

MICROESTRUSORE Xplore MC 5 Lab. 14 (Ed. P4 - LAP)



1. Informazioni Generali

Il Microestrusore Xplore MC 5 è un microestrusore a camera con viti rotanti con buona facilità di utilizzo per piccole produzioni di laboratorio in batches da 2 o 5 ml (materiali compositi, prodotti farmaceutici, masterbatches, polimeri in generale). Dal software di gestione dello strumento è possibile monitorare in tempo reale diversi parametri del processo, quali temperatura, velocità di rotazione delle viti, viscosità del polimero fuso e relative shear rate e shear stress (reologia). Tutte le parti del Microestrusore sono in acciaio (durezza circa 60 HRc) e sono resistenti a pH compresi tra 0 e 14 fino a 450 °C e a materiali abrasivi. Sono contestualmente anche molto fragili ed occorre preservarle da urti o cadute.

Lo strumento ha sette punti di controllo/monitoraggio della temperatura che possono essere impostati a diverse temperature, di cui sei nella camera (raggruppati e regolabili a coppie nella sezione superiore, mediana, e inferiore) e uno all'ugello di estrusione; è inoltre dotato di un sistema di raffreddamento ad aria (che si aziona automaticamente durante l'esperimento) e uno più rapido aria/acqua da azionare manualmente durante la fase finale dell'esperimento.

Altre informazioni dettagliate sulle specifiche tecniche dello strumento sono riportate nel manuale "User Manual of Xplore MC 5 and MC 15 Model 2016" disponibile in formato elettronico sul PC dello strumento e nella cartella condivisa degli utenti abilitati al suo utilizzo.

2. Sicurezza

Il Microestrusore MC 5 ha delle particolari accortezze che rendono l'operatività generalmente sicura: le viti non si azionano quando la camera di miscelazione è aperta, il comando di accensione/spegnimento del motore è azionabile solo dal Touch Screen dello strumento ed è ben raggiungibile dall'operatore che sta eseguendo l'esperimento. L'unica criticità è rappresentata dall'alta temperatura raggiunta dalle componenti metalliche esterne e accessibili durante l'esperimento. Essendo parti metalliche trasmettono il calore impostato per la camera di miscelazione. Occorre perciò evitare di toccarle e, se necessario maneggiarle, farlo sempre indossando gli appositi guanti disponibili in laboratorio.

Per garantire la sicurezza degli operatori è fondamentale che ciascun utilizzatore pulisca accuratamente la camera di miscelazione, le viti senza fine, la tramoggia, il tappo e gli eventuali riduttori utilizzati in modo che l'utilizzatore successivo si trovi uno strumento pulito e pronto all'uso.



Presso il laboratorio è disponibile una tanica per lo smaltimento dei rifiuti solidi contaminati e tutto il materiale necessario per la pulizia richiesta (eccetto i solventi che saranno specifici per il tipo di esperimento).

Per motivi di sicurezza prima di iniziare un esperimento occorre essere a conoscenza delle caratteristiche termiche/termoplastiche e chimiche dei materiali utilizzati (polimeri + additivi).

3. Accessori

Il Microestrusore Xplore MC 5 è dotato dei seguenti accessori/materiali:

- tramoggia per l'introduzione del materiale all'interno della camera di miscelazione;
- tappo per la chiusura della camera di miscelazione;
- pinze specifiche per l'apertura della camera di miscelazione;
- set di brugole con colore diverso specifiche per ogni diverso utilizzo;
- scovolino e spazzole in cromo/nichel o ottone da utilizzare per le operazioni di pulizia;
- guanti ignifughi per alte temperature;
- kit Vari-Batch per la selezione del volume del loop della camera di miscelazione (2 ml o 5 ml);
- grasso per freni a base di rame per la lubrificazione delle viti di chiusura della camera di miscelazione e del giunto rotori/viti senza fine;
- cleaning compund (Pellets di PCL, policaprolattone).

4. Modalità operative

Lo strumento è di semplice utilizzo. Le istruzioni seguenti descrivono un esperimento standard.

4.1. Accensione/Preparazione dell'esperimento

- Accendere PC, accendere lo strumento (pulsante rosso laterale), accendere programma Xplore (icona "X" sul desktop del PC). Il PC ha user e password di accesso, che verranno comunicate agli utenti abilitati. È importante accendere prima lo strumento e poi il programma, altrimenti il programma entra in DEMO mode e non consente di operare in controllo.
- Aprire i rubinetti di Aria e Acqua posti sul retro dello strumento (non si sente scorrere niente all'inizio perché sono chiuse le elettrovalvole che entrano in funzione solo al momento in cui si deve raffreddare, *vide infra*).
- Prima di procedere con l'esperimento, controllare che le viti senza fine si muovano leggermente su e giù nell'alloggiamento (significa che la camera di miscelazione non è sporca e che l'utente precedente ha lasciato tutto pulito e correttamente posizionato).
- Accendere il riscaldamento (HEATING ON) e il motore (MOTOR ON) dal Touch Screen dello strumento. Per motivi di sicurezza il comando "MOTOR ON" può essere dato solo dal Touch Screen. Se per sbaglio si invertono i due comandi (prima "MOTOR ON" e poi "HEATING ON") lo strumento avverte dell'errore. Lo strumento inizierà a scaldare secondo i settaggi già impostati. Ovviamente questi possono, e in alcuni casi devono, essere modificati in base all'esperimento da compiere. È possibile modificarli dal Touch Screen (Touch Screen Control), oppure dal programma di gestione dello strumento (PC Control). Per attivare il "PC control" o il "Touch Screen Control" occorre premere l'apposito tasto sul Touch Screen dello strumento. Lo strumento ha una tolleranza del 5% circa rispetto ai valori impostati, ovvero apparirà una spia verde a fianco dei valori dei parametri impostati (sia sul PC che sul Touch Screen) quando i parametri registrati dallo strumento ricadono in questo range rispetto a quelli impostati. Viceversa, compare una spia rossa. Se la temperatura registrata supera la tolleranza rispetto a quella impostata, lo strumento accende automaticamente il raffreddamento ad aria (e ne verrà udito il flusso).

Per una corretta impostazione delle temperature occorre:

- Conoscere preventivamente le proprietà termiche dei materiali utilizzati.
- Lavorare nei dintorni della temperatura di fusione del polimero.
- Nel caso si decida di usare un filler/substrato cercare di creare le condizioni che portino alla sua decomposizione.

- La temperatura massima consentita è 450 °C.

4.2. Inserimento della tramoggia

Una volta inseriti i parametri, e prima che la camera di miscelazione si scaldi troppo, inserire la tramoggia, allentando con la brugola gialla il dado sporgente che si trova sul fronte della camera (Figura 1). Il dado non va svitato completamente, ma basta ruotarlo di un quarto di giro. Una volta allentato il dado, rimuovere il tappo semplicemente sfilandolo e inserire la tramoggia. Stringere, quindi, il dado in modo che la tramoggia sia ben salda, controllando con le mani che non oscilli.

N.B.: il posizionamento della tramoggia e del tappo è obbligato; infatti, è presente una sporgenza sul fronte della camera che si va a incastrare perfettamente con la scanalatura presente sulle parti di tappo e tramoggia che vanno a battere sul fronte della camera di miscelazione.

NON occorre stringere forte il dado, basta portarlo a fine corsa. Un dado ben stretto ha la parte piatta rivolta verso l'asta della tramoggia o del tappo.

NON fare cadere o dare colpi alla tramoggia o al tappo. I pezzi che costituiscono gli accessori dello strumento sono duri ma fragili.

ATTENZIONE: lo strumento adesso è **CALDO**. Le parti metalliche sono tutte ad una temperatura simile a quella riportata sul Touch Screen.

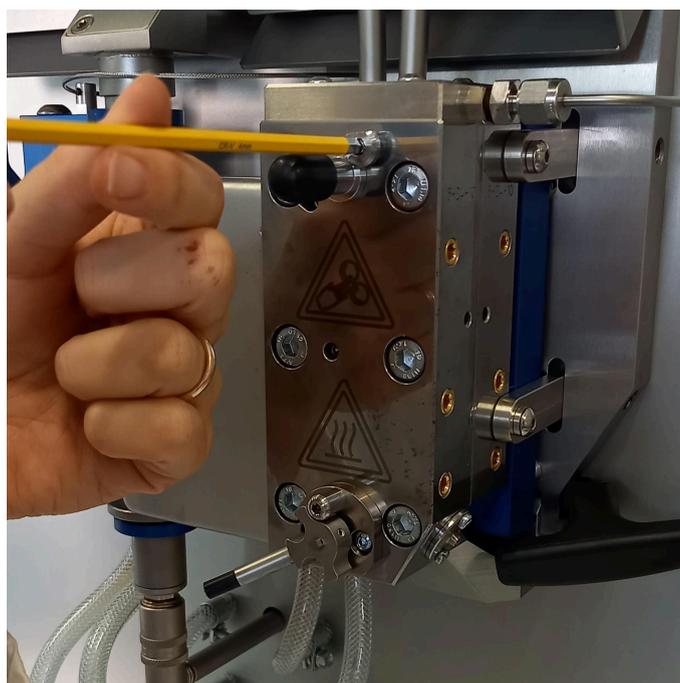


Figura 1. Utilizzo della brugola gialla sul dado di rilascio per il tappo/tramoggia.

Una volta montata la tramoggia, e **SOLO** quando lo strumento è ben caldo, girare la leva posta sul fondo dello strumento; leva che governa (apre/chiude la valvola di riciclo) l'apertura dell'ugello da cui fluisce o meno il materiale miscelato. Con la leva rivolta a **destra** l'ugello è **chiuso** (e il materiale circola all'interno della camera del microestrusore), con la leva rivolta a **sinistra** l'ugello è **aperto** (Figura 2). Prima di inserire il materiale da miscelare, controllare che la leva sia nella posizione "chiuso", per evitare che la miscela venga estrusa immediatamente appena raggiunto il fondo della camera di miscelazione.

ATTENZIONE: la leva a strumento freddo non si gira. **NON** forzarla per nessun motivo, ma attendere che lo strumento si riscaldi adeguatamente.

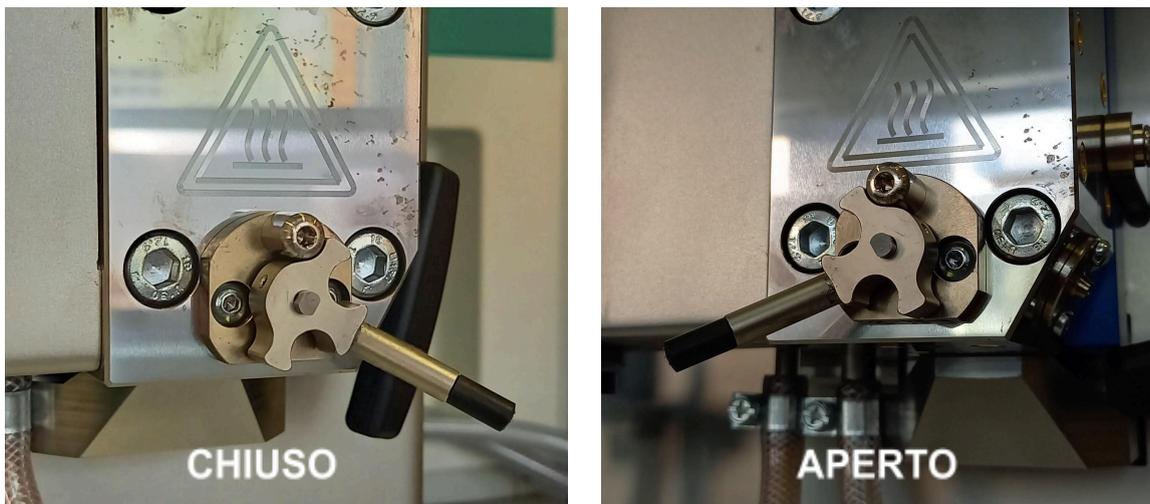


Figura 2. Leva per l'apertura/chiusura dell'ugello di estrusione. Leva ruotata a destra ugello aperto, leva ruotata a sinistra ugello chiuso.

4.3. Inserimento del materiale e miscelazione

A questo punto lo strumento è pronto per operare e si può inserire il materiale da processare.

Quando non si impiega il riduttore della camera, il volume di materiale da miscelare per riempire la stessa è di 5 ml. Occorre quindi "pesare" 5 ml del nostro campione, conoscendone magari la densità. Nel caso si usi il riduttore il volume scende a 2 ml. L'ideale sarebbe che ogni utente pesasse il materiale nel proprio laboratorio. In ogni caso, nella cassetteria degli accessori sono disponibili dei misurini puliti, che devono essere lasciati puliti dopo ogni utilizzo.

La camera deve essere piena per poter lavorare, altrimenti non si estrude nulla e la miscelazione non è ottimale. La dimensione massima del materiale che si può introdurre nella camera è la stessa dei pellets del "cleaning compound" fornito dalla casa produttrice.

Inserire il materiale nella tramoggia e, manovrando avanti e indietro il pistone della tramoggia, introdurlo gradualmente nella camera di miscelazione. All'inizio si può incontrare un po' di resistenza, attendere quindi che il materiale si misceli (si fonda/rammolisca) e proseguire a manovrare il pistone. Il miscelamento si può monitorare osservando diminuire il valore della "Force" o aumentare il valore degli "RPM" (*vide infra*). Quando si inserisce il campione nella camera di miscelazione la "Force" aumenta repentinamente, per poi diminuire gradualmente via via che il materiale fonde/rammolisce; in alcuni casi può anche fermarsi per qualche istante la rotazione delle viti senza fine.

Per un mescolamento efficiente si ricorda di lavorare nei dintorni della temperatura di fusione del proprio polimero/substrato. Ci si può aiutare con bastoncini di legno o di plastica per introdurre il materiale all'interno del foro. **NON** utilizzare **MAI** spatole in metallo o altri attrezzi metallici, per nessun motivo.

Via via che si inserisce il materiale all'interno della camera di miscelazione, è possibile seguire il grafico in tempo reale dei parametri di interesse, attraverso il programma di gestione dello strumento. Per farlo, selezionare la finestra "Graph", fare una spunta sui parametri che si desidera monitorare e premere "Start". I grafici possono essere anche salvati come screenshots con il pulsante "Capture" (file .jpg) o come files con il pulsante "Save" (file .xls).

4.4. Rimozione/pulizia della tramoggia

Una volta che si è inserito tutto il materiale necessario all'interno della camera di miscelazione, occorre togliere la tramoggia per evitare che si sporchi troppo. Questo significa che la tramoggia si può togliere, senza problemi, anche mentre le viti senza fine sono in rotazione.

Per togliere la tramoggia, svitare con la brugola gialla lo stesso dado utilizzato per inserirla; rimuovere la tramoggia e inserire il tappo, stringendo nuovamente il dado.

ATTENZIONE: la tramoggia brucia e **NON** deve cadere! Più o meno ha la stessa temperatura della camera di miscelazione. Occorre maneggiarla con gli appositi guanti disponibili in laboratorio.

ATTENZIONE: inserire sempre il tappo, non lasciare mai la camera aperta.

Pulire **IMMEDIATAMENTE** la tramoggia dopo averla smontata (Figura 3). Svitare la parte del pistone, sfilarla e pulirla con un panno di carta per rimuovere i residui di materiale. Pulire la parte cava con lo scovolino disponibile in laboratorio sempre per rimuovere ogni residuo.

Una volta pulita, riassemblare la tramoggia e metterla nella vaschetta disponibile in laboratorio.

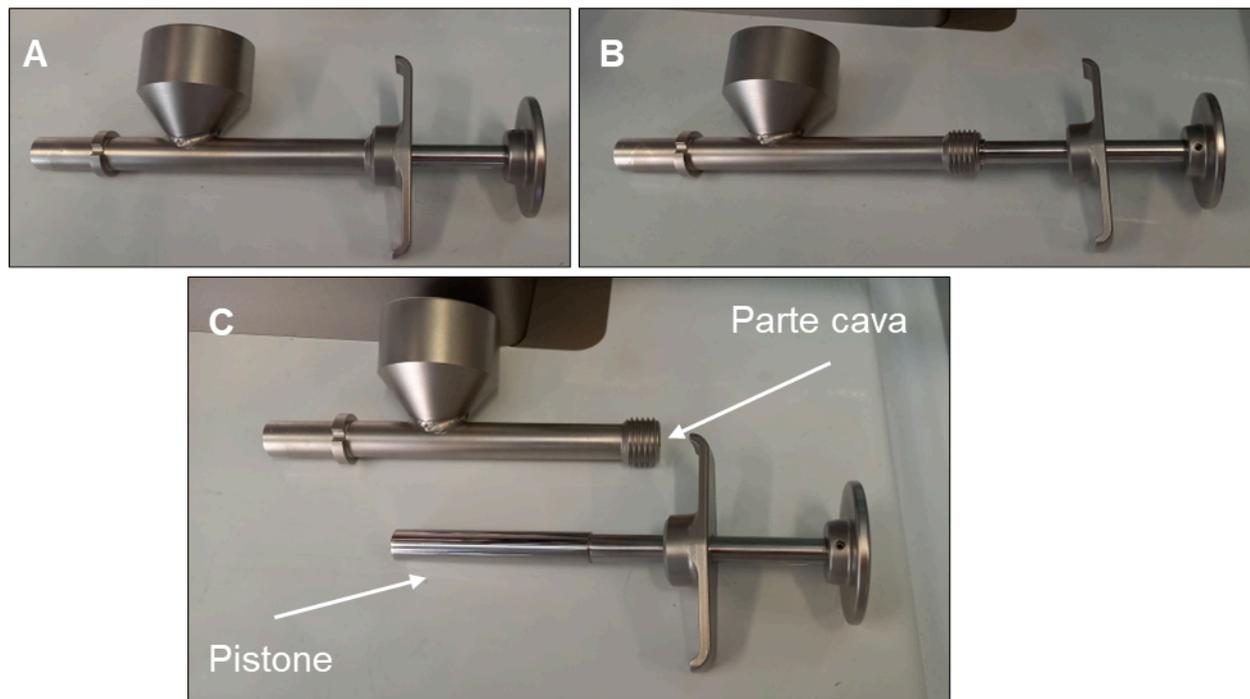


Figura 3. A) Tramoggia montata; B) Tramoggia con pistone svitato; C) Tramoggia smontata (pistone, da pulire con carta, parte cava da pulire con scovolino).

4.5. Estrusione

Quando la "Force", o il parametro di interesse per l'esperimento, si è stabilizzata, è possibile aprire l'ugello (ruotare la leva verso sinistra) per fare uscire il materiale miscelato. Ricordare che il materiale fuoriesce alla temperatura impostata e si raffredda in un secondo momento.

Mantenere l'ugello aperto fino a che non esce più materiale. In alternativa, prelevare la quantità di interesse, richiudere l'ugello, ma ricordare a fine esperimento di riaprire l'ugello a camera calda per far fuoriuscire il materiale rimasto all'interno della stessa. Quando si osserva che non esce più materiale spegnere prima il motore (MOTOR OFF) e poi il riscaldamento (HEATING OFF).

4.6. Apertura e pulizia dello strumento

A questo punto, l'esperimento è terminato e si può procedere con l'apertura e la pulizia dello strumento.

Le operazioni di pulizia vengono eseguite a strumento acceso (altrimenti non è possibile monitorare le temperature). Naturalmente, per poter operare in sicurezza, occorre lasciare raffreddare lo strumento. Il raffreddamento può avvenire naturalmente attendendo il ritorno a temperatura ambiente, oppure è possibile sfruttare il raffreddamento ad aria e acqua.

Per azionare il riscaldamento ad aria/acqua, sganciare il pannello blu posto a sinistra della camera, tirando verso sinistra i pomelli neri. Dopo di che tirare con forza la maniglia nera alla destra della camera di miscelazione. Il pannello blu va letteralmente a sbattere sulla camera di misura, fissare quindi la maniglia nera nell'apposito gancio (Figura 4). A quel punto si sente il suono dell'aria compressa. Controllare anche che scorra l'acqua nel tubo che scarica nel lavandino dietro allo strumento.

Nel caso in cui non si senta il suono dell'aria compressa e/o non si noti flusso di acqua dal tubo di uscita, ruotare lentamente i rispettivi rubinetti e controllare nuovamente.

ATTENZIONE: Nel caso non ci si fosse ricordati di togliere la tramoggia, toglierla **SEMPRE PRIMA** di azionare il riscaldamento ad acqua, altrimenti il pannello blu andrebbe a sbatterle contro!

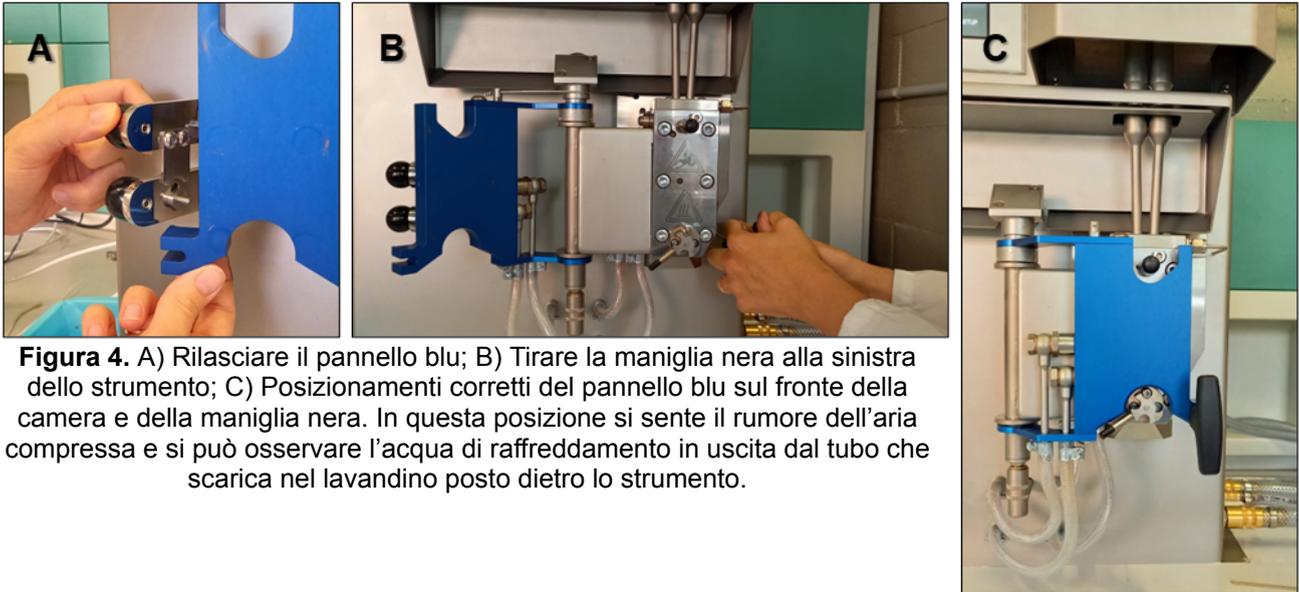


Figura 4. A) Rilasciare il pannello blu; B) Tirare la maniglia nera alla sinistra dello strumento; C) Posizionamenti corretti del pannello blu sul fronte della camera e della maniglia nera. In questa posizione si sente il rumore dell'aria compressa e si può osservare l'acqua di raffreddamento in uscita dal tubo che scarica nel lavandino posto dietro lo strumento.

Quando lo strumento è tornato ad una temperatura ragionevole per poter lavorare con le mani, tirare nuovamente la maniglia nera. Prendere il pannello blu con le mani e rimetterlo nella posizione iniziale, fissandolo in posizione manovrando i pomelli neri. A questo punto anche la maniglia nera dovrebbe essere tornata nel suo alloggiamento, altrimenti accompagnarla.

Per aprire e pulire la camera di miscelazione, svitare con la brugola rossa (Figura 5A) le sei viti presenti sul fronte della camera stessa, procedendo in questo modo: prima le viti centrali e poi in croce le viti sopra e sotto. Le viti sono ingrassate, quindi non vanno appoggiate sui ripiani, ma nell'apposita ciotolina (anche queste viti **NON** devono cadere).

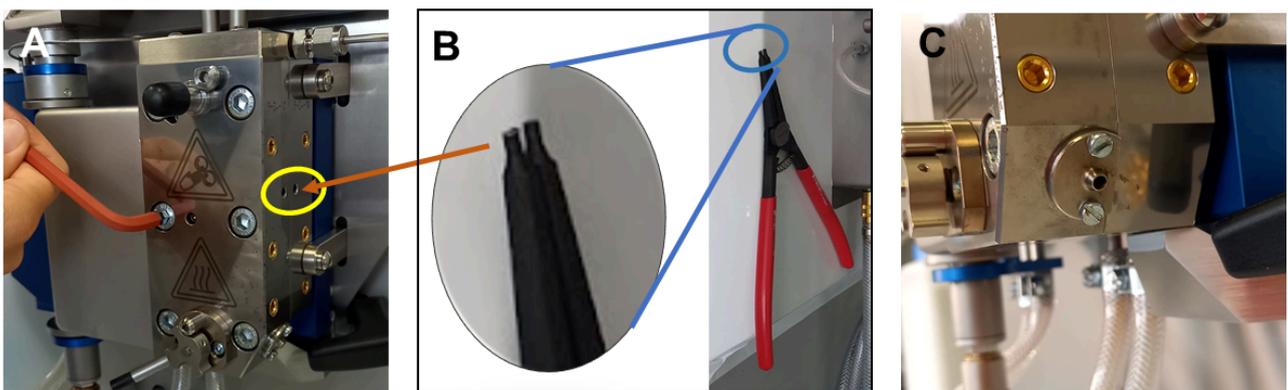


Figura 5. A) Rimozione delle viti del pannello frontale della camera; B) Posizionamento delle pinze rosse sui fori laterali (cerchiati in giallo in figura 5A); C) Ugello.

Prendere le grandi pinze con il manico rosso, inserire le punte delle pinze nei fori presenti sul lato destro della camera e stringere (Figura 5A-B). A quel punto, i due pannelli che costituiscono la camera si separano. Sostenendo le viti senza fine con le mani, separare i due pannelli. Sfilare le viti senza fine dai relativi rotori, piegandole leggermente verso di sé e tirando verso il basso. Pulire le viti senza fine con un panno di carta e adagiarle nella vaschetta bianca disponibile in laboratorio. **NON** appoggiarle sul tavolo/altra superfici per evitare che rotolino per terra danneggiandosi.

Per pulire la camera di misura rimuovere manualmente più materiale possibile, dopo di che servirsi delle spazzole metalliche con manico di legno disponibili in laboratorio. Tali spazzole possono essere usate anche sulle viti senza fine in caso di necessità. La camera è progettata per resistere a condizioni di pH 0-14, tuttavia, evitare l'utilizzo di miscele acide o basiche per la pulizia, ma usare solventi non reattivi come etanolo, isopropanolo o acetone. La pulizia "meccanica" è tuttavia da preferire.

Se è presente del materiale sul tappo della camera di miscelazione, rimuovere il tappo con le stesse modalità descritte sopra e pulirlo con un panno. Svitare poi anche la placca che sta sopra l'ugello (Figura 5C), svitando le due viti e tirandola via (anche questa NON deve cadere). Può darsi che nell'ugello sia rimasto incastrato del materiale che, adesso che il sistema è freddo, è solidificato. Si dovrebbe sfilare senza problemi, altrimenti tirarlo con una pinzetta.

Nel caso di esperimenti che lasciano troppi residui all'interno della camera, è possibile effettuare una pulizia utilizzando il "cleaning compound". La procedura di pulizia con il "cleaning compound" consiste semplicemente nell'introdurre nel microestrusore il "cleaning compound", esattamente come si è fatto con il proprio composto d'interesse, ed è in pratica come eseguire un esperimento di seguito al proprio. Il "cleaning compound" fornito dalla casa produttrice è costituito da pellets di PCL (policaprolattone), e per utilizzarlo occorre impostare una temperatura di 220°C.

4.7. Chiusura dello strumento/preparazione a nuovo esperimento

Adesso che è tutto pulito è possibile rimontare la camera per prepararla per l'esperimento/utente successivo.

Procedere in questo modo:

- Rimettere le viti senza fine al loro posto nei rotori. Le viti sono, in teoria, intercambiabili, ma è raccomandato metterle sempre nello stesso posto. La vite senza fine di sinistra ha una banda più scura poco sopra l'inizio della filettatura. Per alloggiare le viti occorre inserirle nella testa dei rotori (Figura 6) e ruotare e spingere (senza forzare) fino a che la testa della vite non si incastra perfettamente con il rotore. **ATTENZIONE:** Non lasciare la presa sulle viti (che NON devono cadere) fino a che non si è perfettamente certi che siano alloggiate correttamente. Una volta alloggiate correttamente spingerle verso l'interno per portarle appoggiate alla parete interna della camera.

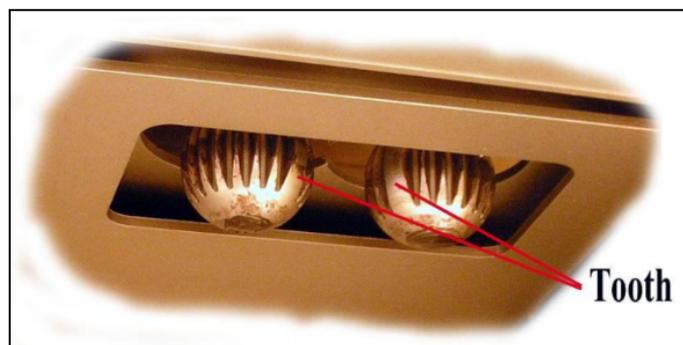


Figura 6. Testa dei rotori delle viti senza fine. La dentellatura della testa delle viti deve andare a combaciare con quella dei rotori.

- Chiudere la camera manualmente facendo incastrare i due pannelli, sorreggendo contemporaneamente con le dita le viti senza fine. Una volta chiusi i pannelli della camera controllare che le viti senza fine si possano muovere leggermente su e giù. Se sono bloccate significa che non sono ben posizionate. Riaprire la camera di miscelazione e posizionarle correttamente; in questa situazione **NON** avvitare le viti che chiudono la camera, le viti senza fine dell'estrusore potrebbero danneggiarsi.
- Quando tutto è in posizione corretta avvitare con la brugola rossa le viti che chiudono i due pannelli della camera di miscelazione, inserendo prima le viti al centro e poi le altre in diagonale, tutte senza stringere completamente. Una volta posizionare tutte le viti, cominciando da quelle centrali, avvitarle del tutto.
- Avvitare nuovamente la piastra che copre l'ugello di estrusione. Anche in questo caso inserire e avvitare entrambe le viti non completamente e stringerle entrambe solo quando sono ben posizionate.
- Inserire il tappo della camera servendosi della brugola gialla, secondo le modalità già descritte.

5. Setting dei parametri

I parametri possono essere inseriti manualmente dal Touch Screen dello strumento, oppure nella finestra "Settings" del programma di gestione dello strumento. Questo si controlla selezionando sul Touch Screen dello strumento "Touch Screen Control" oppure "PC Control".

5.1. PC Control

- Parametro **Temperatura**:

Si inserisce la temperatura di "Melt", cioè la temperatura registrata all'ugello, selezionando "Melt Control". Generalmente la temperatura di Melt è uguale o superiore alla/e temperatura/e della camera. Una volta inserita la temperatura di Melt, la stessa viene riportata in tutte e tre le sezioni della camera automaticamente. Se vogliamo variare le temperature della camera abbiamo due possibilità: "Individual Controlled", dove si possono inserire tre temperature diverse per la sezione superiore, mediana e inferiore della camera di miscelazione, oppure "Collectively Controlled" per inserire la stessa temperatura in tutte e tre le sezioni.

- Parametro **Screw/Vertical Force**:

È possibile lavorare in modalità "Force Controlled" stabilendo, cioè, un numero fisso di RPM e monitorando la Vertical Force Fv necessaria per mantenere tale numero di giri. Contestualmente viene inserito un valore massimo di Fv entro cui il macchinario si ferma. Altrimenti è possibile selezionare la modalità "Screw Controlled" in cui viene imposta una Fv fissa e viene monitorato il numero di giri necessario per mantenerla. Anche in questo caso si imposta una Screw massima.

Nell'inserimento dei parametri il programma segnala sempre il massimo e il minimo selezionabili (basta tenere la freccetta del mouse posizionata sulla casella per qualche secondo).

5.2. Touch Screen Control

Premere il pallino accanto ad una delle temperature riportate. Si entra nel setup delle temperature e compare sul display del Touch Screen un tastierino numerico con alcune funzioni.

Prima si inserisce la temperatura del Melt, poi si inseriscono le altre temperature, dopo aver selezionato la modalità prescelta ("Melt Controlled", "Individual Controlled" o "Collectively Controlled") cliccando su di essa.

Una volta impostata la temperatura di interesse, ricordare di premere "ENT" per rendere effettiva l'impostazione. Premere "Return" per tornare alla schermata iniziale.

Premendo su Force e/o Speed si entra nelle schermate di modifica dei rispettivi parametri, che sono modificabili con le stesse modalità descritte per le temperature (usare il tastierino, premere ENT, selezionare "Speed Controlled" o "Force Controlled").

6. Altre funzioni del programma di gestione Xplore

- **Funzione "Graph"**: monitora in tempo reale i parametri selezionati restituendone il loro valore contro il tempo; come già detto, il grafico può essere salvato come immagine o file excel.
- **Funzione "User Graph"**: consente di visualizzare qualsiasi parametro in funzione di un altro (non più solo del tempo!). Anche in questo caso i grafici ottenuti possono essere esportati come immagine o file excel.
- **Funzione "Settings"**: una volta inseriti i parametri è possibile salvarli nominando l'esperimento con il tasto "Save", oppure caricare quelli già salvati con il tasto "Load". I parametri possono essere variati anche in tempo reale mentre lo strumento è in funzione. L'utente che desidera salvare i parametri dovrà salvare i propri files nella propria cartella, che sarà creata con formato:
CognomeUtenteAbilitato_CognomeRespScientifico.
- **Funzione "Program"**: consente di creare una programmata per l'esperimento, impostando le temperature delle varie fasi del processo. Una volta premuto start, il programma parte ma, a detta del tecnico, non c'è molto controllo sui tempi.

7. Sostituzione dei riduttori per la variazione di volume della camera di estrusione: da 5 ml a 2 ml e viceversa (Kit Vari-Batch)

Sul PC è disponibile un video dettagliato della procedura (all'interno della cartella dello strumento).

La procedura va condotta a camera aperta.

Nella cassettera dello strumento è disponibile una scatola di legno contenente tutti gli accessori necessari ad eseguire la procedura qui di seguito descritta brevemente:

- Con la brugola rosa svitare una delle piccole viti presenti sul fronte dello strumento (Figura 7A-B). Rimuoverla e appoggiarla in una ciotolina o in uno degli scomparti della scatola di legno.
- Prendere il punteruolo, contenuto sempre nella stessa scatola di legno, e avvitare dove prima era avvitata la vite. Quando si arriva a fine corsa, spingere delicatamente in avanti.
- Si noterà fuoriuscire una piccola sezione dalla superficie della camera di misura (Figura 7D). Svitare la porzione fuoriuscita, facendo molta attenzione (anche questo pezzo NON deve cadere), e riporla nella scatola di legno.
- Sostituire questo piccolo pezzo con uno dei riduttori appositi, anch'essi nella scatola di legno, reinserendo manualmente il pezzo necessario nella fessura lasciata vuota. Una volta inserito, il pezzo deve combaciare perfettamente e non sporgere dalla superficie (Figura 7D).
- Se non si riesce, in alternativa si può avvitare il pezzo sul punteruolo, allinearli alla superficie interna della camera e, tirando il punteruolo indietro, riportarlo in linea con la superficie della camera. Svitare il punteruolo.
- Riavvitare la vite che si era tolto servendosi della brugola rosa.
- Ripetere l'operazione per l'altra vite presente sul fronte dello strumento, estrarre la sezione e reinserire il nuovo riduttore.
- Ricordare che vanno sempre sostituiti entrambi i pezzi. Il pezzo superiore è parte del loop (camera da 5 ml), oppure lo stop superiore (camera da 2 ml); il pezzo inferiore è una continuazione del loop (camera da 5 ml), oppure il deviatore del loop (camera da 2 ml). Ad esempio, la figura 7 mostra la sostituzione di una parte del loop (cerchiato in giallo nella figura 7C) della camera da 5 ml con il deviatore del loop. Si sta quindi passando dalla camera da 5 ml alla camera da 2 ml. Per completare il passaggio occorre sostituire anche il tassello superiore (cerchiato in verde in figura 7C) con lo stop superiore, andando quindi a chiudere il canale del loop.
- In figura 7C mostra come si presenta una camera da 5 ml. La figura 8 mostra i pezzi che devono essere inseriti per passare dalla camera da 5 ml a 2 ml. I pezzi hanno un posizionamento "obbligato", ovvero non possono essere inseriti e tornare in linea con la superficie della camera se non sono posizionati correttamente. **NON** forzare per nessun motivo la posizione e non richiudere la camera se i tasselli non sono correttamente posizionati e perfettamente in linea con la superficie interna della camera di miscelazione.

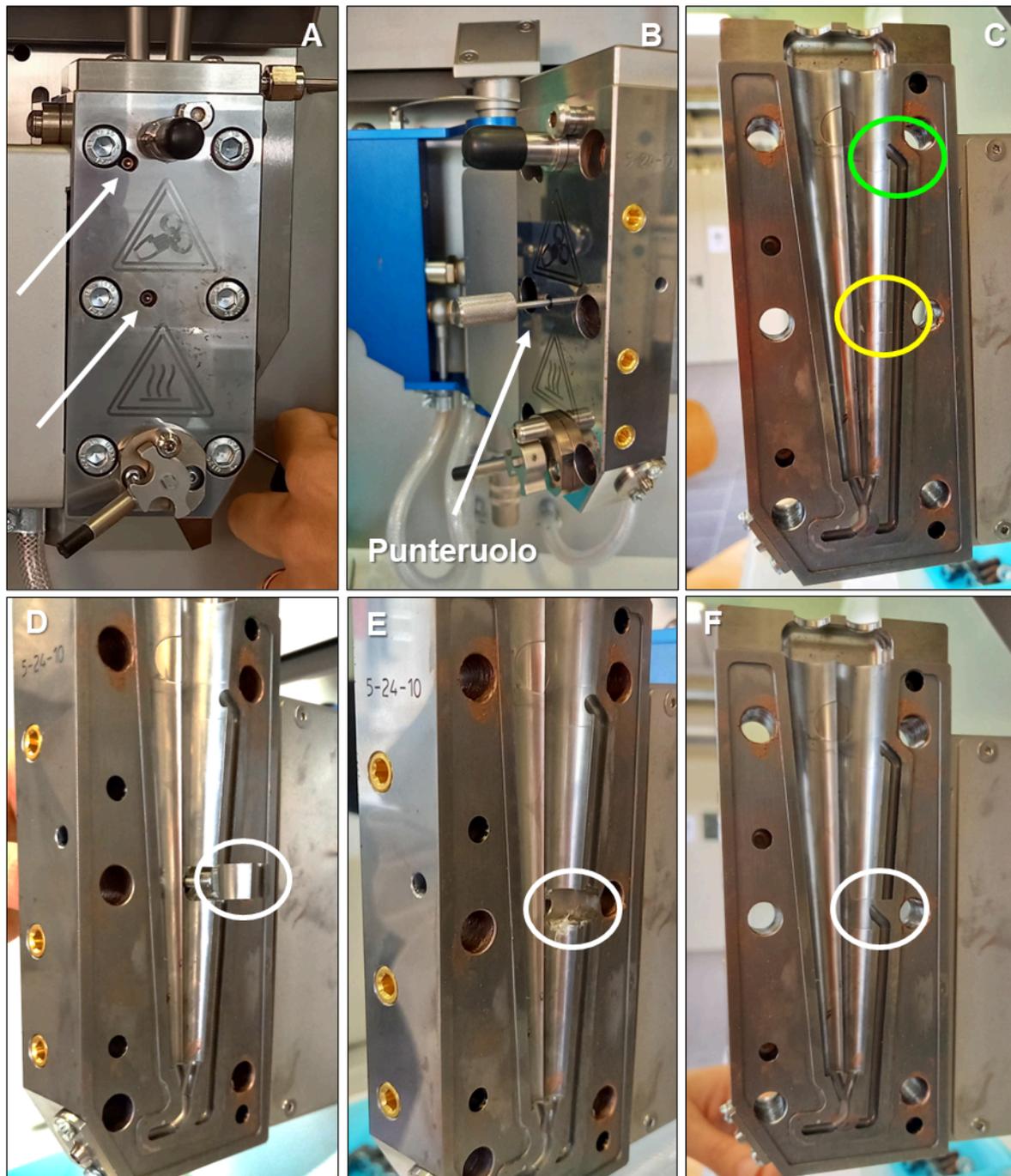


Figura 7. A) Posizione delle viti che fissano i tasselli del kit Vari-Batch; B) Posizionamento del punteruolo; C) Posizione dei tasselli da sostituire per passare da volume 5 ml a volume 2 ml del loop; D) Tassello spinto fuori dalla superficie interna della camera con l'ausilio del punteruolo; E) Aspetto della camera a tassello rimosso; F) Aspetto della camera dopo l'inserimento del deviatore del loop (per completare il passaggio da camera da 5 ml a 2 ml, occorre sostituire anche il tassello superiore).



Figura 8. Sinistra: Stop superiore, da inserire al posto del tassello cerchiato in verde in figura 7C. Destra: Deviatore del loop, da inserire al posto del tassello cerchiato in giallo in figura 7C.

8. Tips, Tricks and Inconveniences

- In alcuni casi lo strumento, quando viene richiuso una volta pulito, con l'intento di procedere subito con un nuovo esperimento, può dare come errore "Barrel Open" (il messaggio appare nella barra chiara in basso nel Touch Screen dello strumento). In questa situazione si attiva il riscaldamento, ma non il motore. In questa evenienza, una volta verificato che è tutto chiuso bene (specialmente le viti che chiudono il fronte della camera), e che le viti senza fine facciano il consueto movimento su e giù, si può cliccare sul messaggio riportato sul Touch Screen per resettarlo. Se la camera è effettivamente chiusa, i successivi comandi di "Heating ON" e "Motor ON" attivano la macchina con successo. Se la camera risultasse ancora aperta, a quel punto occorrerebbe riapirla e verificare quale sia l'inconveniente.
- Prima di reinserire le viti che chiudono la camera di misura e le viti senza fine nei relativi rotori, controllare che siano ben ingrassate. Devono essere ben lubrificate con grasso per freni a base di rame (a disposizione in laboratorio).
- Se durante l'esperimento fuoriesce materiale lateralmente dalla camera, significa che le viti non sono ben avvitate o che la camera non è chiusa correttamente. La camera, infatti, non ha guarnizione e la chiusura ermetica è assicurata dall'incastro perfetto delle parti. Occorre quindi interrompere immediatamente il processo, raffreddare, pulire accuratamente la camera e ripetere l'esperimento.
- Lo strumento consente di lavorare mantenendo la camera sotto azoto. Prevede una saturazione della camera di miscelazione con azoto (la pressione massima è già impostata al rubinetto in laboratorio, sul quale **NON** si deve **MAI** agire). Quando si eseguono esperimenti sotto azoto occorre sempre rimuovere la tramoggia (che non è a tenuta) e inserire il tappo (che è a tenuta) e mantenere aperta la finestra piccola accanto alle linee dei gas per precauzione.