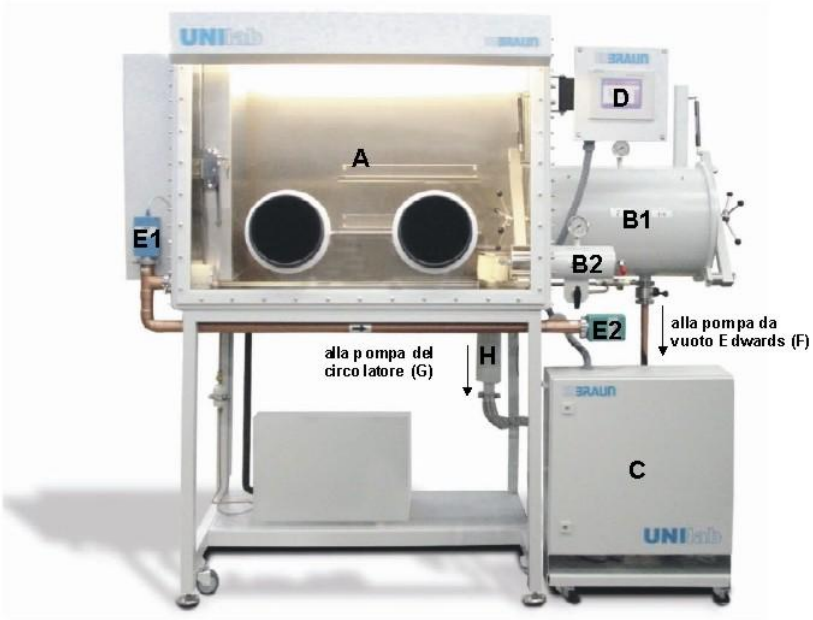
DRY BOX MBraun UniLAB

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. 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..
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 e la linea che fornisce il gas di lavoro (N_2, 99.998%) (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 concetrazione 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 (>>) e 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 N_2 e quindi di compensare eventuali sovrapressioni. E' invece in grado di richiamare N_2, 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 N_2 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 $P_{max} - P_{min} \geq 2$ 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 H_2O e sostanze organiche mentre il filtro a catalizzatore elimina l'O_2 con la reazione

$$Cu_2O + ½\ O_2 \rightarrow 2CuO$$

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).

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) Spegnere 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;
N.B.: nelle pre-camere viene fatto il vuoto! Per liquidi o solidi volatili, utilizzare recipienti preventivamente riempiti di azoto o, nel caso non sia possibile, contenitori con volume il più piccolo possibile (per evitare di introdurre grandi volumi di aria nella dry-box) e sigillati <u>unicamente con tappi a vite</u>. 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. 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 N_2 nella pre-camera. Seguire l'aumento della pressione sull'apposito manometro.
(7) Chiudere il rubinetto;
(8) Regolare il valore di P_{min} a 0 mbar;
(9) Premere il pedale di sinistra della pedaliera per portare la pressione interna a P_{min} = 0 e consentire di infilare i guanti;
(10) Dall'interno della dry-box, aprire il pannello circolare interno, estrarre il vassoio scorrevole e trasferire il materiale;
(11) 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;
N.B.: nelle pre-camere viene fatto il vuoto! Per liquidi o solidi volatili, utilizzare recipienti preventivamente riempiti di azoto o, nel caso non sia possibile, contenitori con volume il più piccolo possibile (per evitare di introdurre grandi volumi di aria nella dry-box) e sigillati unicamente con tappi a vite. 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. 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) Regolare il valore di P_{min} a 0 mbar;
(7) Premere il pedale di sinistra della pedaliera per portare la pressione interna a P_{min} = 0 e consentire di infilare i guanti;
(8) Dall'interno della dry-box, aprire il pannello circolare interno e trasferire il materiale;
(9) 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 N_2 le operazioni (1), (2), (3), (4) e (5) 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 N_2 nella pre-camera. Seguire l'aumento della pressione sull'apposito manometro.
(5) Chiudere il rubinetto;
(6) Regolare il valore di P_{min} a 0 mbar;
(7) Premere il pedale di sinistra della pedaliera per portare la pressione interna a P_{min} = 0 e consentire di infilare i guanti;
(8) Dall'interno della dry-box, aprire il pannello circolare interno, estrarre il vassoio scorrevole e trasferire il materiale sul vassoio;
(9) Richiudere il pannello circolare interno, evitando di stringere eccessivamente il meccanismo a vite.
(10) 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 N_2 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) Regolare il valore di P_{min} a 0 mbar;
(5) Premere il pedale di sinistra della pedaliera per portare la pressione interna a P_{min} = 0 e consentire di infilare i guanti;
(6) Dall'interno della dry-box, aprire il pannello circolare interno e introdurre il materiale nella mini pre-camera;
(7) Richiudere il pannello circolare interno;
(8) 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 H_2O e O_2 raggiunge valori < 1 ppm dopo alcune decine di 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 (N_2) 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.

9.3. Operazioni all'interno della dry-box. Durante le operazioni manuali all'interno della dry-box, si verificano continui 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 N_2. E' quindi indispensabile impostare valori di P_{min} e P_{max} molto diversi, ad esempio:

P_{min} = 0.5 mbar
P_{max} = 10 mbar

E' inoltre consigliabile (i) evitare movimenti bruschi o molto estesi e (ii) compensare – per quanto possibile – l'estensione di un guanto ritraendo l'altro guanto.

9.4. 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.

9.5. 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 N_2. 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. La rigenerazione avviene con un processo automatico che utilizza una miscela di N_2:H_2 (90:10) o (95:5) detta Hydrostar. L'idrogeno contenuto nella miscela rigenera il filtro attraverso la reazione:

$$2CuO + H_2 \rightarrow Cu_2O + H_2O$$

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 dei una grossa beuta per la raccolta dell'H_2O;
(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 e produce qualche decina di mL di H_2O 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 H_2O e/o O_2 non scendano a valori accettabili dopo qualche ora di circolazione e si possa escludere un'accidentale contaminazione dell'atmosfera interna con notevoli quantità di H_2O e/o O_2, i filtri devono essere sostituiti. Rivolgersi ad AJ.