

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS®	PROCESO DE GESTIÓN DE APOYO A LA ACADEMIA			
	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN ROTAEVAPORADOR BUCHI MODELO R-300 CON BAÑO B-300, F-305, BOMBA V-300			
	Código: IN-GAA-214	Versión: 01	Fecha de aprobación: 03/08/2022	Página: 1 de 9

1. Objeto

Describir el procedimiento de operación del Rotoevaporador Buchi modelos R-300, baño de agua calentamiento B-300 Buchi, Baño de enfriamiento F-305, Bomba de vacío V-300.

2. Alcance

No aplica.

3. Referencias normativas

Manual de operación del Rotaevaporador Buchi modelo R300.

4. Definiciones

- **Condensación:** denomina al proceso en el cual se produce el cambio de estado de la materia que se encuentra en estado gaseoso y pasa a estado líquido. El de condensación es el proceso opuesto al de vaporización.
- **Destilación:** proceso que consiste en calentar un líquido hasta que sus componentes más volátiles pasan a la fase de vapor y, a continuación, enfriar el vapor para recuperar dichos componentes en forma líquida por medio de la condensación. El objetivo principal de la destilación es separar una mezcla de varios componentes aprovechando sus distintas volatilidades, o bien separar los materiales volátiles de los no volátiles. En la evaporación y en el secado, normalmente el objetivo es obtener el componente menos volátil; el componente más volátil, casi siempre agua, se desecha. Sin embargo, la finalidad principal de la destilación es obtener el componente más volátil en forma pura. Por ejemplo, la eliminación del agua de la glicerina evaporando el agua, se llama evaporación, pero la eliminación del agua del alcohol evaporando el alcohol se llama destilación, aunque se usan mecanismos similares en ambos casos.
- **Rotovapor:** Rotavapor o evaporador rotatorio es un aparato de destilación rotatorio asociado a un Baño María que es usado principalmente para separar por medio de evaporación a presión reducida y suave, el solvente que acompaña al soluto de interés; o bien, para realizar destilaciones fraccionadas.

5. Condiciones generales Rotaevaporador Buchi R-300

5.1 Utilización prevista

El Rotaevaporador R-300 se ha concebido para evaporar y condensar disolventes. Puede utilizarse en laboratorios y en la producción para las siguientes tareas:

- Evaporación de disolventes
- Síntesis y purificación de sustancias químicas
- Reciclaje y concentración de disolventes
- Recristalización
- Secado de polvos y granulados

Equipos de protección personal

En función de la aplicación, pueden producirse riesgos debidos al calor y al uso de productos químicos agresivos.

- Lleve siempre los equipos de protección adecuados, como gafas protectoras, ropa y

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS®	PROCESO DE GESTIÓN DE APOYO A LA ACADEMIA			
	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN ROTA-EVAPORADOR BUCHI MODELO R-300 CON BAÑO B-300, F-305, BOMBA V-300			
	Código: IN-GAA-214	Versión: 01	Fecha de aprobación: 03/08/2022	Página: 2 de 9

guantes de protección.

- Asegúrese de que los equipos de protección cumplen los requisitos especificados en las hojas de datos de seguridad de todos los productos químicos utilizados.

5.2 Descripción del Funcionamiento

El Rotavapor R-300 es un evaporador rotatorio que permite conseguir destilaciones en una etapa de forma rápida y sin dañar el producto. La base de este procedimiento es la evaporación y condensación de disolventes en un matraz evaporador rotatorio al vacío. La destilación al vacío es más eficiente y no daña el producto.

Para conseguirlo, el producto se calienta en el matraz evaporador con el baño calefactor. El accionamiento de rotación gira el matraz evaporador de forma continua. De este modo, el producto se mezcla ininterrumpidamente, con lo que se consigue una velocidad de evaporación superior. Asimismo, la rotación impide un sobrecalentamiento local y un retardo de ebullición.

A través del conducto de vapor, el vapor va desde el matraz evaporador a la sección de refrigeración (condensador de refrigeración). Aquí se transfiere la energía térmica del vapor al líquido refrigerante para que el vapor se condense de nuevo. El disolvente que se obtiene se acumula en el matraz receptor y puede reutilizarse o desecharse adecuadamente.

Destilación al vacío

La capacidad de destilación depende de los siguientes factores:

- Temperatura del baño calefactor
- Presión en el matraz evaporador
- Velocidad de rotación del matraz evaporador
- Tamaño del matraz evaporador

Presión en el matraz evaporador: una presión baja (depresión) reduce el punto de ebullición del disolvente. Con un punto de ebullición más bajo, el disolvente no tiene que calentarse tanto. Una destilación al vacío es más eficiente y no daña el producto.

Control de vacío: un vacío estable y adaptado a la aplicación evita emisiones de disolventes y retrasos de la ebullición indeseados. El control del vacío se realiza en dos pasos: Mediante la VacuBox BUCHI, se mide el vacío actual en el sistema de destilación. La VacuBox de BUCHI está conectada a la Interface I-300 o I-300 Pro de BUCHI. Mediante la interfaz de BUCHI, se muestran los valores de medición y se controlan los componentes del sistema de destilación.

Temperatura del baño calefactor, temperatura de refrigeración y temperatura del vapor: para conseguir una destilación óptima, debe observarse que la diferencia de temperatura entre el líquido refrigerante y el baño calefactor sea de al menos 40 °C. La temperatura del vapor ascendente debe estar entre la temperatura del baño calefactor y la temperatura de refrigeración.

6. Estructura

Figura 1. Parte Frontal del Rotaevaporador R-300

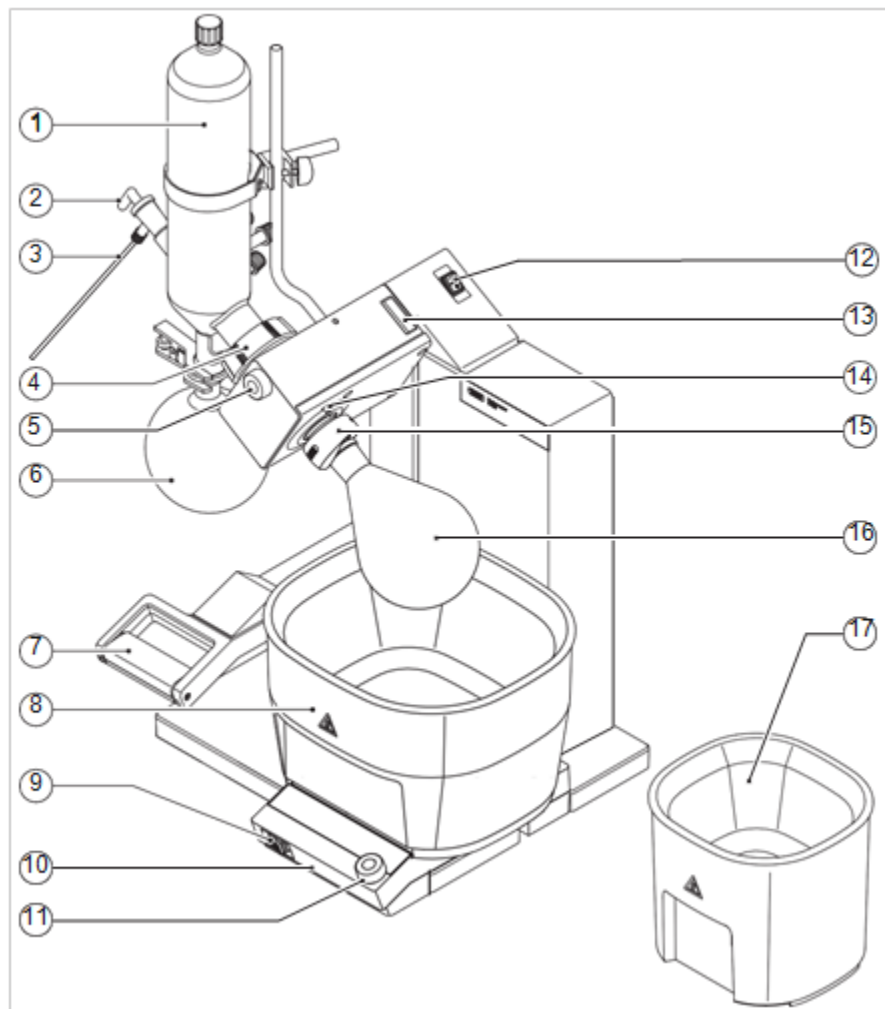


Tabla 1. Parte Frontal

1. Condensador	2. Llave de paso de vidrio.
3. Realimentación de disolvente	4. Tuerca de Brida
5. Mango giratorio para rotación	6. Matraz Receptorio
7. Asa para el ajuste de altura	8. Heating Bath B-305
9. Interruptor principal de encendido/apagado del baño calefactor	10. Zocalo de base Heating Bath B-300.
11. Mango giratorio para el valor nominal de la temperatura del baño calefactor	12. Interruptor principal de encendido/ apagado Rotavapor.
13. Botón para regular el ángulo.	14. Botón de parada para accionamiento de rotación.
15. Combi-clip.	16. Matraz de evaporación.
17. Heating Bath B-301	

Figura 2. Vista Posterior del Rotaevaporador R-300

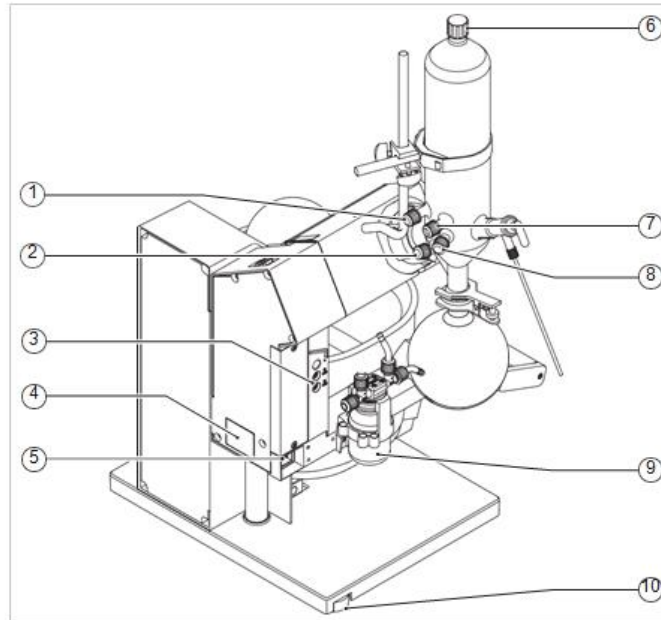


Tabla 2. Parte Posterior

1. Conexión entrada del agua de refrigeración.	2. Conexión sensor de temperatura del vapor.
3. Conexión cable de comunicación.	4. Placa del aparato.
5. Toma de corriente.	6. Abertura de limpieza.
7. Conexión de salida agua de refrigeración.	8. Conexión de vacío.
9. Botella de woulff	10. Pie con altura regulable para nivelación

Figura 3. Interfaz de Usuario del baño calefactor

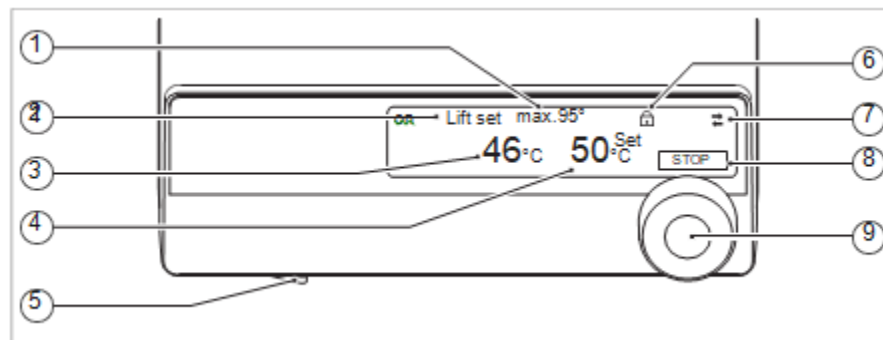


Tabla 3. Interfaz Baño calefacción.

1. Indicación de la temperatura máxima	6. Indicación de la función de bloqueo de la temperatura nominal.
2. Indicación del tope de profundidad del dispositivo elevador.	7. Símbolo de conexión: el dispositivo se controla a través de la interfaz de BUCHI.
3. Indicación temperatura real.	8. Función STAR/STOP al pulsar el mando giratorio.
4. Indicación temperatura nominal.	
5. Interruptor principal de encendido/apago del baño calefactor	
9. Mando giratorio para el ajuste de la temperatura nominal	

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS®	PROCESO DE GESTIÓN DE APOYO A LA ACADEMIA			
	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN ROTAEVAPORADOR BUCHI MODELO R-300 CON BAÑO B-300, F-305, BOMBA V-300			
	Código: IN-GAA-214	Versión: 01	Fecha de aprobación: 03/08/2022	Página: 5 de 9

6.1. Especificaciones Técnicas de Rotavapor R-300

Especificación	Valor
Dimensiones (An x P x Al) con módulo de vidrio V	607 x 429 x 947 mm
Dimensiones (An x P x Al) Paquete de envío	700 x 590 x 605 mm
Peso	13,5 kg (elevador eléctrico) 13,0 kg (elevador manual)
Tensión de conexión	100 – 240 V CA $\pm$ 10 %
Consumo eléctrico	100 W
Frecuencia	50/60 Hz
Tipo de protección	IP21
Categoría de sobretensión	II
Grado de polución	2
Ángulo de inmersión	10 – 50°
Alcance de regulación de elevación	220 mm
Alcance de ajuste del reconocimiento de posición final	170 mm (elevador eléctrico) 100 mm (elevador manual)
Alcance de velocidad	10 – 280 rpm
Contenido máximo del matraz	3 kg
Aprobación	CE / CSA

6.2. Especificación técnica del Baño Calefactor

Especificación	Heating Bath B-301	Heating Bath B-305
Dimensiones (An x P x Al)	225 x 212 x 192 mm	307 x 275 x 202 mm
Peso	2,0 kg	4,2 kg
Tensión de conexión	100 - 120 VCA $\pm$ 10 % 220 - 240 VCA $\pm$ 10 %	100 - 120 VCA $\pm$ 10 % 220 - 240 VCA $\pm$ 10 %
Frecuencia	50/60 Hz	50/60 Hz
Consumo eléctrico	1250 W	1500 W
Tipo de protección	IP21	IP21
Capacidad máxima del baño	2,3 l	5,5 l
Precisión de regulación	a 60 °C: $\pm$ 1 °C a 95 °C: $\pm$ 1 °C	a 60 °C: $\pm$ 1 °C a 95 °C: $\pm$ 1 °C a 180 °C: $\pm$ 3 °C a 220 °C: $\pm$ 4 °C
Medio calefactor	Agua	Agua/aceite
Aprobación	CE / CSA	CE / CSA

6.3. Operación de Rotaevaporador Buchi R-300.

Para comenzar a operar el instrumento, deben cumplirse las siguientes condiciones:

- Todas las conexiones eléctricas deben estar establecidas correctamente.
- Todos los sellos están insertados correctamente.
- Todas las juntas están engrasadas.

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS®	PROCESO DE GESTIÓN DE APOYO A LA ACADEMIA			
	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN ROTA-EVAPORADOR BUCHI MODELO R-300 CON BAÑO B-300, F-305, BOMBA V-300			
	Código: IN-GAA-214	Versión: 01	Fecha de aprobación: 03/08/2022	Página: 6 de 9

Para usar el equipo, proceder de la siguiente manera:

- Conecte el rotavapor R-300, el chiller Buchi F-305, el baño B-300, bomba de vacío V-300 y oprima los interruptores de encendido de los equipos.
- Con la perilla del equipo seleccione en la biblioteca de solventes la presión a utilizar, para el Hexano 360mbar.
- Seleccione la temperatura de 20°C para el chiller F-305, deje que el agua de refrigeración fluya a través del condensador.
- Seleccione la temperatura de 60°C para el baño B-300, espere que el baño alcance la temperatura programada.
- Coloque la solución que desee destilar en el matraz de evaporación e insértelo en el equipo.
- Aplique vacío e inicie la destilación.
- Baje manualmente el soporte del equipo hasta la posición adecuada para la evaporación del solvente.
- Gradúe lentamente la velocidad de rotación del matraz de evaporación.
- La temperatura de vapor ira aumentando para realizar la destilación y luego disminuyendo a medida que se evacua el solvente con el giro, dejando el Analito en el balón fondo plano del análisis.
- El controlador de vacío debe permanecer constante, el aumento o disminución de presión por minuto no deberá ser mayor de 5 mbar.
- Una vez destilada la muestra oprima stop para detener la rotación y esperar hasta que la presión de vapor sea mayor a 960 mbar para bajar el balón del análisis.
- Si el vacío no permanece constante, compruebe todos los clips de tubo, vuelva a apretarlos y engrase todas las juntas de rótula en el lado del condensador.
- Para lograr unas condiciones óptimas de destilación en el evaporador rotativo, la energía que aporta el baño calefactor a la destilación, debe ser eliminada mediante el refrigerador. Se recomienda:
 - Agua de refrigeración máx. 20°C
 - Agua de vapor máx.: 40°C
 - Agua de baño máx.: 60°C

Las ventajas del control de temperatura del baño a 60°C son:

- El matraz de evaporación puede cambiarse sin riesgos de sufrir quemaduras.
- El rango de evaporación del agua de baño calefactor todavía no es muy alto (Pérdida de energía)
- La energía del baño calefactor se aprovecha con un alto grado de eficiencia.
- **Área de enfriamiento.** El vapor de disolvente fluye muy rápidamente en el condensador. En este caso, la energía en el vapor de disolvente se transfiere al medio refrigerante (principalmente agua), de modo que el disolvente se condensa.
- **Matraz receptor:** El frasco receptor recoge el disolvente condensado.
- Vacío: El vacío reduce la temperatura de ebullición y, por tanto, aumenta el rendimiento de la destilación. El rendimiento de evaporación está influenciado por la presión de destilación (vacío), la temperatura del baño de calentamiento y la velocidad y tamaño de rotación del matraz de evaporación.

7. Mantenimiento y Limpieza

Figura 4. Limpieza Rotaevaporador R-300

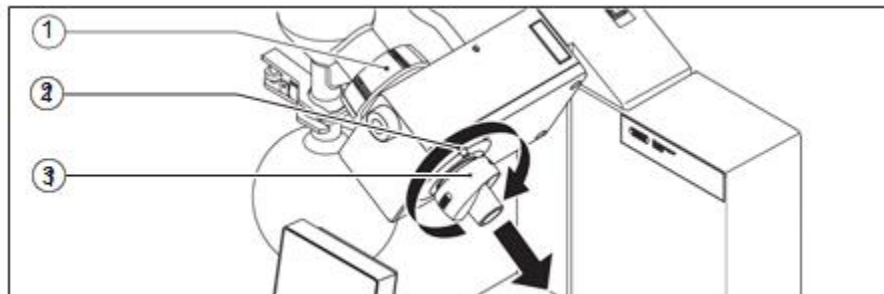


Tabla 4. Limpieza Boquilla

1. Tuerca de Retención.	2. Botón de parada.
3. Combi-clip.	

- Desconecte el dispositivo.
- Desmonte el matraz evaporador
- Retire el matraz receptor
- Retire el condensador de refrigeración del accionamiento de rotación. Para ello, sujete con una mano el condensador de refrigeración y, con la otra, suelte la tuerca de retención (1).
- Pulse y mantenga pulsado el botón de parada (2) de la parte anterior del accionamiento de rotación.
- Gire el combi-clip (3) en el sentido de las agujas del reloj hasta que se suelte el conducto de vapor.
- Retire el conducto de vapor y revíselo para comprobar si presenta daños, estrías o residuos.
- Limpie el conducto de vapor con papel de limpieza y agua o etanol.
- Monte el conducto de vapor y el condensador de refrigeración, consulte Montaje del conducto de vapor, la junta y el condensador de refrigeración.

Revisión de Sellos.

La vida útil de una junta depende del uso y el cuidado que se le dé.

Limpie las juntas

- si durante la destilación se produce un retraso de la ebullición;
- si se destilan productos cristalinos;
- si se va a dejar el disolvente en el refrigerador;
- después de utilizar disolventes agresivos
- si las juntas están hinchadas;
- si no se alcanza el vacío;
- si el labio de estanqueidad está dañado;
- si hay riesgo de contaminación de la muestra.

Figura 5. Control sellos del Rotaevaporador R-300

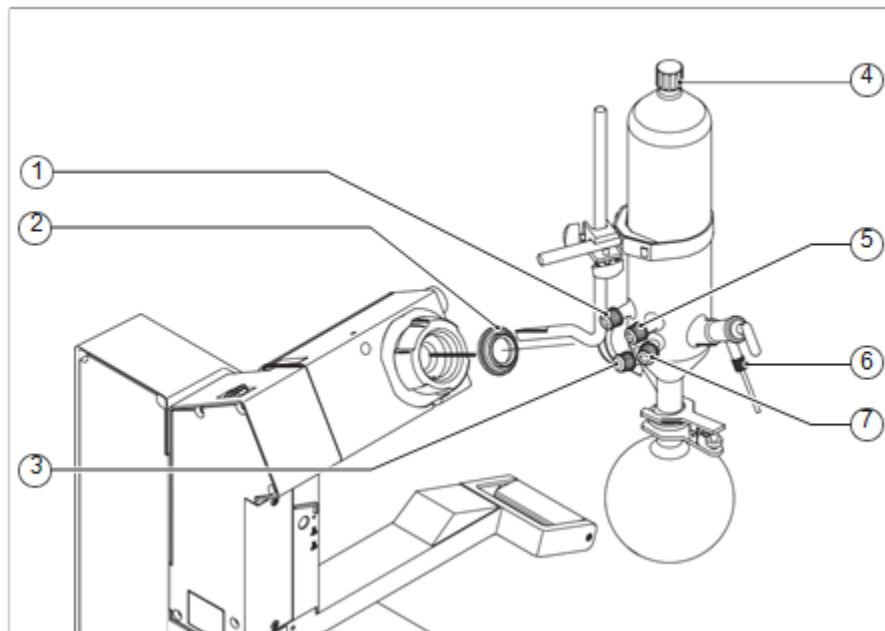


Tabla 5. Sellos Rotaevaporador R-300.

1. Sello líquido de Refrigerante	2. Sello de vacío.
3. Sello Sensor	4. Sello abertura de limpieza
5. Sello líquido Refrigerante	6. Sello tubo de realimentación
7. Sello alimentación de vacío	

- Desmonte los sellos y compruebe si presentan daños o grietas.
- Si está en perfecto estado, lávela con agua o etanol y séquela con un paño suave.

Limpieza de las partes de vidrio

- Con una jeringa, inyectar etanol en la abertura de limpieza del condensador de refrigeración y aclararlo.
- Tras el enjuague, dejar que el etanol se escurra.
- Retire el etanol del matraz de receptor.
- Eliminar la suciedad persistente (p. ej., algas en la espiral de refrigeración) con un producto de limpieza alcalino.
- Retire el lubricante de las uniones.
- Realice una destilación para secar las piezas de vidrio.
- Verifique que no haya líquidos en el sistema.

Las piezas de vidrio están secas.

- Compruebe que las piezas de vidrio no presenten grietas.
- Deseche las piezas de vidrio dañadas.

 UNIVERSIDAD DE LOS LLANOS®	PROCESO DE GESTIÓN DE APOYO A LA ACADEMIA			
	INSTRUCTIVO DE OPERACIÓN ROTAIEVAPORADOR BUCHI MODELO R-300 CON BAÑO B-300, F-305, BOMBA V-300			
	Código: IN-GAA-214	Versión: 01	Fecha de aprobación: 03/08/2022	Página: 9 de 9

Limpieza del Baño Calefactor

- No sumerja el baño calefactor ni el accionamiento de rotación en agua ni la vierta sobre ellos.
- Limpie la carcasa con un paño húmedo.

Limpie el recipiente del baño calefactor en los siguientes casos:

- si el agua del baño calefactor presenta impurezas;
- si comienzan a formarse depósitos de cal;
- si la superficie de acero del baño calefactor comienza a oxidarse;
- si aceite del baño de aceite ha cambiado (color, viscosidad, etc.).
- Desconecte el suministro de corriente del baño calefactor.
- Desconecte el suministro de corriente del accionamiento de rotación.
- Deje que el baño calefactor se enfríe.
- Vacíe el baño calefactor.
- Extraiga los sedimentos de cal del recipiente del baño calefactor con un producto limpiador y sin raspar (p. ej. limpiador doméstico y estropajo no abrasivo).
- Ablande los depósitos de cal más resistentes con ácido acético diluido.
- Elimine el óxido con paño abrasivo.
- Enjuague el baño calefactor.

Limpieza del Matraz Recolector.

- Desenroscar la parte de vidrio de la botella de recolectora del soporte.
- Enjuagar la parte de vidrio con etanol para eliminar los restos.
- Volver a enroscar la parte de vidrio en el brazo.

8. Documentos de referencia

- Bitácora de los equipos

9. Historial de cambios

Versión	Fecha	Cambios	Elaboró / Modificó	Revisó	Aprobó
01	03/08/2022	Documento Nuevo	Jairo Novoa <i>Analista de Laboratorio</i>	Karen Mendoza <i>Profesional de Calidad</i>	Juan Manuel Trujillo <i>Director CCA</i>