

# 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。