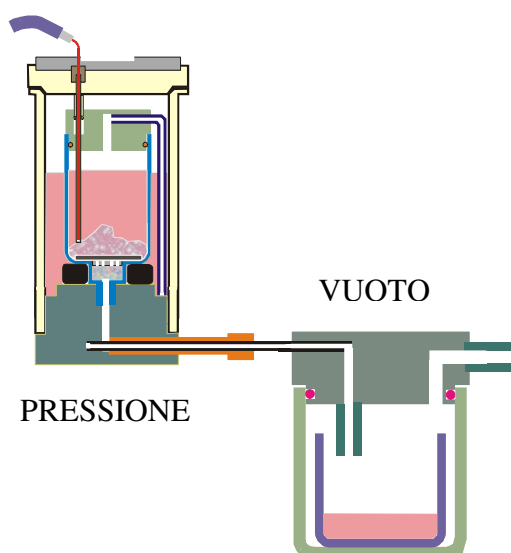


Istruzioni tecniche

Estrazione-filtrazione a caldo nei forni a micro-onde

Le condizioni sperimentali di un processo condotto con l'uso delle micro-onde dipendono dalle caratteristiche tecniche del dispositivo impiegato. La stesura di istruzioni dettagliate (da usare nei laboratori didattici) degli esperimenti NOP condotti con l'uso delle micro-onde ha richiesto la scelta di un apparecchio ben preciso; tutte le esperienze sono quindi state realizzate con un forno ETHOS 1600 o ETHOS MR di MLS GmbH, Leutkirch, Germany. Questo dispositivo rispetta tutti gli standard tecnici e di sicurezza necessari per condurre le esperienze di laboratorio. Le indicazioni riportate di seguito circa l'utilizzo di un sistema speciale di estrazione-filtrazione a caldo per forni a micro-onde si avvalgono dell'attrezzatura HEF 270. In linea di principio, tutti gli esperimenti NOP possono essere realizzati anche con strumenti micro-onde diversi da quello descritto in queste pagine: tutti i dati forniti (potenza, parametri sperimentali, istruzioni tecniche e di sicurezza), tuttavia, andrebbero rivisti e adattati conseguentemente.

Fig. 1: Principio di lavoro del sistema HEF 270 per estrazione-filtrazione a caldo

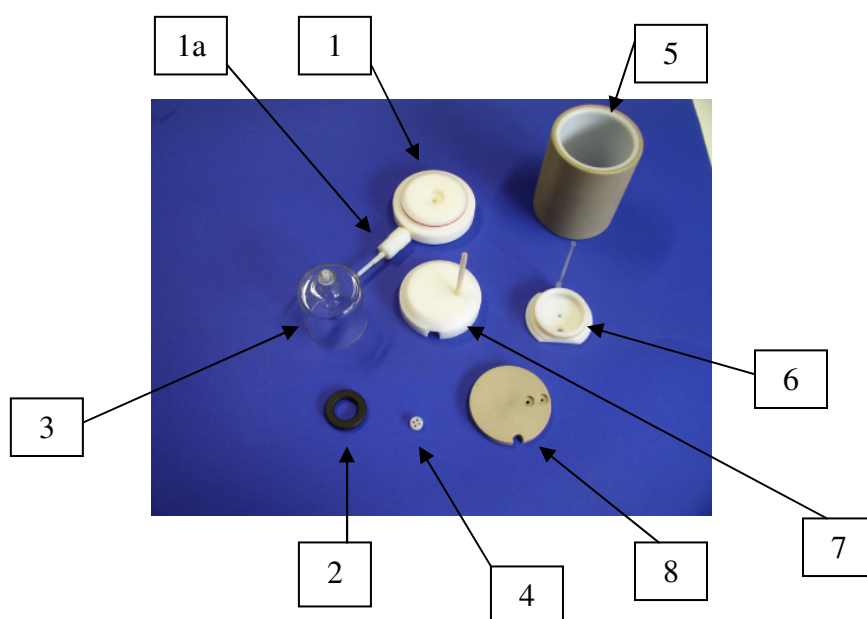


Il sistema HEF 270 è composto da un rotore che può accogliere fino a 6 reattori singoli, ciascuno dei quali può essere riempito con 15 g di materiale da estrarre e di 150 mL di solvente. Il recipiente interno viene installato su un apposito piatto di base e connesso a quello esterno tramite un sifone. L'estratto caldo può essere quindi spinto nel recipiente di raccolta attraverso un'apposita valvola a vite grazie alla pressione intrinseca (temperatura di estrazione maggiore del punto di ebollizione del solvente a pressione atmosferica), oppure applicando un leggero vuoto.

Dopo aver montato il filtro, il materiale da estrarre deve essere posizionato nel recipiente interno; una volta connessi i contenitori (quello interno con quello esterno) tramite il piatto che funge da base, è necessario versare il solvente dell'estrazione in entrambi: il liquido nel comparto esterno serve per assicurare il flusso e per sciacquare la sostanza alla fine del processo, durante il prelievo. Il reattore viene tappato per mezzo di un piatto dotato di molla, montato a pressione sul rotore e irraggiato all'interno del forno a micro-onde; se necessario, è possibile predisporre un agitatore magnetico in ognuno dei singoli reattori. La distribuzione dell'energia e il trasferimento di calore possono essere migliorati introducendo uno o più anelli in Weflon® (Teflon contenente della grafite) in ogni recipiente.

La preparazione dell'apparecchiatura e il suo montaggio nel dispositivo a micro-onde sono descritti dettagliatamente nella seguente sequenza (12 passaggi).

Fig. 2: Parti del reattore di estrazione



- Legenda:
- 1 Piatto di base con valvola a vite **1a**
 - 2 Anello in Weflon®
 - 3 Recipiente interno in vetro
 - 4 Supporto del filtro
 - 5 Recipiente esterno – rivestimento resistente alla pressione
 - 6 Coperchio del recipiente interno con sifone e foro per il sensore in fibra ottica
 - 7 Coperchio del recipiente esterno con alloggiamento per il sensore in fibra ottica
 - 8 Coperchio sotto pressione

Fig. 3: Recipiente interno dotato di anello in Weflon® montato sul piatto base



PASSAGGIO 1:

Centrare l'anello in Weflon® **2** sul piatto di base **1** e spingere il recipiente interno **3** attraverso il buco dell'anello fino a collocarlo nella cavità presente sul piatto di base. La valvola a vite **1a** connessa con il supporto deve essere chiusa.

Fig. 4: Montaggio del filtro (vista dall'alto)

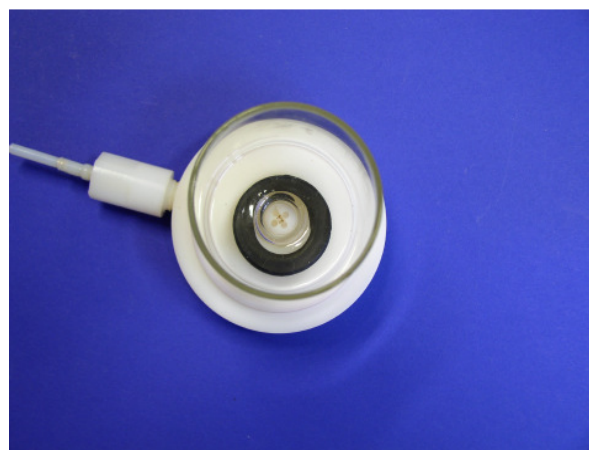


Fig. 4a: Tappo in lana di vetro



PASSAGGIO 2:

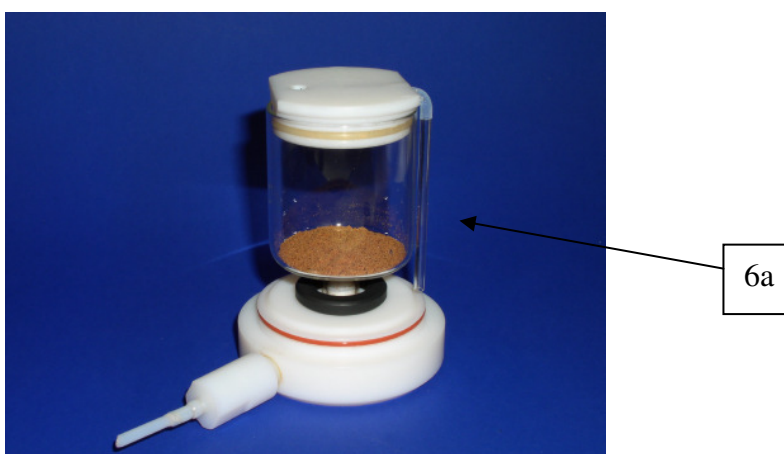
Pressare (prestando la dovuta attenzione) una quantità adatta di lana di vetro nella cavità sul fondo del recipiente interno tramite una bacchetta di vetro, in maniera tale da formare una specie di tappo; fissare il tutto con il supporto del filtro **4**, che deve essere posizionato sopra la lana di vetro e spinto finché non assume la corretta posizione all'interno della cavità.

Fig. 5: Il materiale da estrarre posizionato nel recipiente interno



Posizionare il materiale da estrarre nel recipiente interno (la Fig. 5 mostra noce moscata in polvere), quindi aggiungere 40 mL del solvente impiegato per l'estrazione (etanolo). Se necessario, posizionare un'ancoretta magnetica direttamente nel contenitore interno per migliorare il mescolamento della miscela.

Fig. 6: Montaggio del sifone



PASSAGGIO 3:

Tappare il recipiente interno con il coperchio **6**, prestando attenzione a non danneggiare il sifone **6a** (che dovrebbe posizionarsi appena sopra il piatto di base).

Fig. 7: Montaggio della parete esterna del reattore

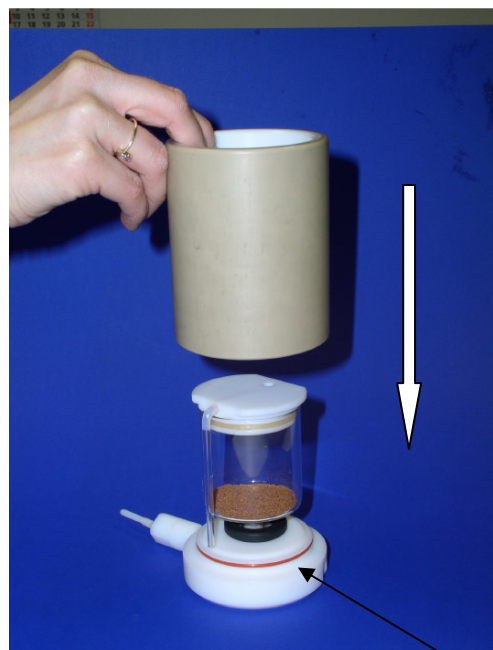


Fig. 7a: Visione dall'alto, dopo il montaggio della parete esterna del reattore



1b

PASSO 4:

Montare la parete esterna del reattore, prestando particolare attenzione a non danneggiare la guarnizione **1b** presente sulla base. Aggiungere 40–60 mL del solvente impiegato per l'estrazione tra la parete esterna e quella interna (etanolo nel caso dell'estrazione della noce moscata): questo volume serve per lavare il materiale durante lo svuotamento del reattore.

Fig. 8: Reattore HEF completamente assemblato



PASSAGGIO 5:

Completare il reattore montando il coperchio del recipiente esterno **7** e il coperchio sotto pressione **8**. Installare un sensore per la temperatura in fibra ottica in uno dei reattori; quest'ultimo deve essere dotato di un manicotto ceramico (a tenuta) da fissare al coperchio del contenitore esterno.

Fig. 9: Reattore inserito in una delle postazioni del rotore

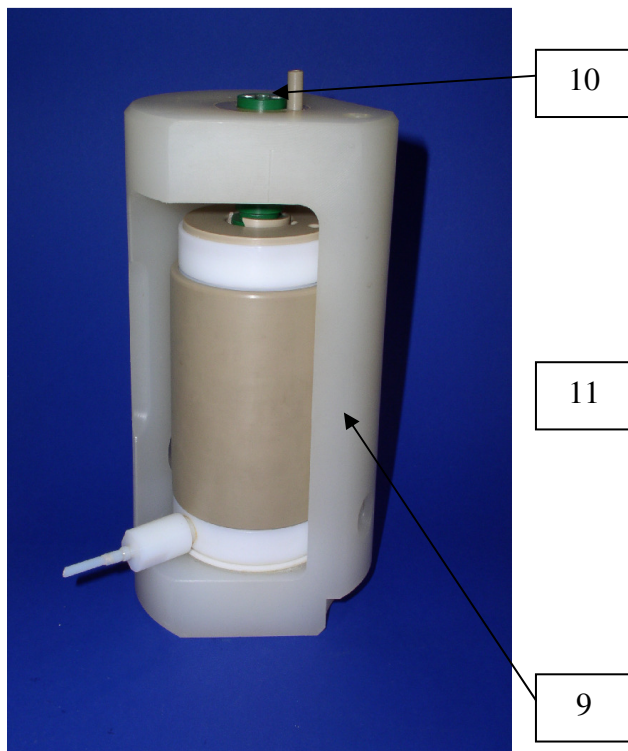
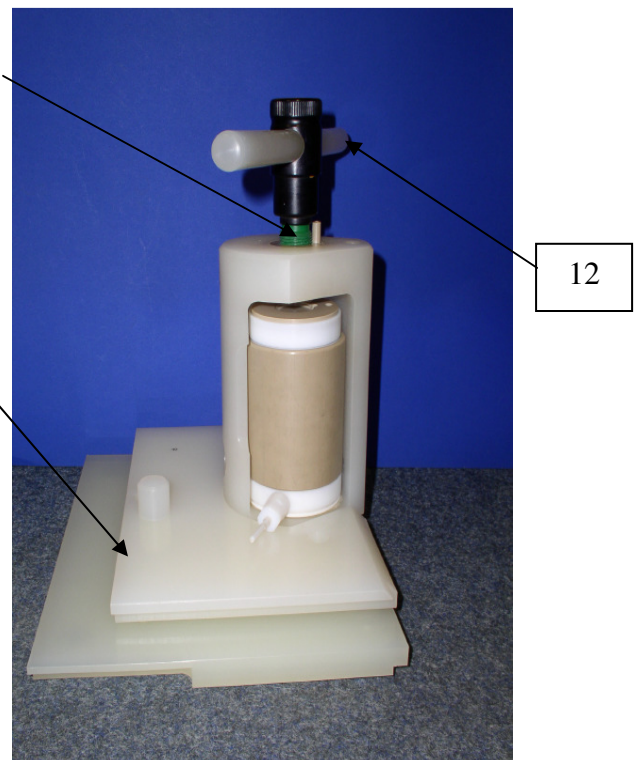


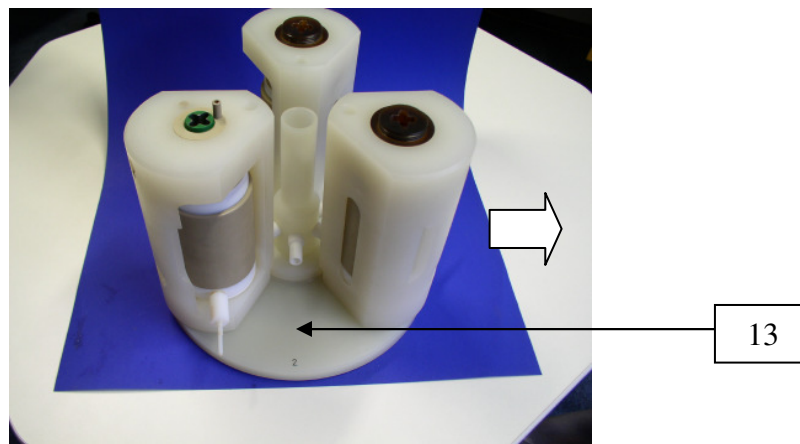
Fig. 9a: Reattore avvitato nella postazione del rotore



PASSAGGIO 6:

Inserire il reattore in una delle postazioni (**9**) del rotore (si deve udire il “click” caratteristico, che indica il corretto montaggio): esse sono in grado di sopportare la pressione che si sviluppa durante il processo. Fissare quindi il reattore tramite la vite **10** presente sulla sua sommità: avvitare inizialmente servendosi delle mani, quindi posizionare il tutto sopra il supporto **11** e completare il procedimento tramite l'apposito attrezzo **12** (una volta che il supporto inizia a scivolare sopra il piano di lavoro, è stata raggiunta la corretta coppia di fissaggio).

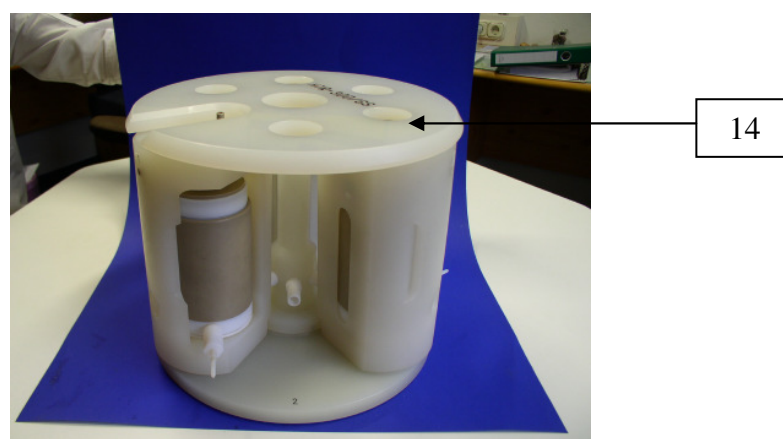
Fig. 10: Montaggio delle tre postazioni del rotore sul piatto di base



PASSAGGIO 7:

Posizionare i reattori (preparati secondo le indicazioni fornite nei passaggi 1-6) sul piatto di base **13**, in maniera tale da collegare i tubi in Teflon della colonna centrale con i buchi corrispondenti presenti sulle varie postazioni. Collocare il recipiente dotato del manicotto per alloggiare il sensore in fibra ottica (vite con la testa verde, sulla sinistra in Fig. 10) sempre nella posizione 1. Riempire il rotore nella maniera più simmetrica possibile a seconda del numero di postazioni occupate (al massimo 6).

Fig. 11: Montaggio del piatto superiore



Completare il rotore con il piatto superiore **14**; posizionare i tappi dei singoli reattori negli appositi buchi presenti sul piatto superiore del rotore.

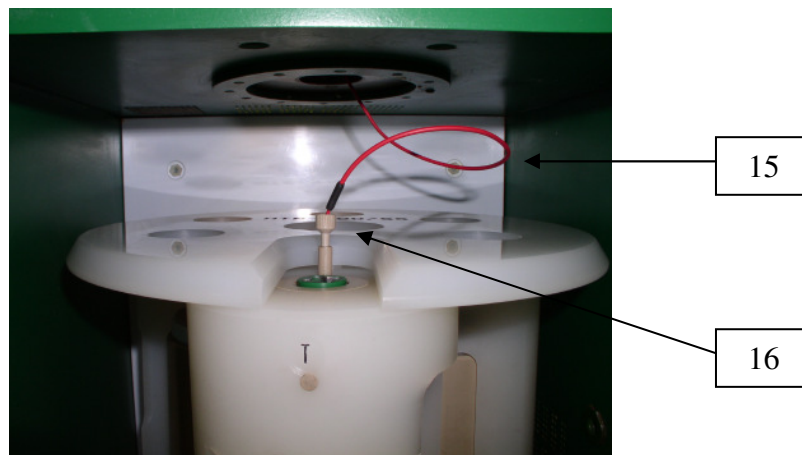
Fig. 12: Montaggio del rotore nel forno a micro-onde ETHOS 1600



PASSO 8:

Una volta completato, montare il rotore nel forno a micro-onde ETHOS 1600. Posizionare i buchi presenti sul fondo del rotore nella giusta posizione rispetto all'ingranaggio del forno.

Fig. 13: Posizionamento del sensore in fibra ottica



PASSAGGIO 9:

ATTENZIONE! Maneggiare con estrema cura il sensore in fibra ottica: è assolutamente necessario evitare di piegare o stratonare il dispositivo!

Connettere il sensore **15** con l'apparato di misura e introdurlo nella cavità del forno attraverso l'apposita fessura. Far quindi scorrere lo strumento all'interno del manicotto ceramico di protezione (cfr. Fig. 2) e fissarlo con il morsetto **16**.

Fig. 14: Sistema di estrazione-filtrazione a caldo HEF 270 nel forno a micro-onde ETHOS 1600; tutto è pronto per iniziare l'estrazione



PASSAGGIO 10:

Chiudere la porta del forno, accendere lo strumento e lanciare il programma di gestione “Easywave” sul computer. Definire la sequenza di irraggiamento dell'estrazione all'interno della finestra “MW-program”.

Dati tipici per l'estrazione della noce moscata sono riportati in tabella 1:

Tab. 1:

Ciclo del programma	Tempo	Potenza	Temperatura 1	Temperatura 2	Pressione
1	5 min	500 W	120 °C	0 °C	0 bar
2	16 min	500 W	120 °C	0 °C	0 bar

Settare a zero i valori relativi a sensori non presenti (pressione) oppure che non vengono usati (temperatura 2). Con le istruzioni fornite, il programma fa salire la temperatura fino a 120 °C in 5 minuti durante il primo ciclo; nel secondo, invece, il valore fissato viene mantenuto per 16 minuti.

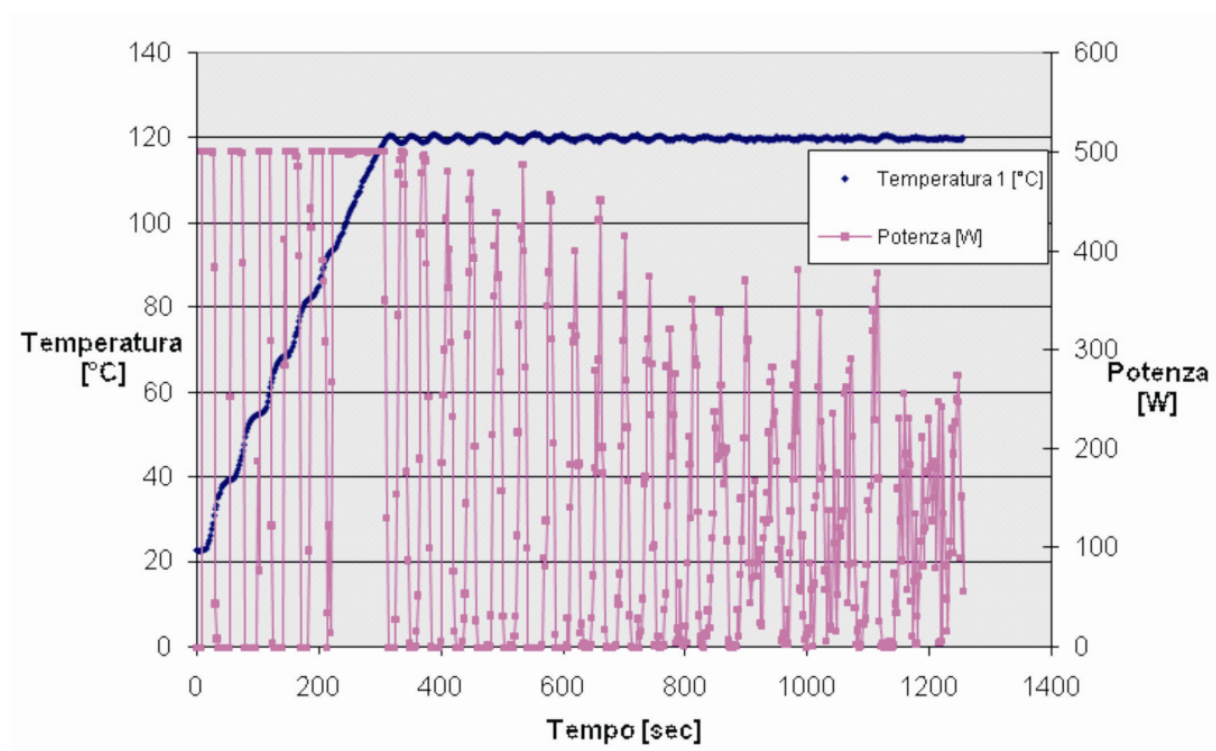
Per fare in modo che la temperatura iniziale corrisponda a quella misurata in quel momento dal sensore, è sufficiente cliccare 2 volte (tasto sinistro del mouse) sul tasto “start

temperature”. Lanciare il programma aprendo la finestra “system”, attivando i campi “Twist CTRL” e “T1 CTRL” e schiacciando sull’icona “start”. Regolare l’agitatore magnetico all’ 80% della sua potenza massima (quando l’ancoretta è presente e viene utilizzata). Il programma svolge automaticamente tutti i cicli impostati.

Durante l’esecuzione del programma, si sviluppa una leggera pressione all’interno dei reattori, tuttavia il suo valore è ben al di sotto del limite massimo tollerato dal sistema.

La Fig. 15 riporta i dati relativi ad un processo di estrazione di noce moscata in polvere. L’andamento della temperatura e la potenza somministrata possono essere monitorati nella finestra “graphic”. Al termine della procedura (in questo caso dopo 21 minuti), l’intero sistema viene spento: i dati e i grafici relativi al programma possono essere salvati (cliccando sulla finestra “file”), oppure stampati.

Fig. 15: Avanzamento del programma relativo all’ estrazione assistita da micro-onde della noce moscata con etanolo (3 reattori impiegati, 3,3 g di noce moscata e 80 mL di etanolo in ogni recipiente)



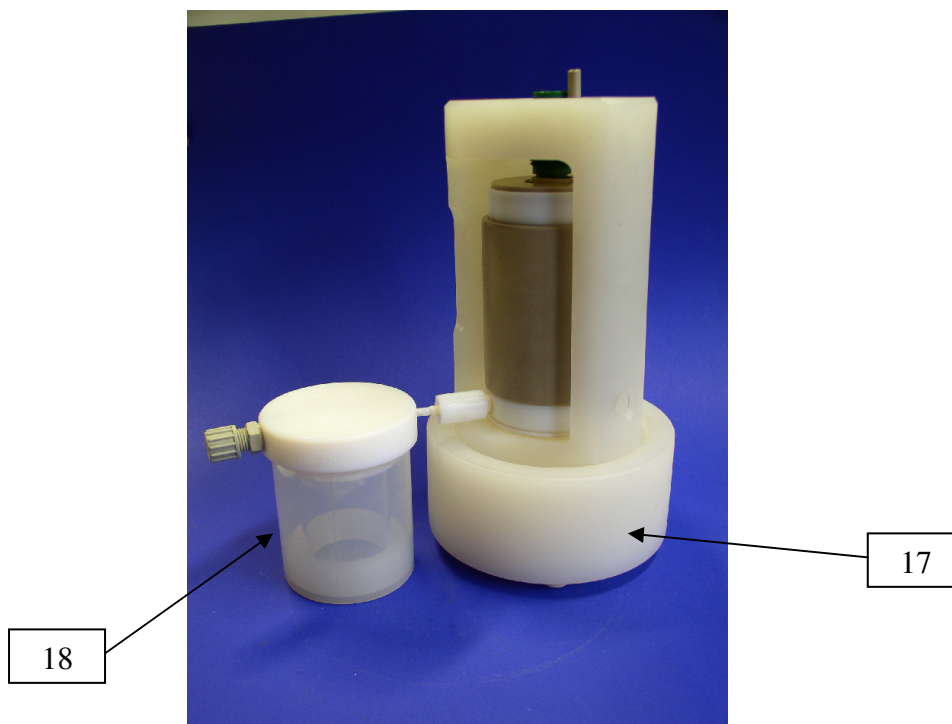
PASSAGGIO 11:

Aprire la porta del forno a micro-onde e ripetere i passaggi dal 9 al 7 in senso inverso.

PASSAGGIO 12:

Rimuovere i reattori dalle loro postazioni nel piatto di base e collocarli sulle apposite piattaforme di prelievo **17** (Fig. 16). Inserire il tubicino della valvola a vite **1a** nel piccolo buco presente sul recipiente di raccolta **18** (che è dotato di contenitore interno di vetro), quindi aprire con estrema cautela la valvola, servendosi dell'attrezzo dedicato. Raccogliere l'estratto filtrato nel recipiente di vetro: nel caso la pressione all'interno del reattore non fosse sufficiente per svuotarlo completamente, applicare un leggero vuoto all'apparecchiatura.

Fig. 16: Reattore sulla piattaforma di prelievo, dotato di recipiente di raccolta



Ripetere le operazioni indicate con tutti gli altri reattori; una volta terminato, smontare i dispositivi e svuotarli.

Trattare gli estratti secondo le indicazioni specifiche dell'esperienza (eventualmente eseguire reazioni successive); se necessario, pesare il materiale per valutarne la resa. Nel caso si stesse lavorando con prodotti naturali (erbe, spezie, ...), il materiale potrebbe essere smaltito come normale rifiuto domestico.