

# ПУТЕВОДИТЕЛЬ...

...ПО ВЫБОРУ ВАКУУМА ДЛЯ ЛАБОРАТОРИИ  
Технологии и применения в химии и естественных науках



Технология вакуумных систем

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

Парадоксально, но технологии по созданию пустоты (именно так переводится с латыни «вакуум») широко распространены в современном мире. При уборке в доме или при производстве различных материалов, в автоматике или в лаборатории – вакуумные технологии используются повсеместно. Мы расскажем о современных требованиях к вакуумной технике для химических лабораторий и дадим несколько советов как правильно ее подобрать.

«Правильный инструмент экономит время» - эта старая поговорка мастеров относится не только к ремеслу, но и к лаборатории. Именно из-за того, что это настолько неосознаваемая материя (а точнее её отсутствие), важность роли вакуума часто недооценивается. Но для многих лабораторных применений качество вакуума значит очень многое. Современные вакуумные технологии позволяют добиться желаемых результатов быстрее, безопаснее и удобнее по сравнению с вакуумными технологиями «вчерашнего дня». По этой причине мы придерживаемся политики инноваций уже более 50 лет, в течение которых мы скрупулёзно развивали лабораторную вакуумную технику. Мы гордимся тем, что можем предложить наиболее полный ассортимент вакуумной продукции для лабораторий. В этой брошюре мы представим вам важные отличительные характеристики, которые вы должны принимать во внимание при подборе вакуумного решения для ваших лабораторных и прикладных задач.

<b>ЗАЧЕМ НУЖЕН ВАКУУМ?</b>	<b>3</b>
<b>ТРЕБОВАНИЯ К ВАКУУМНЫМ ТЕХНОЛОГИЯМ</b>	<b>4</b>
<b>ТИП НАСОСА</b>	<b>8</b>
<b>ОБЗОР</b>	<b>19</b>



## ЗАЧЕМ НУЖЕН ВАКУУМ?

Вакуум используется для многих стандартных операций при пробоподготовке и на разных этапах синтеза. Наиболее известными применениями для вакуума являются вакуумная фильтрация и сушка.

Нельзя представить процесс фильтрации без вакуума. Прохождение жидкости через фильтр при атмосферном давлении, особенно при наличии твердых веществ, может длиться часами. Для ускорения процесса фильтрации в приемной колбе создается пониженное давление, то есть вакуум. Разность давлений между внутренней частью колбы и окружающей средой вызывает ощутимый эффект всасывания, заставляя жидкость проходить через фильтр быстрее.

В отличие от фильтрации, в процессе сушки жидкий компонент в осушаемом образце меняет агрегатное состояние – он переходит в пар. Если сушить вещества на воздухе без использования вакуума, как мы привыкли сушить белье, такая сушка потребует многих часов ожидания, что недопустимо при современных стандартах работы в лаборатории. Разряжение, создаваемое в вакууме, позволяет веществу быстрее перейти из жидкого состояния в газообразное. Это значит, что с уменьшением давления требуется на испарение веществ необходимо затрачивать меньше тепла. Поэтому сушка термически нестабильных образцов возможна только в вакууме.

Вакуум способствует тому, чтобы выполнять процессы в лаборатории быстрее и мягче.



## ТРЕБОВАНИЯ К ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКЕ

Требования к вакууму всегда зависят от особенностей применения и от использования тех или иных растворителей и веществ. Важную роль в выборе соответствующего вакуумного оборудования играют такие характеристики как температура кипения, коррозионная стойкость и количество выпариваемого растворителя. Эти параметры могут меняться в зависимости от того осушка каких веществ будет проводиться. Например, требования по вакууму в процессе сушки от следов метанола и от следов диметилсульфоксида (ДМСО) будут критически различаться, поскольку точки кипения этих веществ сильно отличаются. Поэтому в зависимости от специфики существуют различные требования к созданию, измерению и регулированию вакуума.

### Предельный вакуум и скорость откачки

Вакуумный насос характеризуется двумя важными характеристиками: предельным вакуумом и скоростью откачки (производительностью или «быстротой действия»). Предельный вакуум часто указывается в миллибарах. Чем ниже значение уровня давления, тем лучше вакуум. В химических и биологических лабораториях требуемый диапазон вакуума обычно составляет примерно до  $10^{-3}$  мбар. Между одной атмосферой (~ 1000 мбар) и 1 мбар мы говорим о «грубом диапазоне вакуума», а диапазон между 1 и  $1 \cdot 10^{-3}$  мбар обычно называют «форвакуумом» или в специальной литературе «средним вакуумом». В физических лабораториях мы часто сталкиваемся с применением давления ниже  $10^{-3}$  мбар. Эти диапазоны давления известны как высокий и сверхвысокий вакуум (рис.1).

В зависимости от соответствующего диапазона давлений для создания вакуума используются различные технологии. В то время как мембранные насосы эффективно работают в диапазоне грубого вакуума, пластинчато-роторные насосы часто используют для создания среднего вакуума.



Рис. 1: Уровни вакуума и технологии создания вакуума

### Применения среднего вакуума

- ◆ лиофильная сушка
- ◆ вакуумирование «линии Шленка»
- ◆ высоковакуумная перегонка
- ◆ дегазация камеры при анализе образцов

### Применения грубого вакуума

- ◆ фильтрация
- ◆ твердофазная экстракция
- ◆ аспирация жидкостей
- ◆ сушка гелей
- ◆ перегонка

Скорость откачки, как правило, указана в кубических метрах в час [м<sup>3</sup>/ч] или литрах в минуту [л/мин] (1 м<sup>3</sup>/ч = 16,6 л/мин). Чем выше скорость откачки, тем быстрее насос сможет вакуумировать определенный объем. При выборе насоса необходимо учитывать тот факт, что максимальная скорость откачки измеряется при атмосферном давлении. При уменьшении давления скорость откачки будет сокращаться, поскольку молекул, которые должен откачать насос, будет все меньше и меньше и среда будет более и более разреженной. В диапазоне низких давлений скорость откачки будет резко снижаться, это приводит не только к увеличению времени вакуумирования, но и к неспособности насоса достичь своего предельного вакуума. Потери производительности разнятся от насоса к насосу и очень сильно зависят от типа насоса и производителя. Поэтому именно скорость откачки в требуемом диапазоне вакуума является главным критерием при выборе насоса, а не его максимальная скорость при атмосферном давлении (~ 1000 мбар), как указано в техническом паспорте или каталоге. Эта кривая представляет собой зависимость скорости откачки от вакуума. Она позволит увидеть, какая производительность насоса необходима при ваших условиях вакуума.

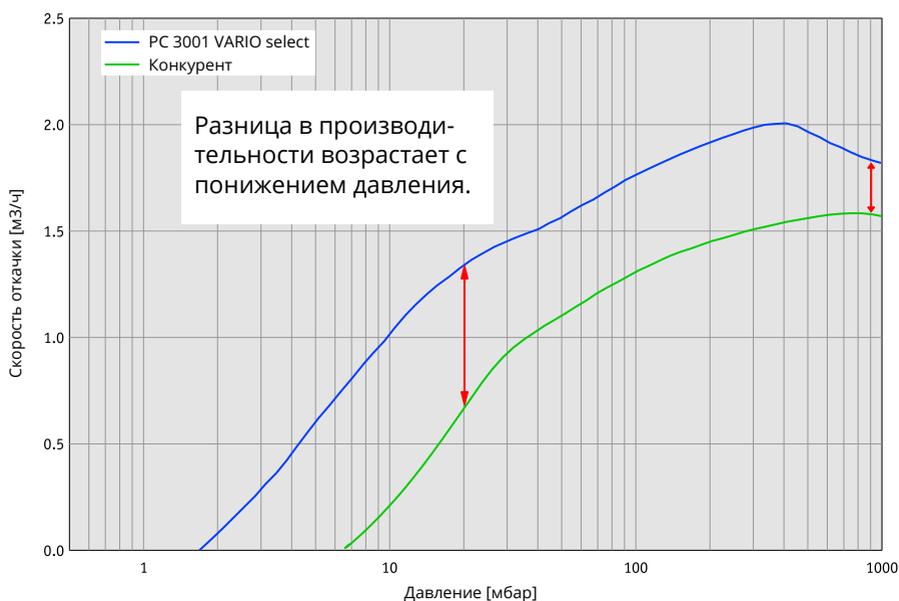


Рис. 2: Сравнение кривых откачки станции PC 3001 VARIO select и насоса конкурентного бренда

## Химическая стойкость

Если мы говорим о химической лаборатории, это обычно означает ту или иную работу с органическими растворителями, как правило, легковоспламеняющимися веществами (ЛВЖ). Поэтому важно, чтобы в химической лаборатории использовались химически стойкие насосы, которые были бы взрывозащищены, как минимум внутри рабочих камер. Эта задача решается благодаря применению химически стойких фторопластов и специальной технологии изготовления частей насоса, соприкасающихся с перекачиваемой средой. Поэтому химически стойкие мембранные насосы VACUUBRAND имеют сертификат ATEX на внутреннюю взрывозащиту. Поэтому при работе без опаски могут использоваться практически все органические растворители.

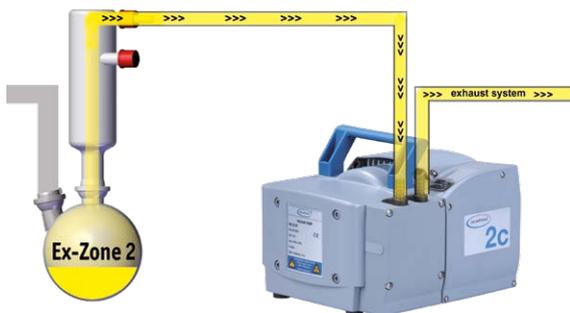


Рис. 3: Взрывоопасная Зона 2, окружающая среда

## Точность и комфорт

Для проведения серии экспериментов с воспроизводимыми результатами требуется точная регулировка вакуума. Классический пример - перегонка на роторном испарителе. При перегонке используются насосы интеллектуальной серии VARIO®. В вакуумных насосах серии VARIO® реализована точная регулировка вакуума и производительности за счет регулирования частоты вращения электродвигателя. Благодаря тому, что насос работает только по мере необходимости в вакууме, - многократно увеличивается ресурс расходных частей насоса и снижается частота технических обслуживаний. Встроенный контроллер позволяет вести перегонку в автоматическом режиме нажатием всего лишь одной кнопки. Он автоматически находит точку кипения и поддерживает вакуум на заданном уровне, исключая «недокипания» и «перекипания», при которых растворитель может вспениваться и перебрасываться в чистый дистиллят.



## ТИП НАСОСА

Для проведения экспериментов при указанных ранее условиях существует множество технических решений. На первый взгляд, их отличие состоит только в типе насоса и количестве ступеней. Однако производительность и надежность насоса также сильно зависят от качества используемых материалов. Дополнительной отличительной особенностью может стать использование аксессуаров. Следующий раздел предназначен для ознакомления с наиболее важными техническими характеристиками и функциями насосов.

### Мембранный или пластинчато-роторный насос?

Как уже упоминалось, мембранные насосы обычно используются для создания грубого вакуума, пластинчато-роторные насосы для создания среднего вакуума. В основном, в мембранном насосе одна или несколько диафрагм перемещаются вверх и вниз, так что камера насоса становится то больше то меньше, что создает эффект откачки. Мембрана герметично уплотняет камеру насоса (в которой газы и пары откачиваются и сжимаются) от привода с двигателем (воздухонепроницаемым) (рис.4). Таким образом, камера насоса полностью безмасляная (без рабочих жидкостей/ смазочных материалов) и откачиваемые пары не загрязняются. Два механических клапана работают: один – на вход, другой – на выход. Так обеспечивается последовательный поток газа через насос на выхлоп.

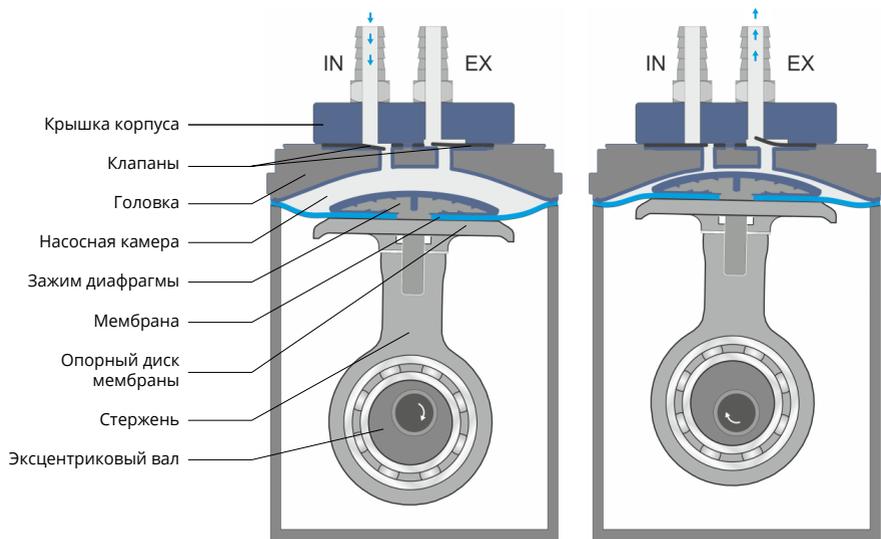
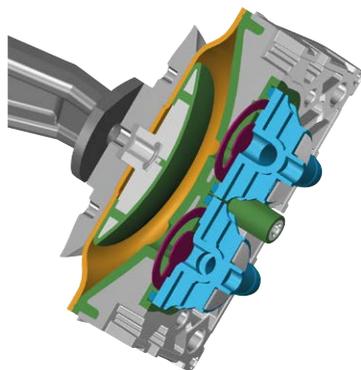


Рис. 4: Схематическое строение мембранного насоса

Крайне важно, чтобы материалы, используемые в рабочей камере насоса, были химически стойкими. При изготовлении используются специальные фторопласты, которые обладают исключительной химической инертностью к подавляющему большинству сред, даже к действию сильных окислителей и растворителей при весьма высоких температурах, а также высокой гидро- и лиофобностью (рис. 5). Хотя фторопласты чрезвычайно химически устойчивы, механически они не очень устойчивы, поэтому при производстве мембран используется запатентованная сэндвичевая технология, позволяющая многократно увеличить их износостойкость.

(Более подробную информацию о химической стойкости вы найдете в нашем соответствующем флаере. Вы можете скачать его на [www.vacuubrand.com](http://www.vacuubrand.com) во вкладке Поддержка / Брошюры)



- ПТФЭ:** Политетфторэтилен
- ЭТФЭ:** Этилентetraфторэтилен
- ЭХТФЭ:** Этиленхлортрифторэтилен
- ПФК:** Перфторкаучук

Рис. 5: Детальный вид рабочей камеры химического мембранного насоса

В пластинчато-роторном насосе эксцентрично установленный вал со скользящими лопастями вращается внутри цилиндрической камеры. После определенной точки вращения эксцентричное положение ротора приводит к сжатию газа, тем самым нагнетая поступающий газ в направлении выхлопа (рис.6). Как только давление газа превышает давление открытия выпускного клапана, газ выходит из рабочей камеры. Для смазки и герметизации лопастей в рабочей камере используется масло.

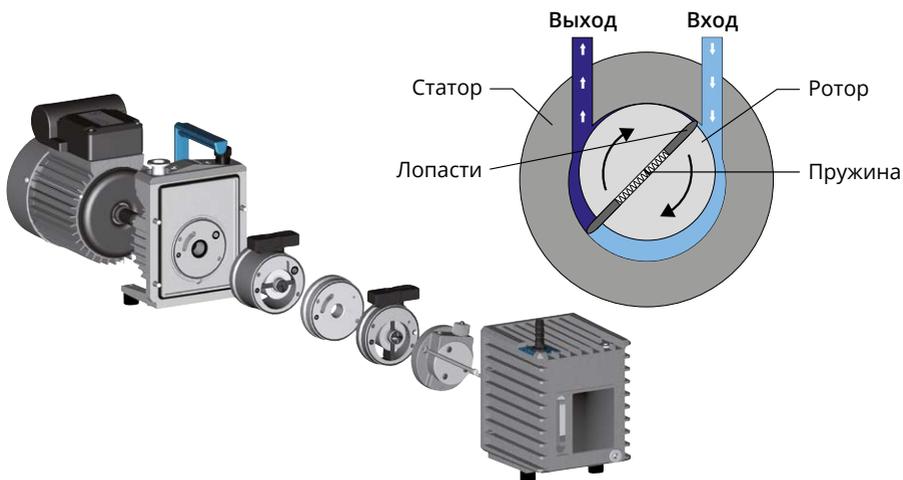


Рис. 6: Конструкция пластинчато-роторного насоса

Преимуществом этой технологии по сравнению с технологией мембранного насоса является лучший конечный вакуум до  $10^{-3}$  мбар (в двухступенчатых пластинчато-роторных насосах). Однако недостатком является более низкая химическая стойкость, поскольку многие детали изготовлены из металла и могут подвергаться коррозии, когда они вступают в контакт с химическими веществами. Кроме того, перекачиваемые газы вступают в контакт с маслом. Масло подвергается воздействию и разбавляется этими веществами, вследствие чего ухудшается вакуум. Поэтому масляные насосы должны быть защищены от агрессивных веществ с помощью подходящего оборудования (см. стр. 12).



Рис. 7: Пластинчато-роторный насос RZ 2,5

В этом случае гибридный химический насос является очень хорошей альтернативой. Он состоит из пластинчато-роторного насоса в комбинации с химически стойким мембранным насосом, который держит под постоянным разрежением масляную камеру, откачивая из нее агрессивные пары.



Рис. 8: Гибридный вакуумный насос RC 6

### Одноступенчатый или многоступенчатый?

Конечный вакуум и производительность насоса зависят от соединения рабочих камер. Параллельное соединение рабочих камер увеличивает производительность, в то время как последовательное соединение приводит к лучшему предельному вакууму (рис. 9). VACUUBRAND использует последовательное соединение до четырех ступеней в своих мембранных насосах и достигает предельного вакуума от 100 мбар (одноступенчатый) до 0,3 мбар (четырехступенчатый). В пластинчато-роторных насосах используется максимум две ступени, которые обеспечивают максимальный вакуум до  $10^{-3}$  мбар.

Производительность насоса зависит от количества параллельных соединений рабочих камер и их количества и объема рабочей камеры.

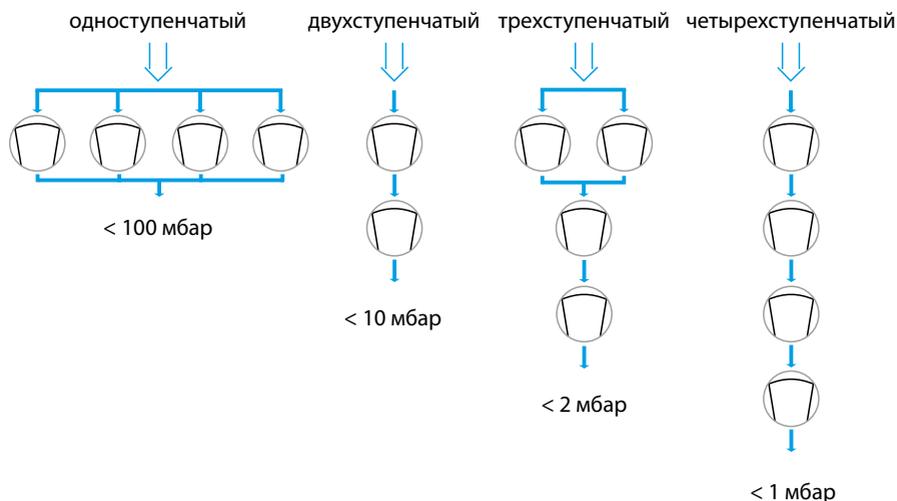


Рис. 9: Подключение мембранных насосов с двумя или четырьмя головками

## Защита насоса и окружающей среды

Конденсация внутри насоса может ухудшить его работу и привести к преждевременному износу. Эта проблема затрагивает как мембранные, так и пластинчато-роторные насосы. Многие насосы имеют так называемый газовый балласт, который напускает небольшое количество воздуха или инертного газа через клапан в откачиваемую среду. Это минимизирует конденсацию внутри насоса и гарантирует, что уже сконденсировавшиеся капли будут выталкиваться в сторону выхлопа. Для многих применений в химии эта функция незаменима для защиты насоса. Таким образом, характеристики предельного вакуума с открытым клапаном газового балласта также очень важны (рис. 10). После работы рекомендуется, чтобы насос оставался включенным в течение примерно получаса с открытым клапаном газового балласта и закрытым входным клапаном перед отключением. Пластинчато-роторные насосы должны быть прогреты до начала использования с закрытым входным клапаном, потому что правильная рабочая температура масла способствует уменьшению образования конденсата.

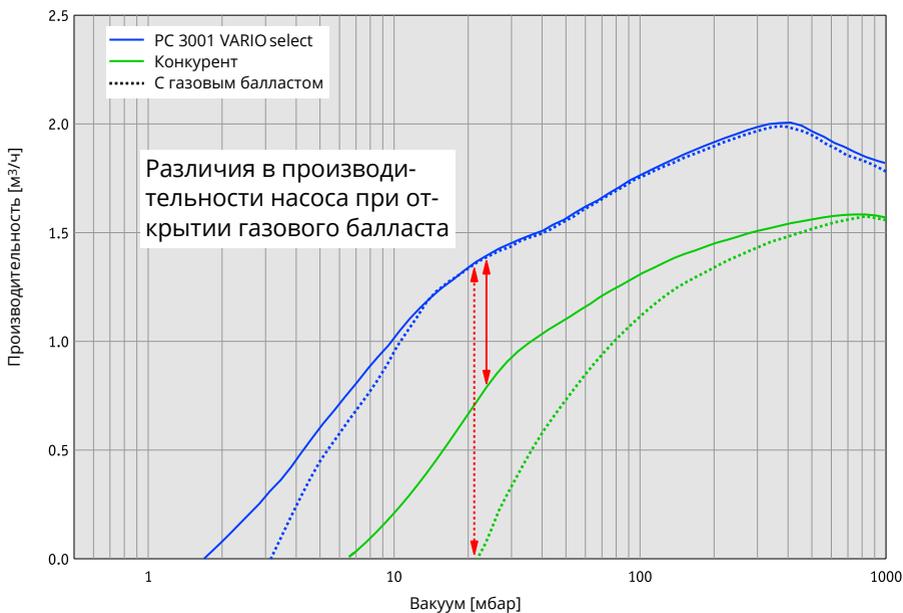


Рис.10: Сравнение кривых производительности с газовым балластом и без него: PC 3001 VARIO select и продукт конкурента.

Из-за низкой химической стойкости пластинчато-роторных насосов может понадобиться азотная ловушка, чтобы осадить коррозионные пары и конденсаты еще до того, как они попали в рабочую камеру насоса. Также, для защиты здоровья персонала лаборатории, на выходе пластинчато-роторного насоса часто используется фильтр масляного тумана, чтобы предотвратить загрязнение рабочего пространства и вдыхание паров масла.



Рис. 11: Пластинчато-роторный насос в версии с фильтром масляного тумана и холодной ловушкой

Вакуумные станции на основе мембранных насосов также имеют так называемый «конденсатор паров «АК» на входе насоса, который защищает насос от конденсата. «Конденсатор паров на выходе «ЕК» со змеевиковым холодильником позволяет регенерировать растворитель и защитить окружающую среду. Круглодонные колбы действуют не только как конденсаторы паров, но и одновременно как глушители, значительно снижая уровень шума.



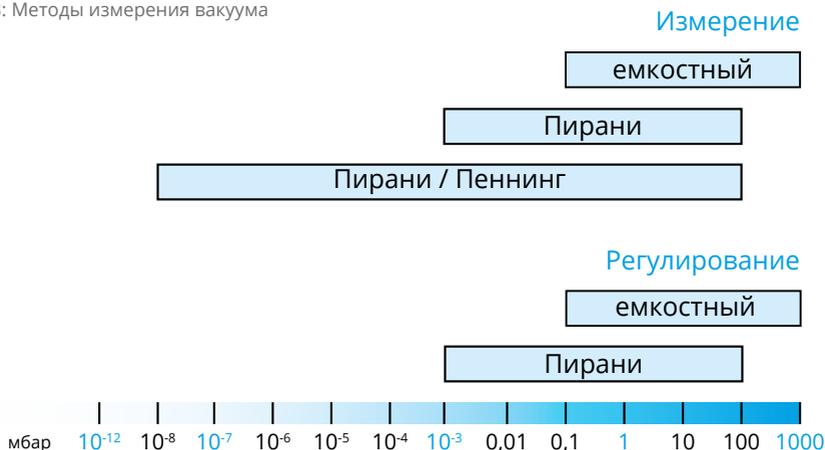
Рис. 12: Химическая вакуумная станция PC 3001 VARIO select с сепаратором и конденсатором паров

## Средства измерения вакуума

В зависимости от диапазона для измерения вакуума используются разные вакуумные датчики. Грубый диапазон лучше всего измеряется емкостными датчиками. Деформация небольшой диафрагмы, вызванная изменениями давления, регистрируется, и преобразуются в индикацию давления. В лаборатории рекомендуется использовать керамические диафрагмы, потому что они надежны и химически устойчивы. Этот принцип обладает такими преимуществами как измерение независимо от типа газа, высокая точность, низкая зависимость от температуры и долговечность. Но чем глубже вакуум, тем больше увеличивается погрешность измерения этого датчика, так как требуется увеличивать толщину диафрагмы.

По этой причине при измерении среднего вакуума используется датчик Пирани. Этот датчик, названный в честь изобретателя Марчелло Пирани, измеряет теплопроводность газа, который связан с соответствующим давлением и таким образом может точно определить вакуум. Преимуществом этого метода является расширенный диапазон измерения от атмосферного давления до  $10^{-3}$  мбар. Однако, наилучшая точность достигается в диапазоне от 10 до  $10^{-3}$  мбар. Недостатком датчика Пирани в сравнении с керамической диафрагмой является зависимость от типа газа. Поэтому перед измерениями требуется настройка датчика под соответствующий газ. По сравнению с обычными датчиками Пирани-датчики от VACUUBRAND отличаются своей исключительной химической стойкостью и надежностью благодаря защите датчика капсулой из алюмооксидной керамики.

Рис. 13: Методы измерения вакуума



Если требуются измерения во всем диапазоне от грубого до среднего вакуума, существуют комбинации емкостного датчика и датчика Пирани. На рисунке 14 показан, например, комбинированный вакуумметр VACUU-VIEW extended. Он очень компактен и прост в использовании. Датчик внесен в Госреестр «Средств Измерений» и при необходимости можно заказать проверку датчика в РОСТЕСТе.



Рис. 14: Комбинированный датчик VACUU-VIEW extended

## Регулирование вакуума

Вакуум в реакционном объеме можно регулировать тремя различными способами:

- ✦ путем ручного изменения производительности
- ✦ с помощью электронного переключения клапанов
- ✦ посредством управления скоростью вращения двигателя



Рис. 15: новейший вакуумный контроллер VACUU-SELECT®

При ручном изменении производительности на вакуум можно влиять только грубо. Если точные значения вакуума не важны, то этот вариант можно считать приемлемым. Точное регулирование вакуума возможно только посредством регулирования вакуумного клапана или регулирования скорости вращения двигателя. В первом случае электромагнитный клапан, расположенный на вакуумной линии между насосом и приложением, открывается и закрывается. Это приводит к колебанию вакуума между двумя заданными границами (рис. 16). Мембранные насосы с регулированием оборотов двигателя достигают максимальной точности в регулировании вакуума (рис. 17). В этом случае насос работает только по мере необходимости, пользователь экономит большое количество электроэнергии (до 90% по сравнению с нерегулируемыми системами). Кроме того, износ, шум и вибрация значительно снижаются.

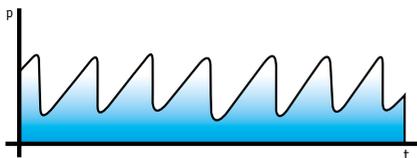


Рис. 16: Контроль путем включения/отключения клапанов



Рис. 17: Наивысшая точность путем регулирования оборотов двигателя

Контроллер VACUU·SELECT позволяет автоматически искать точку кипения и регулировать вакуум в режиме включения-выключения. Автоматический поиск точки кипения значительно облегчает работу и высвобождает время для других исследовательских задач. VACUU·SELECT предлагает еще больше возможностей в комбинации с насосами серии VARIO®, он не только обнаруживает точку кипения, но также реагирует на ее изменения благодаря уникальной системе отслеживания давления паров. Таким образом, система непрерывно отслеживает давление пара и постоянно оптимизируется к требованиям процесса. Такая регулировка достигается простым нажатием кнопки без необходимости мониторинга и вмешательства (рис.18).

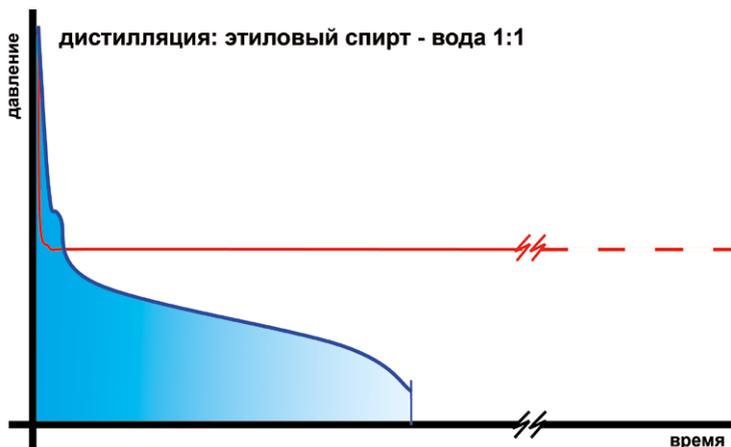


Рис.18:

- Работа продукта конкурента в автоматическом режиме - испарение останавливается, потому что вакуум не адаптируется к изменениям давления при кипении смеси.
- VACUUBRAND VARIO® Control - постоянно контролирует давление паров и регулирует вакуум в течение всего процесса, сокращая его длительность.

## Одиночные насосные станции или сетевые решения?

Обеспечение вакуумом лаборатории возможно как отдельными насосами, так и построением вакуумных сетей. Централизованные вакуумные сети в здании снабжены большим вакуумным насосом. Однако такие сети имеют недостатки при повседневной работе. Во-первых, это возможность загрязнения от соседних приложений. Откачиваемая среда может беспрепятственно проникать в вакуумную линию другого приложения, непреднамеренно образовывать взрывчатые смеси или просто загрязнять исследуемую пробу. Во-вторых, такие насосы часто имеют большие размеры, поскольку они должны быть спроектированы таким образом, чтобы обеспечить максимальную производительность. Также необходимо принимать во внимание тот факт, что насос работает круглосуточно, что приводит к неоправданно высоким инвестиционным и энергетическим издержкам.

Лучшей современной альтернативой являются локальные вакуумные сети, в которых вакуумный насос снабжает только определенное количество рабочих мест в одной комнате. Кроме того, по сравнению с решением, в котором каждая рабочая станция оборудована отдельным вакуумным насосом, сильно снижаются затраты на закупку. Локальная сеть также снижает как затраты на обслуживание, так и потребление энергии. В то же время понижается общий уровень шума, потому что для ежедневной работы требуется меньшее количество насосов.



Рис. 19: Различные варианты снабжения вакуумом

Выбор в пользу отдельных насосных систем и локальной вакуумной сети зависит от различных факторов. Например они включают: количество рабочих станций, используемых приложений и требования к регулированию вакуума. Поэтому настоятельно рекомендуется обсудить условия и различные варианты с экспертом. Если решение было принято в пользу локальной вакуумной сети, требования к соответствующей сети должны быть приняты во внимание как можно раньше на этапах планирования лаборатории. Первым шагом является поиск подходящего, химически стойкого вакуумного насоса. При выборе подходящих материалов для трубопроводов и фитингов следует учитывать их химическую стойкость и потенциал перекрестного загрязнения, то есть возможное влияние отдельных вакуумных приложений друг на друга.

В системе VACUU·LAN® от VACUUBRAND имеется множество фитингов и модулей для ручного и электронного управления. Детали, контактирующие со средой, такие как трубопровод и фитинги, изготовлены из ПТФЭ и ПВДФ, что обеспечивает высокую химическую и коррозионную стойкость к широкому спектру химических веществ. Кроме того, все вакуумные выходы оснащены невозвратными клапанами, что сводит к минимуму риск перекрестного загрязнения и обратного тока газов.



Рис. 20: Локальная сеть VACUU · LAN®. Один насос в нижнем шкафу снабжает вакуумом несколько рабочих мест.

## ОБЗОР

Необходимо обращать пристальное внимание на все детали при подборе насоса. Чтобы найти лучшее решение для вашей лаборатории, мы собрали для вас наиболее важные отличительные характеристики:

<b>Тип насоса</b> (стр. 8)	Мембранный насос Пластинчато-роторный насос Гибридный насос
<b>Производительность</b> (стр. 4)	Предельный вакуум Предельный вакуум с открытым клапаном газобалласта Максимальная производительность Кривая скорости откачки
<b>Химическая стойкость</b> (стр. 7+8)	Коррозионная стойкость материалов Взрывозащита
<b>Защита насоса и окружающей среды</b> (стр. 12)	Клапан газового балласта Азотная ловушка Фильтр масляного тумана Сепаратор паров на входе АК Конденсатор паров на выходе ЕК Химический гибридный насос
<b>Измерительная техника</b> (стр.14)	Грубый вакуум: емкостный датчик Средний вакуум: датчик Пирани Грубый + средний: комбинация датчиков Химическая стойкость Внесение в ГОСРЕЕСТР
<b>Регулирующая техника</b> (стр.15)	Ручное регулирование производительности Клапан двухточечного контроля Регулировка скорости вращения двигателя Автоматический поиск точки кипения Автоматический поиск всех точек кипения
<b>Вакуумная сеть</b> (стр. 17)	Химическая стойкость трубопроводов и модулей Предотвращение перекрестного загрязнения



**000 «Диаэм»**

**Москва**

ул. Магаданская, д. 7, к. 3 ■ тел./факс: (495) 745-0508 ■ sales@dia-m.ru

**www.dia-m.ru**

**С.-Петербург**  
+7 (812) 372-6040  
spb@dia-m.ru

**Новосибирск**  
+7 (383) 328-0048  
nsk@dia-m.ru

**Воронеж**  
+7 (473) 232-4412  
vrn@dia-m.ru

**Йошкар-Ола**  
+7 (927) 880-3676  
nba@dia-m.ru

**Красноярск**  
+7 (923) 303-0152  
krsk@dia-m.ru

**Казань**  
+7 (843) 210-2080  
kazan@dia-m.ru

**Ростов-на-Дону**  
+7 (863) 303-5500  
rnd@dia-m.ru

**Екатеринбург**  
+7 (912) 658-7606  
ekb@dia-m.ru

**Кемерово**  
+7 (923) 158-6753  
kemerovo@dia-m.ru

**Армения**  
+7 (094) 01-0173  
armenia@dia-m.ru

