

旋转蒸发仪 (2020.10.29)

目录:

一、 旋转蒸发仪概述

二、 旋转蒸发仪的使用

2.1 仪器准备

2.2 放置样品

2.3 旋转蒸发操作

2.4 样品收集与仪器整理

三、 旋转蒸发仪的维护

3.1 制冷系统

3.2 真空系统

3.3 喷溅处理

3.4 真空泵维护

一、 旋转蒸发器概述

1. 旋转蒸发器可以用来回收、蒸发低沸点有机溶剂。
2. 通过电子控制，使烧瓶在最合适速度下，恒速旋转以增大蒸发面积。
3. 通过真空泵使蒸发烧瓶处于负压状态以加快蒸发速率。
4. 制冷装置可将热蒸气迅速液化。

二、 旋转蒸发仪的使用

2.1 仪器准备

1. 检查真空系统是否有裂纹。
2. 检查冷凝水管是否已连接好，检查冷凝液（乙醇）是否足量。
3. 检查水浴锅水位，水浴锅内使用**三级水**，确保水浴锅**水位超过 2/3**。
4. 开启排空阀，确保真空系统与大气连通；检查转速旋钮是否设置到 0。
5. 将圆底烧瓶安装在冷凝器下方，并用螺丝钳夹好。如有需要，先在接口处均匀涂抹少量真空脂，再进行安装。**确保圆底烧瓶与冷凝器之间已使用螺丝钳固定好，不会脱落。**
6. 接通制冷机、真空泵、旋蒸仪的电源。
7. 打开制冷剂电源，开启制冷和循环。

2.2 放置样品

1. 将需要旋蒸的液体样品装入洁净的茄形瓶中。**液体体积不超过茄形瓶容积的 1/2**。
2. 茄形瓶与**防溅球**连接，并用塑料卡钳夹紧。防溅球内放置一团**棉花**，防止暴沸时液体和固体粉尘进入真空系统造成污染。
3. 按住手柄抬高旋转装置。**逆时针旋转退瓶器**，同时抬起退瓶器上的安全钩，取下装置上的大茄形瓶。将装有样品的茄形瓶连同防溅球一起连接到旋蒸仪上，放下安全钩，**顺时针旋转退瓶器**，使安全钩钩紧防溅球，防止其掉落。

2.3 旋转蒸发操作

1. 确保**排空阀**处于**开启状态**，使真空系统连接大气。
2. 按住手柄降下旋转装置，使茄形瓶一部分浸入水浴锅。
3. 开启水浴锅加热。对于不同溶剂，需要设置不同温度，如溶剂为甲醇、乙醇时可设置到室温~35℃，溶剂为水时可设置到~45℃。**水浴锅水温不得设置超过 70℃**。
4. **开启真空泵**。
5. **缓慢调节转速旋钮，使旋转装置达到适宜的转速，一般到 3 即可**，不宜旋转过快。此时茄形瓶内液体应自由流动，而不是剧烈跳动。
6. **缓慢关闭排空阀，使系统内压力逐渐降低，此时液体会剧烈鼓泡。密切注意液体沸腾情况，如沸腾过快或出现暴沸，应当适当开启排空阀以降低真空度。**
7. 当液体鼓泡减弱至稳定时，表明体系内压力达到平衡。此时蒸发过程趋于平稳。
8. 液体旋干或浓缩到所需程度后，可以停止蒸发。缓慢调节转速旋钮，使转速降至 0。
9. 按住手柄抬高旋转装置，将茄形瓶抬高离开水浴锅。关闭水浴锅加热。
10. 将排空阀开启以连通大气，降低体系内的真空度。随后关闭真空泵，待气流声消失，使真空系统与大气达到平衡。
11. 关闭制冷系统的制冷与循环。

2.4 样品收集与仪器整理

1. 逆时针旋转退瓶器，同时抬起退瓶器上的安全钩，取下防溅球和茄形瓶。
2. 茄形瓶内的样品如需进一步干燥，可置于真空干燥箱内进行干燥。固体样品需要使用刮勺进行收集。
3. 将大茄形瓶装回旋转装置，顺时针旋转退瓶器，使用安全钩固定好大茄形瓶。
4. 打开螺丝钳，取下接收冷凝液的圆底烧瓶，将冷凝液倒入废液缸，装回圆底烧瓶，并用螺丝钳固定好。

三、 旋转蒸发仪的维护

3.1 制冷系统

制冷系统使用的循环液体为无水乙醇，需要定期检查剩余乙醇量是否足够。

制冷机内乙醇液面低于蛇管时，需要补充乙醇至液面高于蛇管；乙醇液面过高时会从溢流口溢出。

3.2 真空系统

冷凝管与旋转装置之间通过弹簧与橡胶圈压紧固定，橡胶圈老化需要定期检查更换。

排空阀与接液的圆底烧瓶需要涂真空脂，以保证体系的真空度。

3.3 喷溅处理

旋蒸操作不当会发生喷溅，即茄形瓶中的样品喷溅到防溅球以上的真空系统中，会导致真空系统污染，进而污染后续样品。

当出现喷溅时，立即打开排空阀连通大气，并关闭真空泵，停止旋转。取下样品后，使用无水乙醇冲洗喷溅物，如有必要可以使用无尘纸进行擦拭。清除所有喷溅物后才可以进行后续的旋蒸操作。如果需要拆卸排空阀进行清洗，在清洗完成后，排空阀需要重新涂真空脂以保证体系的真空度。

3.4 真空泵维护

旋蒸使用的真空泵为隔膜泵，如果旋蒸的溶剂粘度较大，会导致隔膜粘连。

维护方法：使用纯的无水乙醇进行旋蒸操作，以冲洗隔膜泵内部，带走其他溶剂即可。