. Quando la dry-box è accesa ma la pompa da vuoto è spenta la dry-box non è in grado di espellere N₂ e quindi di compensare eventuali sovrappressioni. E' invece in grado di richiamare N₂, per cui $P \geq P_{min}$ ma può essere $P \geq P_{max}$. Quando la dry-box è spenta, lo strumento non può nè richiamare nè espellere N₂ e la pressione interna non è soggetta ad alcun controllo.

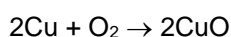
Valori di riferimento sono

$$P_{min} = 3.0 \text{ mbar}$$
$$P_{max} = 6.0 \text{ mbar}$$

(si noti che la consolle accetta soltanto valori di P_{min} e P_{max} tali per cui $P_{max} - P_{min} \geq 2 \text{ mbar}$). Nell'utilizzo della dry-box come sorgente di azoto pulito, è consigliabile che la differenza tra P_{min} e P_{max} sia la più piccola possibile, in modo da garantire un flusso di azoto costante. Si noti comunque che valori troppo simili di P_{min} e P_{max} possono comportare un consumo eccessivo di azoto qualora il richiamo di azoto determini il sistematico superamento di P_{max} e la successiva espulsione del gas in eccesso.

5. Uso della pedaliera. La pedaliera consente di portare la pressione a P_{min} (pedale di sinistra) o a P_{max} (pedale di destra).

6. Attivazione della circolazione. Il gas presente all'interno della dry-box può essere sottoposto a purificazione continua mediante circolazione attraverso i due filtri in dotazione. Il filtro a carboni attivi trattiene le sostanze organiche mentre il filtro a catalizzatore + setacci molecolari elimina l'O₂ con la reazione



e trattiene l'H₂O. Per evitare che il gas riscaldato per compressione all'uscita della pompa del circolatore (G) provochi un aumento della temperatura interna alla dry-box, occorre far circolare acqua nel manicotto di raffreddamento (H). Per attivare la circolazione, seguire *scrupolosamente* le istruzioni seguenti:

- (1) Aprire parzialmente il rubinetto dell'acqua di raffreddamento posto sotto cappa;
- (2) Estrarre parzialmente il tubo di gomma inserito nello scarico posto sotto cappa e verificare che il flusso in uscita non sia eccessivo o troppo scarso;
- (3) Assicurarsi che (a) le valvole V1 e V2 siano aperte e la valvola V3 sia chiusa (= il gas di lavoro viene forzato dal circolatore attraverso il filtro a carboni attivi) oppure che (b) le valvole V1 e V2 siano chiuse e la valvola V3 sia aperta (= il gas non attraversa il filtro a carboni attivi).
N.B. la chiusura simultanea delle valvole V1, V2 e V3 può causare danni al circolatore!
- (4) Premere il tasto CIRCULATION sulla consolle (D) (se spenta, la pompa da vuoto Edwards (F) viene accesa automaticamente).

Nota sulla circolazione: se la pressione del gas di lavoro è insufficiente, la circolazione viene automaticamente disattivata; la circolazione riprende quando la pressione del gas di lavoro è nuovamente adeguata.

7. Disattivazione della circolazione. Per disattivare la circolazione, seguire scrupolosamente le istruzioni seguenti:

- (1) Premere il tasto CIRCULATION sulla consolle (D);
- (2) Chiudere il rubinetto dell'acqua di raffreddamento posto sotto cappa;
- (3) Spegner la pompa da vuoto Edwards (F).

8. Introduzione/estrazione di materiale. Per introdurre o estrarre materiale dalla dry-box si utilizzano le due pre-camere (B1) e (B2). La scelta della pre-camera è dettata unicamente dalle dimensioni delle materiale interessato. **Ogni qualvolta risulti possibile, è consigliabile utilizzare la mini pre-camera.**

8.1. Introduzione di materiale attraverso la pre-camera principale (B1).

Seguire scrupolosamente le seguenti istruzioni:

- (1) Aprire il pannello circolare esterno e sistemare il materiale desiderato sull'apposito vassoio scorrevole;

Nota: nelle pre-camere viene fatto il vuoto! Per evitare l'esplosione dei contenitori, utilizzare recipienti nei quali sia stato fatto preventivamente il vuoto (es. solventi provenienti da cicli di freeze-

pump-thaw); nel caso ciò non sia possibile, utilizzare contenitori sigillati unicamente con tappi a vite e flussati con N₂. Evitare di introdurre beute o palloni chiusi con tappi smerigliati o altro! Solidi non volatili possono essere introdotti utilizzando recipienti aperti o dotati di tappi forati per evitare la fuoriuscita del solido. I contenitori vuoti devono essere lasciati aperti.

- (2) Chiudere il pannello circolare esterno, evitando di stringere eccessivamente il meccanismo a vite;
- (3) Aprire molto *lentamente* la valvola che mette in comunicazione la pre-camera con la pompa da vuoto Edwards (F), seguendo la diminuzione della pressione sull'apposito manometro;
- (4) Continuare il pompaggio con valvola completamente aperta per **30 minuti**;
- (5) Chiudere la valvola suddetta;
- (6) Aprire molto lentamente il rubinetto che pone in comunicazione la pre-camera con la dry-box e permette di far affluire N₂ nella pre-camera. Seguire l'aumento della pressione sull'apposito manometro.
- (7) Chiudere il rubinetto;
- (8) Ripetere le operazioni da (3) a (7) per altre 2 volte;
- (9) Regolare il valore di P_{min} a 0 mbar;
- (10) Premere il pedale di sinistra della pedaliera per portare la pressione interna a P_{min} = 0 e consentire di infilare i guanti;
- (11) Dall'interno della dry-box, aprire il pannello circolare interno, estrarre il vassoio scorrevole e trasferire il materiale;
- (12) Richiudere il pannello circolare interno, evitando di stringere eccessivamente il meccanismo a vite.

8.2. Introduzione di materiale attraverso la mini pre-camera (B2).

Seguire scrupolosamente le seguenti istruzioni:

- (1) Aprire il pannello circolare esterno e sistemare il materiale desiderato nella mini pre-camera;

Nota: nelle pre-camere viene fatto il vuoto! Per evitare l'esplosione dei contenitori, utilizzare recipienti nei quali sia stato fatto preventivamente il vuoto (es. solventi provenienti da cicli di freeze-pump-thaw); nel caso ciò non sia possibile, utilizzare contenitori sigillati unicamente con tappi a vite e flussati con N₂. Evitare di introdurre beute o palloni chiusi con tappi smerigliati o altro! Solidi non volatili possono essere introdotti utilizzando recipienti aperti o dotati di tappi forati per evitare la fuoriuscita del solido. I contenitori vuoti devono essere lasciati aperti.

- (2) Chiudere il pannello circolare esterno;
- (3) Ruotare lentamente la valvola in posizione EVACUATE, seguendo la diminuzione della pressione sull'apposito manometro;
- (4) Continuare il pompaggio per **5 minuti**;
- (5) Riportare la valvola in posizione CLOSED e, successivamente ruotarla in posizione REFILL, seguendo l'aumento della pressione sull'apposito manometro;
- (6) Ripetere le operazioni da (3) a (5) per altre 2 volte;
- (7) Regolare il valore di P_{min} a 0 mbar;
- (8) Premere il pedale di sinistra della pedaliera per portare la pressione interna a P_{min} = 0 e consentire di infilare i guanti;
- (9) Dall'interno della dry-box, aprire il pannello circolare interno e trasferire il materiale;
- (10) Richiudere il pannello circolare interno.

8.3. Estrazione di materiale attraverso la pre-camera principale (B1).

Seguire scrupolosamente le seguenti istruzioni:

N.B. Qualora la pre-camera sia già in atmosfera di N₂ le operazioni (1)-(6) sono superflue.

- (1) Aprire molto *lentamente* la valvola che pone in comunicazione la pre-camera con la pompa da vuoto Edwards (F), seguendo la diminuzione della pressione sull'apposito manometro;
- (2) Continuare il pompaggio con valvola completamente aperta per **30 minuti**;
- (3) Chiudere la valvola suddetta;
- (4) Aprire molto lentamente il rubinetto che pone in comunicazione la pre-camera con la dry-box e permette di far affluire N₂ nella pre-camera. Seguire l'aumento della pressione sull'apposito manometro;
- (5) Chiudere il rubinetto;
- (6) Ripetere le operazioni da (1) a (5) per altre 2 volte;
- (7) Regolare il valore di P_{min} a 0 mbar;
- (8) Premere il pedale di sinistra della pedaliera per portare la pressione interna a P_{min} = 0 e consentire di infilare i guanti;

- (9) Dall'interno della dry-box, aprire il pannello circolare interno, estrarre il vassoio scorrevole e trasferire il materiale sul vassoio;
- (10) Richiudere il pannello circolare interno, evitando di stringere eccessivamente il meccanismo a vite.
- (11) Aprire il pannello circolare esterno e rimuovere il materiale dal vassoio.

8.4. Estrazione di materiale attraverso la mini pre-camera (B2).

Seguire scrupolosamente le seguenti istruzioni:

N.B. Qualora la mini pre-camera sia già in atmosfera di N₂ le operazioni (1), (2) e (3) sono superflue.

- (1) Ruotare lentamente la valvola in posizione EVACUATE, seguendo la diminuzione della pressione sull'apposito manometro;
- (2) Continuare il pompaggio per **5 minuti**;
- (3) Riportare la valvola in posizione CLOSED e, successivamente ruotarla in posizione REFILL, seguendo l'aumento della pressione sull'apposito manometro;
- (4) Ripetere le operazioni da (1) a (3) per altre 2 volte;
- (5) Regolare il valore di P_{min} a 0 mbar;
- (6) Premere il pedale di sinistra della pedaliera per portare la pressione interna a P_{min} = 0 e consentire di infilare i guanti;
- (7) Dall'interno della dry-box, aprire il pannello circolare interno e introdurre il materiale nella mini pre-camera;
- (8) Richiudere il pannello circolare interno;
- (9) Aprire il pannello circolare esterno ed estrarre il materiale dalla mini pre-camera;

9. Norme per un corretto utilizzo della dry-box.

9.1. Stato dei filtri. In condizioni di normale funzionamento, la concentrazione di H₂O e O₂ raggiunge valori < 1 ppm dopo circa 15 minuti di circolazione. Se ciò non si verifica, è probabile che i filtri siano esauriti e che debbano essere rigenerati. Rivolgersi ad AJ.

9.2. Pressione del gas di lavoro (N₂) nella linea esterna. Per un corretto funzionamento, la pressione del gas nella linea esterna deve essere di 5-6 bar. Diversamente, non si aprono le valvole di entrata e uscita del gas (e, se attiva, la circolazione viene automaticamente disattivata).

9.3. Operazioni all'interno della dry-box. Durante le operazioni manuali all'interno della dry-box, si verificano inevitabili sbalzi di pressione provocati dai movimenti dei guanti. Se l'intervallo P_{min} – P_{max} è molto stretto, le ripetute compensazioni di pressione determinano un notevole consumo di N₂ e dei catalizzatori ((il gas compresso fornito dalla bombola è meno puro rispetto all'atmosfera della dry-box). E' quindi indispensabile impostare valori di P_{min} e P_{max} molto diversi, ad esempio:

$$P_{\min} = 0.0-0.5 \text{ mbar}$$

$$P_{\max} = 10 \text{ mbar}$$

E' inoltre consigliabile (i) evitare movimenti bruschi o molto estesi che facciano scendere la pressione sotto a P_{min} o la facciano salire sopra a P_{max} e (ii) compensare – per quanto possibile – l'estensione di un guanto ritraendo l'altro guanto. Nel caso si debbano temporaneamente estrarre le braccia, non rivoltare completamente i guanti, ma lasciarli dentro la dry-box; per facilitare questa operazione sono disponibili due barattoli di vetro riempiti di sabbia, da collocare all'interno dei guanti per mantenerli in posizione; pochi minuti a 0-0.5 mbar non contaminano l'atmosfera della dry-box! Nel caso di soste prolungate, operare come indicato in **9.5**. In linea generale, il volume del gas nella dry-box dovrebbe essere mantenuto minimo, per limitare il consumo di N₂ e dei catalizzatori.

Tranne durante le manipolazioni e per tempi limitati, all'interno della dry-box non devono trovarsi recipienti **aperti** contenenti sostanze di qualsiasi natura, soprattutto solventi o sostanze volatili. I solventi e le sostanze volatili e coordinanti o reattive (*ammine, alogenati, acetoneitrile, alcoli, fosfine, tioli*) sono altamente dannosi per il filtro a catalizzatore, così come acqua e acidi. Per i solventi vale la seguente classificazione:

- I. *Solventi compatibili con il catalizzatore:* pentano, esano, benzene, toluene, eptano, e altri idrocarburi.
- II. *Solventi dannosi per il catalizzatore:* THF, etere etilico, DME, ecc.
- III. *Solventi molto dannosi per il catalizzatore:* diclorometano, acetoneitrile.
- IV. *Solventi estremamente dannosi per il catalizzatore:* piridina, metanolo, cloroformio, DMSO, DMF, piridina, composti volatili contenenti zolfo.

Anche pipette e siringhe bagnate di solventi devono essere portate all'esterno, in quanto poche gocce di solvente sono in grado di saturare l'ambiente della dry box. I contenitori chiusi da introdurre in dry-box devono essere **preventivamente evacuati o riempiti di azoto**.

9.4. Guanti. I guanti possono essere soggetti a rottura in seguito ad accidentale contatto con materiale appuntito o tagliente all'interno della dry-box; le più frequenti cause di rottura sono:

- a) perforazione da parte di schegge di vetro; per raccogliere la punta rotta di una pipetta usare le pinzette!
- b) taglio diretto o "pizzicatura" nel meccanismo delle forbici;
- c) chiusura accidentale del guanto nel pannello interno della mini pre-camera o nel meccanismo a leva;
- d) perforazione da parte dei gancetti di filo di ferro sul collo di palloni o beute (i gancetti dovrebbero sempre essere protetti con tubo di gomma);
- e) contatto con la piastra riscaldante

Più spesso i guanti vengono perforati dalle unghie dell'utilizzatore. Per ridurre il rischio di rottura, è consigliabile indossare i sotto-guanti in cotone (disponibili in diverse misure) ed evitare spinte eccessive verso l'interno. A questo scopo, e per ridurre il consumo di azoto, nei periodi di inutilizzo i guanti possono essere lasciati rivoltati verso l'interno – pronti per l'uso – e i due oblò ricoperti con un telo fissato attraverso una fascia elastica (vedi Figura).



Piccole riparazioni possono essere eseguite con nastro adesivo telato. In caso sia necessario sostituire i guanti, rivolgersi ad AJ.

9.5. Manutenimento. Anche se non vi sono perdite di gas, sono possibili sbalzi di pressione durante i periodi di inattività a causa di variazioni di temperatura. E' dunque opportuno sorvegliare la pressione interna affinché non si avvicini pericolosamente a 0 o non raggiunga valori eccessivi. Chiudendo ogni sera la bombola (tranne nel caso vi siano reazioni in corso sotto flusso di azoto) la pressione residua nella linea è sufficiente ad un corretto mantenimento durante la notte. Nei periodi di inattività, bloccare i guanti verso l'interno e impostare pressioni di mantenimento $P_{\min} = 2-4$ mbar, $P_{\max} = 8$ mbar;

9.6. Elettricità statica. L'accumulo di elettricità statica rende problematiche tutte le operazioni di prelievo di solidi e liquidi all'interno della dry-box e disturba il funzionamento della bilancia. E' dunque consigliabile connettere la spina di terra (filo giallo/verde) ad una presa del laboratorio. Per pesate di grande precisione è opportuno disattivare temporaneamente la circolazione.

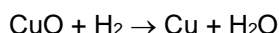
9.7. Spegnimento improvviso pompa da vuoto. La pompa da vuoto Edwards (F) è dotata di un interruttore magnetotermico di sicurezza che interrompe l'alimentazione in caso di sforzo eccessivo. Lo spegnimento della pompa da vuoto avviene regolarmente nelle prime fasi di utilizzo dopo lunghi periodi di inattività, specialmente nella stagione invernale, quando aumenta la densità dell'olio. In caso di spegnimento, attendere qualche decina di secondi e portare in posizione "I" l'interruttore F2 posto all'interno del pannello elettronico (C).

10. Rigenerazione dei filtri.

10.1 Filtro a carboni attivi. La rigenerazione richiede il semplice pompaggio del filtro sotto vuoto e la successiva re-immissione di N₂. A questo scopo,

- (1) Accendere la pompa da vuoto Edwards (F);
- (2) Aprire la valvola V3, in modo da by-passare il filtro
- (3) Chiudere le valvole V1 e V2 per isolare il filtro;
- (4) Ruotare molto lentamente la valvola in posizione EVACUATE seguendo la diminuzione della pressione sull'apposito manometro;
- (5) Proseguire il pompaggio per almeno 24 h;
- (6) Riportare la valvola in posizione CLOSED;
- (7) Assicurarsi che il gas di lavoro sia disponibile e ruotare la valvola in posizione REFILL fino a ripristino della pressione iniziale;
- (8) Aprire le valvole V1 e V2;
- (9) Chiudere la valvola V3.

10.2 Filtro a catalizzatore+setacci molecolari. La rigenerazione avviene con un processo automatico che prevede il riscaldamento del filtro e utilizza una miscela di N₂:H₂ (90:10) o (95:5) detta Hydrostar. L'idrogeno contenuto nella miscela rigenera il filtro attraverso la reazione:



A questo scopo, connettere la linea di Hydrostar (0.3–0.4 bar) all'apposito inlet posto su pannello elettronico (C).

- (1) Assicurarsi che la circolazione sia disattivata e che il gas di lavoro sia disponibile;
- (2) Collegare il tubo di uscita del gas rigenerante ad un secondo tubo che termini sotto cappa all'interno di una grossa beuta per la raccolta dell'H₂O;
- (3) Premere il tasto REGENERATION sulla consolle (D);
- (4) Confermare il corretto allacciamento della linea di gas rigenerante premendo il tasto INS;
- (5) La rigenerazione richiede un tempo totale di circa 16 ore, consuma circa 100 bar di Hydrostar (circa ½ bombola) e produce qualche decina di mL di H₂O liquida; in qualsiasi momento è possibile monitorare lo stato del processo premendo il tasto 3 sulla consolle;
- (6) Al termine della rigenerazione, attivare la circolazione;

Qualora le concentrazioni di H₂O e/o O₂ non scendano a valori accettabili dopo qualche ora di circolazione e si possa escludere un'accidentale contaminazione dell'atmosfera interna con notevoli quantità di H₂O e/o O₂, i filtri devono essere sostituiti. Rivolgersi ad AJ.

11. Attivazione della circolazione minore.

I sensori per la misurazione della concentrazione di O₂ (E1) e di H₂O (E2) restituiscono valori significativi solo quando la dry-box è in condizione di circolazione. Il filtro a catalizzatore+setacci molecolari, tuttavia, può surriscaldarsi e subire danni in presenza di concentrazioni elevate di O₂. E' dunque opportuno attivare la circolazione quando il valore della concentrazione di O₂ scende al di sotto di 150 ppm. Per verificare le concentrazioni di O₂ e di H₂O senza attivare la circolazione, viene attivata la circolazione minore, che esclude il filtro a catalizzatore+setacci molecolari. Per attivare la circolazione minore seguire scrupolosamente le istruzioni seguenti (vedi schema nella pagina successiva):

- (1) Chiudere la valvola V2 ed aprire la valvola V3;
- (2) Aprire la valvola a tre vie (V4), posta sul tubo di collegamento tra il filtro a carboni attivi e la pompa all'interno della dry-box, in modo tale da metterli in comunicazione tra loro;
- (3) Accendere la piccola pompa a membrana posta all'interno della dry-box.

12. Disattivazione della circolazione minore.

Per disattivare la circolazione minore seguire scrupolosamente le istruzioni seguenti (vedi schema nella pagina successiva):

- (1) Spegnerne la pompa posta all'interno della dry-box;
- (2) Chiudere la valvola a tre vie (V4), posta sul tubo di collegamento tra il filtro a carboni attivi e la pompa all'interno della dry-box;
- (3) Chiudere la valvola V3 ed aprire la valvola V2.

