

## CAPITOLO I – INTRODUZIONE

Le tecnologie di laboratorio che utilizzano il vuoto si sono ulteriormente diffuse negli ultimi anni, sia nel campo dei processi che utilizzano bassi e medi vuoti, sia in quello della strumentazione analitica avanzata (MS, GC-MS, LC-MS, ICP-MS, Microscopi elettronici ecc.) e dei processi di liofilizzazione, di deposizione in fisica dello stato solido ed elettronica, che richiedono alto vuoto e ultra alto vuoto. Oltre alle pompe singole, da utilizzare collegate con i vari tipi di apparecchiature in laboratorio, e alle stazioni multiple di vuoto, sono disponibili sistemi per vuoto (essiccamento sottovuoto, evaporazioni e distillazione a pressione ridotta, concentrazione centrifuga, filtrazione aspirata, ecc.) che incorporano la pompa adatta in un dispositivo strumentale dedicato a specifiche operazioni.

In particolare le pompe per vuoto sono il cuore delle tecniche di laboratorio che richiedono la rarefazione o l'evacuazione di un'atmosfera dell'ambiente dove sono eseguiti determinati processi chimici e fisici. In funzione del grado di vuoto necessario all'operazione prevista, sono prodotti tipi di pompe basate su differenti principi fisici.

### 1.1 Classificazione delle pompe per vuoto

In base al principio fisico applicato, le pompe da vuoto sono classificate come segue:  
a) Pompe a getto di liquido o gas, nelle quali si sfrutta la trasformazione della "energia di velocità" di un fluido in "energia di pressione";

b) Pompe meccaniche, che realizzano l'aspirazione e lo scarico del gas mediante parti meccaniche in movimento;

c) Pompe a vapore, basate sul trasferimento di quantità di moto tra le molecole di una corrente di vapore e le molecole di un altro aeriforme;

d) Pompe ad assorbimento, criopompe, ioniche, getter, a sublimazione nelle quali il gas da evacuare viene fissato senza essere espulso dalla camera: in pratica non hanno uscita di scarico.

In base al modo d'espulsione del gas le pompe sono suddivise in:

- ✚ Pompe primarie a deflusso diretto: scaricano direttamente all'esterno il gas estratto dalla camera da evacuare: sono pompe per vuoti bassi, medi e fini;
- ✚ Pompe secondarie a deflusso indiretto: necessitano che il loro condotto di efflusso comunichi con un ambiente a pressione inferiore a quella atmosferica. Comprendono le pompe ad alto vuoto e ultra vuoto, che devono essere collegate in serie ad una pompa primaria (o pompa preparatoria, prepompa), che provveda a ridurre previamente il grado di vuoto nel sistema o a scaricare all'esterno il gas estratto dall'ambiente da evacuare.

### Pompe ad acqua

Le classiche pompe a getto d'acqua si basano sul principio dell'aspirazione provocata da un getto d'acqua fuoriuscente da un ugello. Sono costruite in vetro, ottone cromato o materia plastica. Il portagomma laterale collegabile con il recipiente da evacuare può essere dotato di valvola di ritegno per bloccare i reflussi. Il vuoto massimo è dell'ordine di 720 Torr. Le pompe a ricircolo d'acqua permettono di raggiungere gradi di vuoto pari alla tensione di vapore

dell'acqua alla temperatura di lavoro (~35 Torr a 15°C), riciclando l'acqua introdotta in una vasca, con notevole risparmio.

Altri modelli possiedono un bagno in acciaio inox o policarbonato resistenti alle corrosioni con volume d'aspirazione di 20 L/min e due prese indipendenti. Riempiendo il bagno di ghiaccio si può ottenere un vuoto di 1 mbar.

Lavorando senza l'ausilio della rete idrica, queste pompe forniscono un'aspirazione continua non pulsante ed evitano l'inquinamento della rete fognaria.

### **Pompe a getto di aria**

Sono pompe statiche di basso costo senza parti meccaniche in movimento, silenziose, in grado di raggiungere vuoti fino a 99 mbar, e sono basate sul principio di Venturi: quando l'aria compressa viene forzata attraverso un ugello conico, la sua velocità aumenta e la pressione diminuisce, generando una depressione dipendente dalla velocità del flusso dell'aria. Una serie di queste pompe, prodotte in vari modelli monostadio e pluristadio, copre un campo di rarefazioni da 99 a 757 mbar con flussi d'aria da 0,3 a 268,5 m<sup>3</sup>/h per varie applicazioni di laboratorio e industriali, con particolari accessori.

### **Pompe meccaniche**

I tipi meccanici per vuoti bassi e medi, che lavorano in regime di flusso viscoso e di transizione, comprendono le pompe ad anello liquido e le pompe a diaframma a secco. Per vuoti fini sono le pompe rotative ad olio, le pompe di Roots e a scroll a secco, impiegate sia tal quali per uso generico in laboratorio, sia in sistemi per vuoto dedicati, sia come pompe primarie per il funzionamento delle pompe secondarie per HV e UHV.

Le pompe a secco hanno il vantaggio di escludere i rischi d'inquinamento da olio lubrificante, sempre possibile nelle pompe rotative, e di non richiedere dispositivi di protezione antirisucchio.

Le pompe molecolari sono pompe meccaniche per HV e UHV in grado di realizzare vuoti finali <math>10^{-10}</math> Torr. e operano come pompe secondarie.

### **Pompe rotative ad anello liquido**

Sono costituite da una uno statore cilindrico orizzontale con bocche d'aspirazione e di scarico sullo stesso asse, nel quale l'azione aspirante è generata dall'acqua trascinata da una serie di palette fissate al rotore. L'acqua forma un anello liquido che richiama i gas dalla bocca d'aspirazione e li convoglia allo scarico. La rarefazione massima corrisponde alla tensione di vapore dell'acqua alla temperatura di lavoro. L'acqua, oltre che fungere da pistone aspirante, provvede alla lubrificazione, alla tenuta dei gas e al raffreddamento. Di basso costo, sono impiegate in laboratorio, ma soprattutto in tecnologia, in presenza di vapori tossici.

### **Pompe rotative ad olio**

Sono le pompe meccaniche per antonomasia, nonostante la presenza degli altri tipi meccanici.

Il prototipo è la pompa di Gaede, che consiste di uno statore, costituito da un collegato al recipiente da evacuare, e l'altro munito di valvola per l'espulsione del gas aspirato. Il rotore è un cilindro massiccio, ruotante su un asse eccentrico di raggio inferiore, che lo mantiene tangente alla parete interna dello statore nella zona compresa tra le due aperture. Sul rotore è incisa una scanalatura trasversale, entro la quale si muovono due palette a sporgenza variabile forzate da due molle a spirale contro la parete interna dello statore, così che lo spazio tra i due cilindri si divide in due

compartimenti stagni: il primo d'aspirazione, per effetto della rotazione eccentrica aumenta gradualmente il suo volume, richiamando il gas del recipiente tramite il bocchettone d'aspirazione, mentre il secondo, riducendo lo spazio, lo espelle dalla valvola del condotto di scarico. La tenuta pneumatica del sistema è assicurata dalle palette, che spostano un bagno d'olio lubrificante verso la valvola di scarico, nel cui spazio libero sovrastante avviene la separazione del gas dall'olio che rientra nel serbatoio collegato col vano dello statore, olio che provvede altresì a raffreddare le varie parti soggette ad attriti. Il vuoto in breve tempo può raggiungere  $10^{-2}$  Torr.

Sono costruite pompe rotative a singolo e a doppio stadio, che possono essere munite di uno zavorratore di gas (gas ballast), cioè di una valvola che permette il pompaggio non solo dei gas permanenti (indesiderabili alle pressioni e temperature d'esercizio) ma anche di grandi quantità di vapori condensabili (acqua, solventi) che potrebbero mescolarsi con l'olio, alterandone la viscosità.

Nel modello zavorrato, la pompa comunica con l'atmosfera a circa 50 Torr della camera da vuoto contenente particelle di vapore; durante la rotazione, quando la pompa non è in comunicazione con questa, si apre la valvola di zavorra che immette aria supplementare nel vano della pompa, la quale, continuando a ruotare, trasporta la miscela gassosa alla valvola di scarico, che si apre per effetto della sovrappressione prodotta dalla zavorratura; mentre si scaricano l'aria e il vapore, nel vano di pompaggio ricomincia il ciclo successivo. Le pompe meccaniche zavorrate possono scendere ad un vuoto finale  $<10^{-4}$  Torr.

Le pompe moderne sono azionate a comando elettronico da un motore, il cui albero è collegato direttamente a quello del rotore sullo stesso asse con cuscinetti a sfere e guarnizioni a tenuta, formando un corpo unico.

Esse possono essere dotate di lubrificazione forzata e di valvole antirisucchio, onde prevenire il richiamo dell'olio nella camera da vuoto in caso d'improvvisi irregolarità. In genere il raffreddamento è ad aria, ma possono essere applicati circuiti di raffreddamento ad acqua. Le portate e le velocità di pompaggio variano secondo le dimensioni e i modelli (da pochi litri a 5000 L/s).

Le pompe possono avere funzione duplice per alto e basso vuoto (alcuni mbar o  $10^{-3}$  mbar) secondo il modo operativo prescelto.

L'olio deve essere adatto alle caratteristiche di ciascuna pompa, in quanto ne condiziona le prestazioni, e viene prescritto dalle case produttrici.

### **Pompe a diaframma (membrana)**

Le pompe a diaframma (o membrana) sono molto solide ed economiche. Si basano sul moto alternativo di un pistone con membrana, che aspira, comprime ed espelle il gas. È quindi un tipo di pompa alternativa aspirante e premente e perciò può essere utilizzata anche per il trasferimento o per l'erogazione dei gas. Nella testata con il condotto d'entrata controllato dalla valvola d'aspirazione (11) e quello d'uscita controllato dalla valvola di mandata, è situata la zona pneumatica, su cui agisce un diaframma costituito da una membrana flessibile di PTFE (Teflon) o di elastomero sintetico (Neoprene, Viton), avvitata sulla testa di una biella azionata dall'albero a gomito guidato dal motore.

La membrana isola ermeticamente il comparto del vuoto dai meccanismi della pompa, assicurando un ambiente completamente esente da olio, ed è un componente molto importante per le prestazioni della pompa. Per evitare possibili fughe di gas verso l'esterno ed eliminare parti metalliche sporgenti, in certi modelli il perno filettato, che si avvita sulla biella, è integrato nella membrana sagomata. Nella pompa a doppia membrana, tra la testata e la carcassa è inserito un anello intermedio, che crea una zona di sicurezza chiusa da una seconda membrana, isolando lo spazio per la corsa della biella. Alcuni modelli utilizzano membrane a struttura differenziata, studiate per una migliore distribuzione delle forze con conseguente minori deformazioni; si montano valvole ad ombrello con forellini, in modo da ridurre gli sforzi meccanici, particolarmente con i gas condensati, assicurando una loro maggiore durata. I motori di diverso tipo sono in presa

diretta con la pompa a comando elettronico; i parametri possono essere selezionati da tastiera con memoria per il loro recupero all'avviamento. Possono disporre di dispositivi di sicurezza e di controllo.

Le pompe a membrana sono prodotte in varie dimensioni (da banco e portatili) a singola o a doppia testata, con campi di portate da qualche litro a un centinaio di litri/min. Il moto alternativo del pistone può essere orizzontale o verticale. Si generano bassi e medi vuoti (in media 5-8 Torr), ma qualche modello speciale può arrivare a 0,1 Torr. Non usando olio, sono valide come preparatorie per HV e UHV, quando è necessaria grande pulizia e bastano prevuoti moderati.

Per la migliore sicurezza e semplicità di controllo, sostituiscono in laboratorio le pompe ad acqua in sistemi per la concentrazione di soluzioni, in quanto consentono il recupero dei solventi organici allo stato puro, mediante condensatori posti all'uscita della pompa. Sono quindi il tipo più usato negli evaporatori rotanti.

### **Pompe di Roots**

Due rotori affiancati a forma di otto, sfasati tra loro di  $90^\circ$  e collegati da ingranaggi esterni allo statore, sono la base della pompa di Roots. I due rotori ruotano in direzioni opposte senza entrare in contatto tra loro e con la parete dello statore. Quando il rotore è in posizione per l'aspirazione ha luogo l'ingresso del gas, che procede fino quando si giunge alla posizione d'uscita, dove il volume del gas isolato viene compresso e quindi scaricato.

Questo principio è applicato in pompe rotative multistadio con camere di pompaggio senz'olio, in cui, su alberi paralleli comuni, è montato un numero di coppie di rotori ingrananti tra loro. Le coppie sono tenute in relazione di fase corretta dagli ingranaggi di distribuzione applicati ad un'estremità degli alberi di trasmissione. Sono guidate da motori ermetici con comandi elettronici. I modelli per gas corrosivi hanno linee di spurgo con azoto.

Una versione composita adotta rotori con due profili: ad 8 di Roots per la coppia d'ingresso e ad artiglio (claw) per quelle successive. I rotori sono disposti in modo che ciascuno lavori nel campo di pressione ottimale, aumentando l'efficienza a basse pressioni con basse potenze d'alimentazione. Il sistema completo è raffreddato a circolazione d'acqua. Le pompe di Roots non richiedono fluidi di tenuta e di lubrificazione entro il volume di trascinarsi del gas, e raggiungono un vuoto finale di  $10^{-3}$ - $10^{-4}$  Torr; accoppiate con una pompa rotativa arrivano a  $10^{-5}$  Torr.

Le caratteristiche di pulizia di questa pompa la raccomandano per il trattamento di semiconduttori, deposizione di film sottili sotto vuoto, lavoro in camere sterili, tecnologie laser, liofilizzazione, e come prepompa in sistemi per ultravacuo.

### **Pompe a spirali "Scroll"**

Il meccanismo di "scroll" consiste di un ingranaggio a spirale (scroll) fisso e di uno orbitante che, muovendosi reciprocamente, confinano il gas in sacche. Quando la spirale orbitante si muove entro la spirale fissa, il volume delle sacche cala gradatamente, così che i gas sono pompati con percorso a spirale dall'ingresso verso lo scarico. I meccanismi di scroll possono essere appaiati e operare in parallelo per aumentare la velocità di pompaggio ed arrivare ad un vuoto finale  $\leq 10^{-2}$  Torr. La tenuta è assicurata da guarnizioni in teflon. Il motore a trasmissione diretta può essere monofase o trifase.

I vantaggi della tecnologia a scroll sono il vuoto finale ottenibile con uno strumento di dimensione compatta, silenzioso e con poche vibrazioni, senza rischi di contaminazione, e con basso costo di manutenzione, poiché sono poche le parti in movimento. Questo tipo è pertanto adatto all'impiego come pompa preparatoria di sistemi HV e UHV, particolarmente con le pompe molecolari, ioniche e criogeniche. Le sue applicazioni sono consigliate quando si deve evitare la presenza d'idrocarburi nocivi al processo, quindi in

preparazioni microelettroniche (semiconduttori, wafer, deposizioni, drogaggi ecc.), nelle camere pulite, in optoelettronica (spettrometri e microscopi elettronici) e nei sistemi di rivelazione di perdite di gas.

### **Pompe molecolari**

Le pompe meccaniche per HV e UHV lavorano in regime di flusso molecolare in base al principio di rendere direzionale il flusso casuale delle molecole sotto l'azione di turbine rotanti ad alta velocità, che ne orientano il moto dalla camera in direzione della flangia della pompa, e ne contrastano il flusso in senso inverso.

In tutti i tipi di pompe molecolari, per minimizzare le vibrazioni dovute alle alte velocità di rotazione e alle interazioni elettromagnetiche tra statore e motore, i rotori girano su cuscinetti a sfere ceramiche a base di nitruro di silicio, chimicamente inerti, di durezza maggiore, ma di minore peso specifico, coefficiente d'espansione termica e di frizione, rispetto all'acciaio. I sistemi di raffreddamento possono essere a convezione naturale o forzata dell'aria o a circolazione d'acqua.

Le pompe sono di tre tipi: turbomolecolari, a trascinamento molecolare, e combinate (ibride), in funzione del sistema di pompaggio del gas.

### **Pompe turbomolecolari**

Nelle pompe turbomolecolari, rotori cilindrici alettati con lame oblique ruotano ad alta velocità entro statori cilindrici, lungo la cui parete interna sono saldate alette a piani sovrapposti. Le lame delle ventole e quelle degli statori si alternano con inclinazione opposta. Un motore direttamente collegato fa girare i rotori ad alta velocità (da 30000 a 90000 giri/min). L'azione pompante è basata sul trasferimento della quantità di moto dalla superficie della ventola ruotante alle molecole del gas, in seguito agli urti di queste contro le lame fisse dello statore, col risultato d'aumentare la componente della loro velocità nella direzione del moto della ventola. A causa della differenza nelle traiettorie risultanti delle molecole della regione A (HV) e della regione B (LV), la probabilità di trasferimento di molecole da A a B è molto maggiore che nella direzione opposta: si crea così un regime di flusso orientato delle molecole con effetto pompante. La superficie rotante deve girare alla velocità ottimale di pompaggio, mentre la sequenza dei piani del rotore e dello statore determina il rapporto di compressione.

Il profilo e le aperture delle lame sono disegnati in modo tale che i ripetuti impulsi dati alle molecole le guidino sempre verso l'uscita della pompa, posta di solito in basso, all'ingresso della pompa primaria, che provvede poi alla loro espulsione all'esterno. Poiché l'energia cinetica, che determina l'efficienza della velocità di trasferimento, è funzione della massa delle molecole, la pompa turbomolecolare è una pompa di frazionamento, cioè estrae più efficacemente le molecole più pesanti rispetto a quelle più leggere. La velocità di pompaggio, quindi, dipende dal peso molecolare del gas.

Le pompe turbomolecolari convenzionali hanno un'alta velocità di pompaggio, ma un basso rapporto di compressione a prevuoti  $>10^{-1}$  mbar.

### **Pompe a trascinamento molecolare**

Nel trascinamento molecolare (molecular drag pump) le molecole dei gas urtano contro la superficie cilindrica ruotante ad alta velocità e sono trascinate verso la zona di alta pressione entro l'intercapedine tra la parete interna dello statore e quella mobile del rotore. Il trascinamento può avvenire lungo un solco elicoidale dello statore fino ad un ugello d'efflusso. I rotori molecolari possono essere anche costituiti da dischi sovrapposti ruotanti in un canale del corrispondente statore, in cui l'entrata e l'uscita sono divisi da un estrattore. Ad ogni piano, il canale si restringe,

così che le molecole del gas, convogliate dall'alto al basso verso la zona d'alta pressione, guadagnano in quantità di moto per collisione contro le pareti del canale, e sono forzate da un estrattore a scendere al piano inferiore per essere espulse verso il condotto d'aspirazione della pompa primaria.

La pompa a trascinamento molecolare ha una bassa velocità di pompaggio, ma alti rapporti di compressione per prevuoti >10 mbar.

### **Pompe turbomolecolari combinate (ibride) a doppio stadio**

I sistemi ibridi o combinati a lame e a trascinamento rappresentano i tipi più avanzati di pompe molecolari. Combinano l'alta velocità di pompaggio della pompa turbomolecolare a lame con l'alto rapporto di compressione delle pompe molecolari a trascinamento, col risultato che, a parità di dimensioni, aumenta il rapporto di compressione per i gas leggeri e si hanno alte pressioni in prevuoto, il che permette l'uso di pompe primarie a diaframma di dimensioni ridotte. Nel sistema a doppio stadio, il gas è trasferito dal flusso assiale dei piani turbomolecolari al primo piano di trascinamento. Nei primi piani il trascinamento è quello di una pompa a flusso molecolare, mentre in quelli finali, fino all'uscita, è di una pompa a flusso continuo con capacità di scarico a pressioni fino a 10 mbar.

In regime di flusso molecolare il pompaggio si ottiene con l'aumento della velocità dei dischi, che eleva la probabilità di trascinamento delle molecole verso l'uscita di uno stadio particolare. In regime di flusso continuo, l'azione pompante è generata dalle superfici rotanti, che impartiscono quantità di moto al volume del gas, col risultato di aumentare la pressione quando il gas è deflesso dagli stripper: il gas fluisce perifericamente in ogni piano di trascinamento molecolare.

Un modello combinato usa un sistema a levitazione magnetica con cuscinetti magnetici che eliminano qualsiasi contatto tra il rotore e il resto della pompa. Si riducono al minimo le vibrazioni, eliminando la lubrificazione e le manutenzioni dipendenti dall'usura dei cuscinetti a sfere. Due cuscinetti magnetici mantengono il rotore sull'asse lasciando completa libertà di rotazione, mentre un campo magnetico assiale levita e mantiene il rotore sul suo asse di rotazione. La posizione precisa del sistema del rotore è controllata da sensori radiali e assiali, che modulano i campi magnetici entro l'intervallo operativo ottimale.

Le case raccomandano i tipi di pompe primarie più adatte ai singoli modelli, perché il grado di vuoto finale dipende anche dal tipo di pompa preparatoria collegata. Con le pompe meccaniche rotative ad olio a doppio stadio e con le pompe di Roots, il vuoto può arrivare a  $10^{-10}$  Torr, mentre con quelle a diaframma a  $\sim 10^{-9}$  Torr.

Un vantaggio delle pompe molecolari è anche l'ingombro ridotto, che ne facilita l'impiego negli strumenti da banco, come gli spettrometri di massa e i microscopi elettronici.

### **Pompe a vapore**

Sono pompe per HV e UHV senza organi in movimento a deflusso secondario, basate sull'effetto aspirante di un getto di vapore ad alta velocità sulle molecole del gas da evacuare, che viene trascinato verso il condotto d'aspirazione della pompa primaria. Secondo le modalità d'applicazione del vapore, si distinguono in pompe booster e pompe a diffusione.

### **Pompe booster a vapore**

Il principio di funzionamento è basato su un sistema a doppio stadio, in cui il vapore generato da un bollitore a bassa pressione viene diretto verticalmente verso lo stadio di diffusione e lateralmente verso un eiettore con effetto aspirante sul gas da evacuare. Quest'ultimo viene trasportato verso l'ingresso della prepompa per l'espulsione, mentre il vapore viene condensato



dall'acqua circolante nella serpentina e ricade nel bollitore ricominciando il ciclo. Si possono raggiungere vuoti di  $10^{-4}$ - $10^{-5}$  Torr, corrispondenti alla tensione di vapore del fluido vaporizzato (cloruri difenilici di alta stabilità chimica alle temperature di lavoro). Siccome lo scarico avviene a pressioni relativamente alte ( $\sim 1$ - $10$  Torr), si possono applicare pompe preparatorie volumetricamente inferiori a quelle richieste dalle pompe a diffusione.

### **Pompe a diffusione**

Concepite da Gaede e realizzate da Langmuir circa novant'anni fa, sono basate sul principio della diffusione del vapore che produce l'effetto aspirante delle molecole del gas. In un riscaldatore situato nel fondo della pompa, protetto da un interruttore termico, un liquido di bassa volatilità vaporizza per ebollizione a pressione  $<10^{-1}$  Torr, generata dalla pompa primaria collegata.

Il vapore viene forzato, attraverso un condotto interno del corpo cilindrico della pompa, e proiettato come nuvola di molecole da ugelli, orientati verso il basso, contro la parete interna del cilindro (raffreddata esternamente da un serpentino a circolazione d'acqua o ad aria) e condensato durante la ricaduta lungo le pareti fino al bollitore, dove rivaporizza creando una distillazione continua. Le molecole di gas da evacuare, che diffondono dal condotto d'aspirazione nella pompa in regime di flusso molecolare casuale, sono trascinate dal getto di vapore contro la parete fredda; il vapore si condensa ricadendo nel bollitore, mentre le molecole del gas imboccano l'uscita del condotto di prevuoto per essere aspirate ed espulse dalla pompa primaria. La depressione creatasi nell'interno della pompa favorisce l'afflusso di nuove molecole dalla camera da vuoto, facendo continuare il processo. Si evita la controdiffusione di tracce di vapore nel condotto d'aspirazione condensandole in testa alla pompa con deflettori raffreddati ad acqua e criotrappole ad aria o azoto liquidi. Si possono ottenere vuoti finali dell'ordine di  $10^{-6}$ - $10^{-10}$  Torr, che possono arrivare a  $10^{-11}$  Torr, se si degassa per preriscaldamento le pareti del recipiente da vuotare.

Il primo liquido poco volatile è stato il mercurio (da cui il nome tradizionale di pompa a diffusione di mercurio), che ora è sostituito da diversi tipi d'olio sintetico, i quali devono rispondere a determinate caratteristiche fisico-chimiche, in quanto il vapore riscaldato ad alta velocità provvede l'energia cinetica che fa muovere le molecole del gas verso la linea di prevuoto e previene la loro contromigrazione. Un fluido pompante deve avere un relativamente alto peso molecolare, una bassa tensione di vapore ad alte temperature, ma soprattutto essere inerte chimicamente e non termodegradabile.

### **Pompe ad assorbimento dei gas**

Il principio comune delle pompe a spruzzo di ioni (sputter ion pump), a cattura di ioni (getter ion pump) e delle pompe criogeniche è quello di sequestrare i gas da evacuare, le prime per reazione chimica nella pompa, le seconde per adsorbimento su materiale assorbente e le terze per condensazione a bassa temperatura. A differenza delle pompe meccaniche e a vapore, basate sull'espulsione dei gas, questi tipi depositano le molecole catturate del gas sulle pareti interne. Pertanto devono essere rigenerate periodicamente, anche se ciò è necessario solo dopo anni di lavoro.

### **Pompe ioniche**

Applicando un'alta tensione positiva, le molecole dei gas sono ionizzate all'anodo, e gli anioni formati vengono attratti da un catodo di titanio, metallo fortemente reattivo. La collisione degli ioni del gas con la superficie del catodo produce l'espulsione di alcuni atomi di titanio, che schizzano ("sputter") sulla parete della pompa, dove reagiscono con gli ioni del gas formando composti solidi, che si depositano sulle superfici interne della pompa. Le pompe ioniche possono essere diodiche e triodiche.

## Pompe diodiche

Contengono un anodo ad alta tensione, costituito da celle cilindriche a favo d'ape, e un catodo piatto di titanio fissato alle pareti interne e messo a terra. Il diodo è posto tra i poli di un magnete, il cui campo confina gli elettroni ad alta energia in una "nuvola", che si muove con una traiettoria a spirale, aumentando la loro probabilità di collidere con le molecole del gas. A pressione  $<10^{-4}$  Torr, l'alta tensione applicata all'anodo, trasforma le molecole dei gas in ioni positivi, che vengono accelerati dal gradiente del campo elettrico verso il catodo, sui quali collidono con grande energia facendo schizzare fuori degli atomi di Ti (sputtering o "spruzzo catodico"). Gli atomi spruzzati si combinano con gli ioni del gas (ossigeno, vapore d'acqua, ossidi di carbonio e di azoto, idrocarburi, ecc.), formando composti non volatili (ossidi, carburi, nitruri) che si depositano nella pompa. Gli ioni dei gas nobili, che non reagiscono col Ti, sono eliminati per fissaggio nel catodo o per "sepoltura ionica", cioè per "ingessamento" entro uno strato di titanio condensato: tali processi sono però inefficienti, poiché questi gas sono riemessi quando il catodo e il materiale depositato sono di nuovo spruzzati. I gas nobili possono essere efficacemente assorbiti dalle pompe triodiche.

## Pompe triodiche

Viene posto, tra l'anodo e le pareti della pompa messe a terra, un terzo elettrodo di titanio a griglia mantenuto ad alta tensione negativa. Questo catodo aggiuntivo favorisce bassi angoli d'incidenza degli ioni sulle superfici reticolari interne, aumentando la velocità dello spruzzo di Ti, così che i gas nobili non sono fissati, mentre la separazione fisica ed elettrostatica dell'elettrodo schizzato dall'area di deposizione assicura che il materiale depositato non venga sottoposto ad ulteriori impatti.

La pompa triodica migliora il pompaggio dei gas nobili, perché la loro sepoltura risulta efficiente, senza riemissione dallo strato depositato, essendo sepolti sulle pareti della pompa o sull'anodo, entrambi a tensione zero.

I vantaggi delle pompe ioniche sono quelli di non usare fluidi, né di richiedere raffreddamento ad acqua o ad azoto liquido, di poter essere collegate direttamente alla camera da evacuare senza alcun sistema aggiuntivo. Non necessitano di preriscaldamento, quindi sono pronte a funzionare all'accensione.

Gli svantaggi sono costituiti dal fatto che esse possono essere instabili relativamente ai gas che devono pompare; possono avere effetti di memoria poiché il gas è solo intrappolato, ma non espulso, di avere forti campi magnetici associati; di lavorare in alta tensione (da 3 a 7,5 kV), richiedendo perciò un buon isolamento. Infine, queste pompe sono costose per le speciali unità di controllo richieste. Quelle di alta capacità sono molto pesanti a causa della dimensione dei loro magneti.

## Pompe a sublimazione di titanio

Il pompaggio per "assorbimento di gas" ("gas gettering") delle pompe a sublimazione di Ti è considerato nei sistemi UHV un modo efficace per pompare gas assorbibili, come  $H_2$  e  $N_2$ , particolarmente in combinazione con le pompe ioniche, efficaci invece per i gas non assorbibili, come Ar e  $CH_4$ , collegate oppure incorporate in una sola unità.

La sorgente di titanio può essere di due tipi: a filamento e a pallina. Il primo tipo consta di una cartuccia a flangia dotata di tre filamenti di Ti o di una sua lega (Ti-Mo), lunghi 12-15 cm, attraverso i quali viene fatta passare la corrente che li porta alla temperatura di sublimazione del Ti. I filamenti sono generalmente riscaldabili fino a  $400^\circ C$  a bassa tensione con potenze di 300 W; ciascun filamento provvede circa 1,2 g di Ti utilizzabile. Il pompaggio avviene come nelle pompe ioniche per reazione degli atomi o dei gruppi di atomi di Ti sublimati con le molecole attive nella



fase gassosa; il pompaggio dei gas nobili nella pompa a sublimazione è per lo più inesistente. Il grado di vuoto finale ottenibile è di  $10^{-12}$  Torr.

L'unica precauzione da prendere con tale pompa è quella d'eseguire un accurato degassamento dei filamenti durante il primo ciclo di riscaldamento, per allontanare l'idrogeno normalmente adsorbito nel Ti commerciale. Il degassamento da effettuare ad ogni sostituzione di filamenti consiste nel far passare una corrente di 30-35 A per 5-10 minuti nei filamenti in vuoto di 10-2 Torr. Le sorgenti a filamento sono le più adatte, perché possono essere spente tra una sublimazione e l'altra, così che non aggiungono degassamenti termicamente indotti.

Le sorgenti a pallina contengono maggiore quantità di Ti, che permette una più lunga vita e maggiori pressioni operative, ma devono consumare potenza negli intervalli tra le sublimazioni per evitare crepe nella pallina. Una casa offre una versione mini, che provvede 15,2 g di Ti utilizzabile a 300 W con 100 W in stand-by, ed una grande da 35 g di Ti utile, che richiede 750 W di potenza operativa e consumi d'attesa di 200 W con grado di vuoto di  $10^{-4}$  -  $10^{-12}$  mbar

La pompa non viene usata in continuazione perché nelle condizioni UHV il Ti sublimato non si combina tutto in una volta con i gas attivi; la grande area superficiale del film di Ti agisce come pompa effettiva per un certo tempo dopo la sua deposizione sulle superfici. È possibile perciò impostare con un temporizzatore la durata della sublimazione, ottenendo un pompaggio efficace relativamente alla pressione presente.

Queste pompe sono considerate molto valide ad es. per spettrometria Auger ed ESCA, MS, SIMS, microscopia elettronica, scienza dei materiali conduttori e semiconduttori a stato solido, produzione di tubi elettronici, fisica nucleare, acceleratori di particelle, simulatori spaziali.

### **Pompe d'adsorbimento (criopompe)**

#### **Pompe ad adsorbimento**

Sono prevalentemente utilizzate per l'allontanamento continuo di gas da un ambiente e necessitano di un vuoto preparatorio  $<10^{-3}$  Torr.

I gas residui richiamati dalla pompa primaria vengono fissati da un materiale adsorbente contenuto nella pompa. Si usano di solito setacci molecolari costituiti da zeoliti artificiali con alti rapporti superficie/volume. La pompa è immersa in azoto liquido contenuto in un Dewar.

#### **Pompe criogeniche**

Le criopompe provvedono al fissaggio interno dei gas estratti dalla camera da vuoto per condensazione su una superficie refrigerata, dove si depositano allo stato solido. La solidificazione rapida si ottiene di norma utilizzando l'azione di elio liquido.

Le pompe criogeniche possono raggiungere un vuoto  $<10^{-11}$  Torr. Come le altre pompe ad accumulo, esse richiedono una rigenerazione periodica. Nel caso di gas tossici o infiammabili, bisogna prendere le necessarie precauzioni: valvole di sicurezza aperte e circolazione di gas inerte durante il processo di rigenerazione.

#### **Sistemi per vuoto**

I sistemi per vuoto permettono all'utente di disporre d'apparecchiature pronte all'uso ottimizzate nella loro funzione. Le unità di pompaggio sono sistemi completi degli accessori necessari all'applicazione delle varie tecnologie del vuoto in laboratorio. I sistemi per vuoto includono la pompa in strumentazioni destinate ad operazioni specifiche, come la distillazione a pressione ridotta per l'evaporazione con il recupero di solventi, la concentrazione centrifuga sottovuoto, l'essiccamento e la sublimazione sottovuoto, l'essiccamento di gel elettroforetici, la

filtrazione per aspirazione, la dispensa di fluidi per aspirazione, la liofilizzazione ed altri. La figura 25 dà esempi di collegamento base della pompa in alcuni sistemi per vuoto. La strumentazione commerciale è prodotta sia con i componenti distinti collegati, sia in unità integrate. Se ne descrivono alcuni, riservando le stufe sottovuoto e i liofilizzatori a specifiche trattazioni.

### Unità di pompaggio per chimica

Sono costituite da una o più pompe corredate dei dispositivi di controllo e di misura e per la condensazione dei vapori estratti, e sono disponibili con le pompe idonee a coprire le portate e i gradi di vuoto richiesti dalle tecnologie di vuoto usate in laboratorio. I dispositivi di controllo e di misura della pressione possono essere manuali, o automatici, gestiti da microprocessori e messi in rete. Le colonne di condensazione o le trappole per i gas evacuati sono di diverso tipo, ma disegnate in modo da evitare la dispersione di vapori nocivi nell'ambiente. I programmi di controllo possono provvedere alla determinazione automatica o semiautomatica del livello di vuoto, alla calibrazione del sistema, presentando i dati su display digitali o analogici. Una casa dispone di un sistema modulare configurabile con i relativi accessori secondo le necessità dell'utente.

Le unità basate su pompe a membrana, a doppia azione aspirante e premente, sono pure adatte a creare atmosfere controllate nell'ambiente di reazione, dosando i gas introdotti, e per controllare reazioni in fase gassosa o eterogenea. Anche per le pompe HV e UHV sono disponibili sistemi completi di pompa primaria e strumentazione di controllo, come per esempio il sistema pompa a diffusione di vapore e pompa primaria rotativa ad olio con vuoto massimo  $10^{-6}$  Torr e quelli delle pompe turbomolecolari accoppiate con pompe primarie, molto diffuse, oltre che nelle varie strumentazioni (MS, SEM ecc.), nelle operazioni di laboratorio richiedenti UHV.

Buona parte di questi sistemi è trasportabile per applicazioni singole, ma esistono sistemi centralizzati, formati da un'unità centrale di pompaggio, con controllore elettronico del vuoto (che può regolare anche il flusso del liquido di raffreddamento), condensatori e separatori, collegata alle prese di vuoto locali, sia manuali con valvole a sfera e di non ritorno, sia elettroniche con regolatore ad elettrovalvola per la gestione indipendente delle singole prese.

### 1.2 Parametri operativi nella tecnologia del vuoto

I parametri operativi più importanti di un sistema per il vuoto riguardano:

PARAMETRO	DESCRIZIONE	UNITA' DI MISURA	NOTE
Grado di vuoto	pressione residua nella camera evacuata	Torr (mm Hg) = 1,333 mbar = $1,333 \cdot 10^2$ Pa, etc.	
Velocità di pompaggio S	volume di gas pompato per unità di tempo	L/s ; L/min ; m <sup>3</sup> /h.	
Portata o flusso Q	numero di molecole pompate per unità di volume	cm <sup>3</sup> /min (sccm) = $2,69 \times 10^{19}$ molecole /cm <sup>3</sup> = 1 Torr L/s = 79,05 sccm.	è funzione della pressione p del gas, $Q = p S$

Il flusso del gas può provenire inizialmente dall'aria presente nella camera, poi in condizione di regime da fughe d'aria provenienti dall'esterno, da degasaggio delle pareti o degli oggetti contenuti nella camera, oppure dall'ingresso di gas stabilito e controllato da regolatori di flusso di massa.

La portata può essere calcolata per una camera di volume V e per un tempo t da:

$$Q = \Delta p V / Dt$$

-Il tempo di residenza  $t$  : tempo medio di permanenza del gas nella camera:

$$t = V / S = p V / p S = p V / Q.$$

La conduttanza  $F$  di un orifizio o tubo o flangia è la sua capacità di trasmettere un flusso di gas:

$$F = Q / \Delta p$$

- Unità di misura: L/s ed equivalenti volume/tempo, p. es. velocità di pompaggio.

La conduttanza varia a seconda del regime di flusso; variando la conduttanza si può regolare la pressione a flusso costante.

Il regime di flusso dei gas è definito dalla dimensione lineare (lunghezza)  $d$  tipica della camera a vuoto e il cammino libero medio delle molecole MFP (mean free path)

Regime di flusso viscoso o di convezione:  $MFP < 0,01 d$

Regime di transizione o di Knudsen:  $0,01 d < MFP < d$

Regime di flusso molecolare o di diffusione:  $MFP > d$

Per l'Ar in camera con  $d = 10$  cm:

$p = 1$  mbar,  $MFP = 4,5 \cdot 10^{-3}$  cm: flusso viscoso

$p = 10^{-3}$  mbar,  $MFP = 4,5$  cm: flusso di transizione

$p = 10^{-4}$  mbar,  $MFP = 45$  cm: flusso molecolare

### Classificazione del vuoto

- ✚ Pressione ridotta  $> 10^2$  Torr, per operazioni che non richiedono grandi portate, né velocità di evacuazione, né un grado di vuoto controllato;
- ✚ Basso vuoto (LV, low vacuum), vuoto industriale o grossolano da  $10^2$  a  $10$  Torr;
- ✚ Medio vuoto (IV intermediate vacuum) (vuoto moderato o intermedio) da  $10$  a  $10^{-1}$  Torr;
- ✚ Vuoto fine (FV, fine vacuum) da  $10^{-1}$  a  $10^{-4}$  torr; Alto vuoto (HV, high vacuum) o vuoto spinto da  $10^{-4}$  a  $10^{-8}$  Torr;
- ✚ Altissimo vuoto, Ultra vuoto, Ultra alto vuoto (UHV, ultra high vacuum) o vuoto ultra spinto da  $10^{-8}$  a  $10^{-12}$  Torr.

### Grado di vuoto massimo ottenibile in alcuni tipi di pompe

DESCRIZIONE POMPA DA VUOTO	P (Torr)
Pompe a getto d'acqua	~720
Pompa a ricircolo d'acqua	~35
Pompa a getto d'aria compressa	>75
Pompa ad anello liquido	~30
Pompa a diaframma	$10^{-1}$
Pompa a scroll	$10^{-2}$
Pompa rotativa ad olio monostadio	$10^{-2}$
Pompa rotativa ad olio a doppio stadio	$10^{-3}$
Pompa rotativa a doppio stadio zavorrata	$10^{-4}$
Pompa di Roots a secco (zavorrata)	$10^{-4}$
Pompa booster a vapore	$10^{-4}$ - $10^{-5}$
Pompa turbomolecolare	$10^{-8}$ - $10^{-10}$
Pompa a diffusione senza trappola di N <sub>2</sub> liquido	$10^{-9}$
Pompa a diffusione con trappola di N <sub>2</sub> liquido	$10^{-10}$
Pompa criogenica o criopompa	$10^{-9}$
Pompa ionica	$10^{-11}$
Pompa a sublimazione di titanio	$10^{-12}$

## CAPITOLO II – PRINCIPIO DI FUNZIONAMENTO

Esistono diversi tipi di pompe di vuoto che coprono differenti intervalli di pressione. Ogni tipo di pompa è caratterizzato dal valore della portata volumetrica  $S$  (indicata anche con il nome di velocità di pompaggio) e mediante il valore della minima pressione raggiunta (pressione limite). La velocità di pompaggio dipende dalla pressione all'ingresso della pompa e presenta sempre un andamento decrescente al diminuire della pressione di lavoro. In alcuni casi si ha una diminuzione della velocità di pompaggio a pressioni elevate. La pressione limite è misurata nel punto d'ingresso della pompa. Poiché la pressione tenderà a diminuire progressivamente nel tempo, in quanto si ridurrà il flusso dei gas provenienti dal degasaggio delle pareti del recipiente a vuoto, si assume come valore della pressione limite quello misurato quando ogni ulteriore riduzione di pressione nel tempo risulta trascurabile.

Vogliamo sottolineare che la pressione finale  $p_f$  di un impianto a vuoto non coincide con la pressione limite della pompa  $p_l$ . La portata  $Q$  di un sistema a vuoto e la conduttanza dei tubi che connettono il sistema alla pompa a vuoto influenzano la pressione limite nel sistema secondo la relazione

$$Q = C(p_l - p_f)$$

La misura della pressione limite di una pompa, che è ottenuta mettendo in comunicazione diretta un piccolo volume con la bocca della pompa, non presenta particolari problemi. Al contrario la misura della velocità di pompaggio risulta più complessa e può essere influenzata da perdite nell'impianto a vuoto e/o dal processo di degasaggio.

La misura della velocità di pompaggio alle diverse pressioni è effettuata misurando il tempo di evacuazione di un recipiente di volume  $V$  noto e le pressioni iniziale e finale. Infatti, nell'ipotesi che il processo d'evacuazione è isoterma (ipotesi ragionevole dato che la massa dei gas è in genere piccola rispetto alla massa del recipiente e della pompa e gli scambi termici sono abbastanza rapidi), si può scrivere:

$$pV = \text{costante}$$

Questa equazione, derivata rispetto al tempo, porta alla seguente relazione

$$V (dp/dt) + p (dV/dt) = 0$$

che può essere riscritta nella forma:

$$-(V/p) dp = S dt$$

essendo per definizione  $S = dV/dt$  la velocità di pompaggio della pompa.

Integrando l'equazione differenziale sopra scritta su un intervallo di tempo ( $t_2 - t_1$ ), sufficientemente breve in modo da poter considerare  $S$  costante, si ottiene:

$$-V \int_{p_1}^{p_2} \frac{dp}{p} = \int_{t_1}^{t_2} S dt$$

che, nell'ipotesi  $S = \text{costante}$ , porta al risultato:

$$S = \{V/(t_2 - t_1)\} \ln (p_1/p_2)$$

Effettuando la misura della pressione per una serie di intervalli di tempo consecutivi, si può ricavare l'andamento della velocità di pompaggio in funzione della pressione. Quando la pressione del recipiente si avvicina alla pressione ultima, la misura di  $S$  con questo metodo può essere falsata dalla presenza di perdite nel sistema e dal degasaggio delle pareti.

Nel caso in cui nell'impianto vi sia una perdita con portata costante  $Q_f$ , si ha che il prodotto  $pV$  non è più costante. Quindi scriveremo che

$$d(pV) = Q_f = \text{costante}$$

L'equazione assume la forma:

$$-V (dp/dt) + Q_f = S p$$

La soluzione di tale equazione è data da:

$$S = \{V/(t_2 - t_1)\} \ln \{(p_1 - Q_f/S)/(p_2 - Q_f/S)\}$$

Per determinare la velocità di pompaggio è quindi necessario misurare anche la portata  $Q_f$  della perdita. Questa misura è ottenuta isolando il recipiente a vuoto dalla pompa, dopo averlo evacuato, e misurando la variazione della pressione nel tempo.

Nell'ipotesi che il processo di degasaggio sia trascurabile, dalla equazione precedente, avendo posto uguale a zero la portata della pompa, si ricava:

$$p(t) = (Q_f/V) t$$

da cui si ottiene il valore di  $Q_f$ .

Le equazioni precedenti permettono di ricavare, se si conosce la velocità di pompaggio  $S$  della pompa, il tempo necessario per raggiungere la pressione di lavoro dell'impianto a vuoto.

## 2.1 pompa meccanica a singolo stadio

Tra i vari tipi di pompe meccaniche che producono il vuoto primario (basso e medio vuoto) noi ci soffermeremo su due tipi di pompe rotative comunemente usate: le pompe a palette e le pompe a pistone rotante.

Iniziamo col discutere il principio di funzionamento delle rotative a palette.

La parte funzionale di una pompa a vano è composta da:

- ❖ uno statore cavo cilindrico adattato con una valvola di entrata e di scarico;
- ❖ un rotore orizzontale allo statore (e in centro) per permettere il pompaggio;
- ❖ due vani scorrevoli nel rotore, forzati contro lo statore dalla forza centrifuga e da molle.

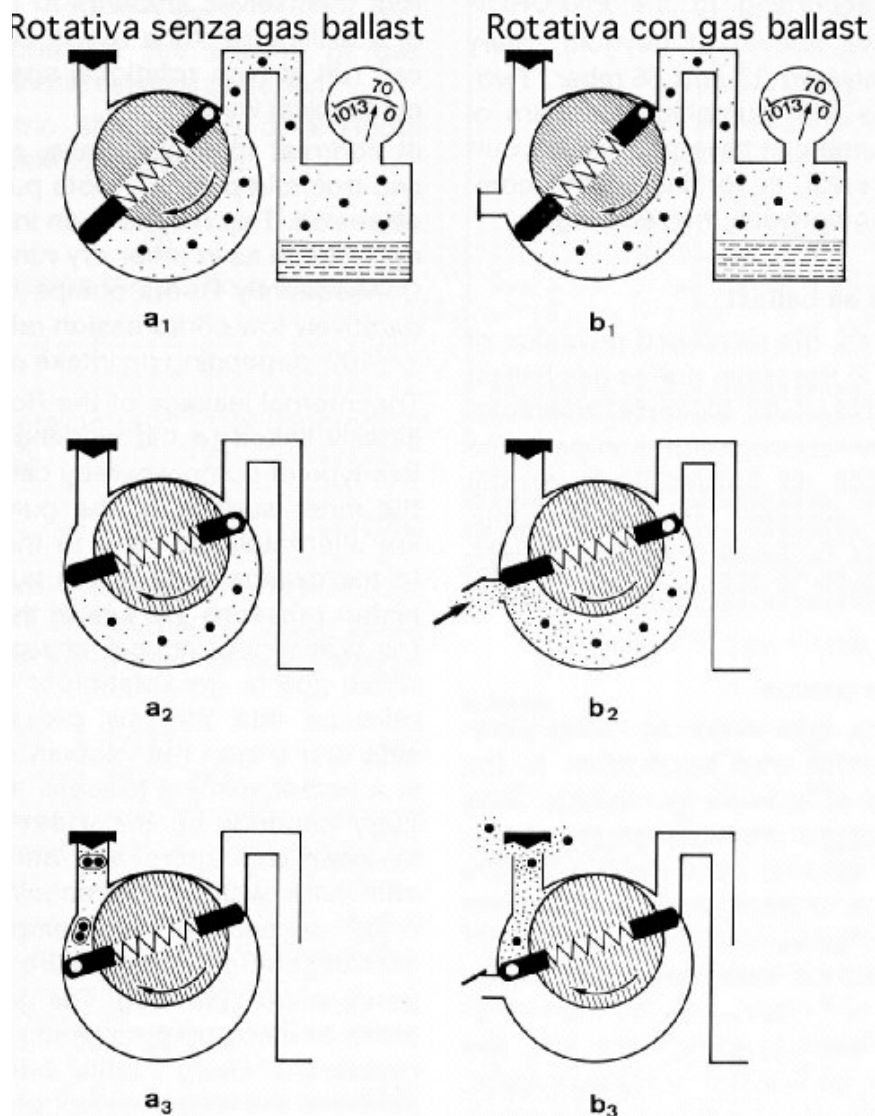
Nella figura che segue, sul suo lato sinistro, sono riportate le varie fasi di funzionamento di una pompa a palette.

Il corpo centrale di una pompa rotativa a palette è costituito da una cavità cilindrica entro la quale ruota, attorno ad un asse traslato rispetto all'asse della cavità (eccentrico), un rotore che ha una scanalatura lungo una direzione diametrale. In essa vi sono alloggiati due palette che aderiscono alla parete della cavità cilindrica in virtù dell'azione della molla compressa tra le due palette.

Il ciclo della pompa è il seguente:

- INTAKE (a1): quando il vano passa di fronte all'orifizio dell'entrata si forma uno spazio crescente in cui si espande il gas evacuato dalla camera. Quando passa il secondo vano, lo spazio si chiude.
- TRANSFER (a2): il gas intrappolato nello spazio tra i due vani è trasferito nell'orifizio dell'esausto quando torna il rotore.
- COMPRESSION. lo spazio comunica con l'esausto, che è adattato con una valvola: il gas è compresso finché il gas esce.
- EXHAUST (a3): il gas è espulso nel serbatoio dell'olio quando la pressione è sufficiente per aprire la valvola.





In generale nelle pompe meccaniche, la lubrificazione delle parti in moto e la tenuta da vuoto del sistema sono assicurate da oli speciali (a bassa tensione di vapore).

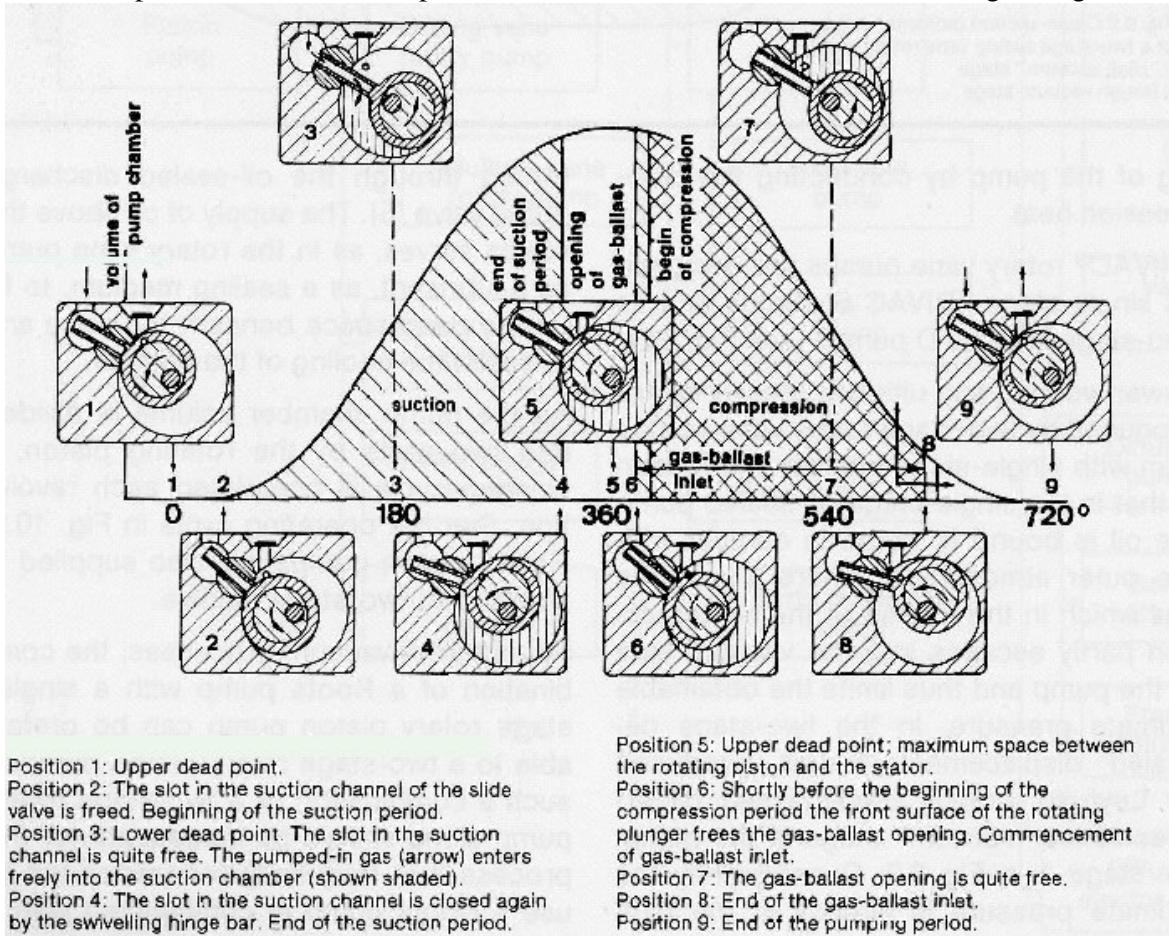
La pressione di scarico dei gas compressi deve essere più elevata della pressione atmosferica, per cui sono necessari rapporti di compressione molto grandi (dell'ordine di  $10^5$ ) per ottenere una pressione finale di 1 Pa all'ingresso della pompa. La pressione finale delle pompe rotative (ad un singolo stadio) ricade tipicamente nell'intervallo che si estende da 1 Pa (per le pompe di piccola portata volumetrica  $S \ll 50 \text{ m}^3/\text{h}$ ) a  $10^{-1}$  Pa (per le pompe con velocità di pompaggio più elevata).

Tale limite non è determinato dal meccanismo di pompaggio, ma è imposto dalla solubilità dei gas nell'olio lubrificante. Infatti l'olio espulso attraverso la valvola di scarico è saturo dei gas o vapori che si sono in esso disciolti durante la fase di compressione, ritorna nel serbatoio dell'olio e successivamente è immesso di nuovo nella cavità cilindrica. Lì rilascia parte dei gas o vapori disciolti nell'olio ed in questo processo si possono determinare le condizioni per un sensibile peggioramento delle prestazioni della pompa.

In particolare, quando i gas aspirati sono in prevalenza vapori che si condensano nella fase di compressione (ad esempio vapori di acqua), per evitare il verificarsi di questa circostanza si ricorre ad un particolare accorgimento: zavorrare la pompa con l'aria dell'ambiente (apertura del *gas ballast*). Questo è possibile perché la pompa rotativa presenta un'entrata supplementare posta in comunicazione con l'ambiente: in pratica vi è una valvola manuale *V* ad apertura regolabile

dall'operatore. Durante la rotazione del pistone, quando il recipiente da evacuare è isolato dal vano d'aspirazione e di compressione della pompa, si apre la valvola *V* ed il vano si riempie d'aria addizionale (la zavorra). In questo modo la pressione di scarico viene raggiunta molto prima che possa aver luogo la condensazione dei vapori e quindi la pompa espelle contemporaneamente i gas ed i vapori. Occorre però notare che in condizioni di *gas ballast* aperto la pompa perde d'efficienza. Il funzionamento della pompa dotata di *gas ballast* è riportato sul lato sinistro della figura.

Per avere pompe meccaniche con velocità di pompaggio ancora più elevata in questi intervalli di pressione, è stato concepito un secondo metodo che illustriamo nella figura seguente.



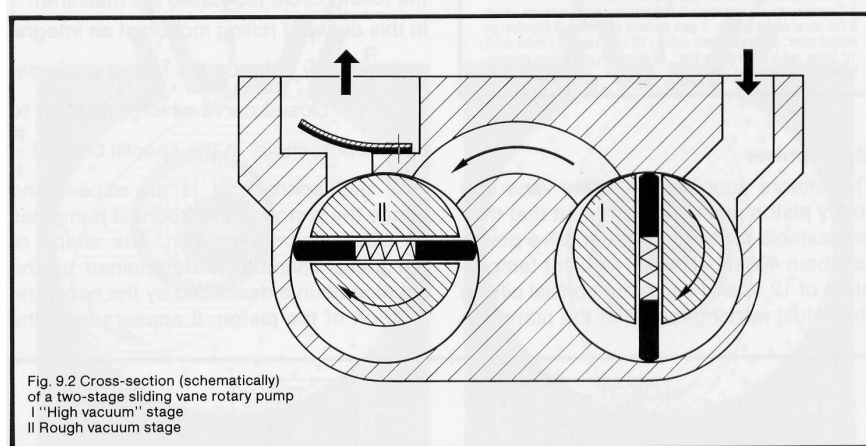
Questa pompa è denominata a pistone rotante; in essa l'albero di rotazione del rotore è coassiale rispetto alla cavità cilindrica mentre il corpo del rotore (camma) è eccentrico rispetto all'albero.

- (1) Un pistone cavo trascinato dalla camma eccentrica pone in comunicazione il recipiente da evacuare con la cavità cilindrica.
- (2) La camma nella sua rotazione fa sì che il pistone scorra con moto alternativo nella guida (oscillante nella sua sede) e metta alternativamente la camera di compressione in comunicazione con il recipiente da evacuare oppure la isoli.
- (3) Il rotore durante il suo moto comprime i gas fino ad espellerli nell'atmosfera attraverso la valvola di scarico.

Notiamo infine che le pompe a pistone rotante per le loro caratteristiche costruttive sono più adatte delle pompe a palette per le grandi portate volumiche ( $S = 50 - 500 \text{ m}^3/\text{h}$ ).

## 2.2 pompa rotativa a due stadi

Per diminuire la pressione limite e aumentare la velocità di pompaggio, due stadi sono connessi assieme. Il secondo è simile al primo sia strutturalmente che operativamente. I gas trasportati dal primo (bassa pressione) stage sono trasferiti al secondo (alta pressione) e scaricati attraverso la valvola di scarico ad alta pressione. Riportiamo qui uno schema semplificato di tali pompe.



## 2.3 Olio

L'olio ha diverse importanti funzioni nella pompa:

- ✚ lubrifica le componenti meccaniche (condotti, valvole di sfiato, rotore, vani, ecc.);
- ✚ fa in modo che le parti si muovano relativamente lentamente limitando l'attrito;
- ✚ porta via il calore prodotto dai gas compressi.

## Tipi d'olio usati in pompe meccaniche

COMP. CHIMICA	NOME COMMERCIALE	VUOTO MASSIMO (Torr)	PROPRIETÀ
Idrocarburi sintetici	Neovac Sy	$10^{-8}$ $10^{-11}$	senza trappola con trappola
Silicone	Dow Corning 702	$10^{-6}$	
Silicone singolo componente	Dow Corning 704	$10^{-8}$	
Silicone ad alta purezza	Dow Corning 705	$10^{-9}$ - $10^{-10}$ $10^{-11}$	senza trappola con trappola
Polifenilietere a 5 anelli	Santovac 5	$10^{-10}$	senza trappola (per UHV bassissima volatilità minimo rischio di controdiffusione)

## 2.4 lubrificazione

Quando lavora, la pompa ad olio porta olio freddo dall'alto al serbatoio dello stesso (olio raffreddato dalla ventola). L'olio è spinto contro il sistema a.s.b. sotto la pressione dell'olio della pompa esausto, la membrana si apre permettendo il flusso nel modulo attraverso il canale di iniezione. Mentre la pompa lavora, il degasaggio del tubo dell'olio di iniezione è fatto dal jet di scarico.

## 2.5 Antisuckback

Quando la pompa si ferma (spegnimento repentino involontario) il sistema a.s.b. non permette dispersione d'aria o d'olio dentro il modulo o nella camera da vuoto. L'integrità del vuoto è garantita da:

- ✦ qualità dell'assemblamento delle superfici tra gli elementi funzionali;
- ✦ le valvole di exhaust nell'orifizio exhaust
- ✦ la valvola a molla chiude automaticamente il canale di iniezione dell'olio nella pompa. Il concetto è:

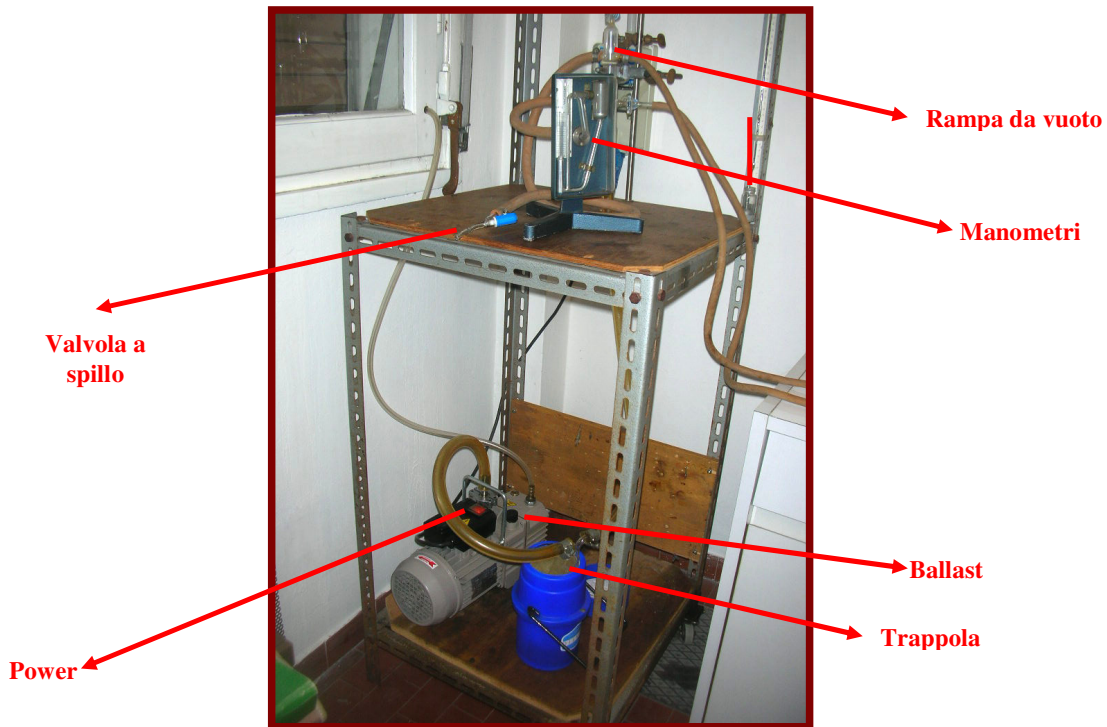
quando la pompa si ferma, la pressione dell'olio della pompa esaurito diminuisce. La membrana si rimette a posto, spinta dalla sua molla, chiudendo il canale di iniezione dell'olio.

## 2.6 Descrizione pompa meccanica del nostro laboratorio

In particolare ci occuperemo delle pompa meccanica ad olio rotativa a palette:

come accennato le pompe meccaniche "oil-sealed" sono usate in ogni applicazione di tecnologia del vuoto (laboratori, industria, etc.).

Possono essere usate da sole per ottenere un vuoto medio ( $10^{-3}$  mbar) o in assemblati come nelle pompe turbomolecolari.



Hanno generalmente le seguenti caratteristiche:

- ✦ trasmissione diretta di alta velocità rotazionale che le rende compatte e facili da incorporare in altri sistemi;
- ✦ sono equipaggiate con sistemi "anti-noise";
- ✦ un sistema di sicurezza "anti-suckback" assicura che la pompa manterrà il vuoto se spenta deliberatamente o accidentalmente;



- ✚ la pompa ad olio fornisce una lubrificazione forzata, consentendo di operare a tutte le pressioni;
- ✚ un ballast a alto flusso di gas permette di pompare vapori condensabili;
- ✚ un oblò di vetro nel serbatoio dell'olio mostra il livello;
- ✚ le parti principali sono intercambiabili, facilmente smontabili e riasssemblabili, e sostituibili (in caso di difetti o usura) senza alterare le specifiche della pompa.

Queste pompe sono disegnate per pompare gas neutri o poco corrosivi. Vari accessori permettono comunque di adattare lo strumento alle condizioni di pompaggio.

### caratteristiche e performance (tipo di vuoto)

SPECIFICATIONS Two-Stage Vacuum Pumps	
Welch Model	<b>8920</b>
<b>Free Air Displacement</b>	
CFM (L/min) @ 60Hz	7.7(218)
(L/min) m <sup>3</sup> /h@ 50Hz	(181)10.8
<b>Ultimate Pressure Torr<sup>1</sup>(mbar)</b>	3x10 <sup>-4</sup> (4x10 <sup>-4</sup> )
<b>Sound Level, dBA</b>	54
<b>Motor/Pump Speed (60 Hz)</b>	1725
<b>Motor/Pump Speed (50 Hz)</b>	1425
<b>Motor Horsepower</b>	1/2
<b>Oil Capacity, qt. (liters)</b>	1.4(1.3)
<b>Tubing Needed, I.D. in.<sup>2</sup></b>	13/16
<b>Intake Connection<sup>2</sup></b>	NW25
<b>Exhaust Connection<sup>3</sup></b>	Threaded 1-20
<b>Weight, Lbs (Kg)</b>	58.5(26.6)
<b>Overall Dimensions</b>	
L in. (cm)	20.5(52.1)
W in. (cm)	7.1(17.9)
H in. (cm)	10.7(27.2)
<b>Ship Weight, Lbs (Kg)</b>	68(30.8)
<b>Shipping Carton Dimensions</b>	29 x 11.5 x 15.5
L x W x H in. (cm)	(73.7 x 29.2 x 39.4)
<b>ORDERING INFORMATION<sup>4</sup></b>	
<b>115V, 60Hz, 1 Ph N. Amer. Plug</b>	8920A <sup>5</sup>
<b>230V, 60Hz, 1 Ph N. Amer. Plug</b>	8920C-01
<b>230V, 50Hz, 1 Ph Cont. Euro. Pg</b>	8920C-02 <sup>6</sup>
<b>3 Phase Options</b>	

## 2.7 Gas-ballast

Quando i vapori condensabili sono pompato nella fase di “compressione”, il gas è compresso sopra la sua pressione di saturazione e può condensare, compromettendo l’efficienza della pompa.

Il bottone di controllo del gas-ballast permette di introdurre una quantità d’aria nel secondo stage della pompa durante la fase di compressione per ridurre la pressione parziale del gas pompato al di sotto della pressione di vapore e quindi previene la condensazione. Alla fine della compressione la pressione nella camera di scarico è maggiore di quella atmosferica. Il sistema a.s.b. (palla e molla) evita che l’olio e il gas siano dispersi nell’ambiente.

La pressione di vapore saturo di un corpo è maggiore quando esso è freddo quindi è necessario aspettare fino che la pompa raggiunge la sua temperatura operativa prima di pompare vapori condensabili. Usare il gas ballast aumenta l’ultima pressione della pompa così come la sua temperatura d’esercizio.

## 2.8 Trappola



- ✚ Consente di raccogliere grosse quantità di solvente e quindi di prolungare l’efficienza della pompa.
- ✚ E’ tipicamente inserita in un Dewar contenente ghiaccio secco, azoto liquido o comunque un efficace liquido refrigerante.

## 2.9 manometri

I manometri sono essenziali nel verificare l’efficacia della pompa e il buon utilizzo della stessa (ad. es. perdite dovute a scarso ingrassaggio dei giunti in apparecchi di distillazione).

Nella pompa meccanica descritta ve ne sono due:

- Manometro differenziale (A) che misura la pressione del sistema collegato attraverso la differenza del livello del mercurio in un tubo ad U;
- Manometro a colonna (B) che misura la pressione per ascesa capillare del mercurio.





(A)



(B)

## CAPITOLO III – MODALITA' D'USO E MANUTENZIONE

### 3.1 Temperatura

- ✚ quando si inizia: prima di accendere il motore essere sicuri che la temperatura dell'olio sia sopra i 15°C ( e ovviamente che il livello dell'olio non sia sotto il livello di guardia e che sia abbastanza limpido);
- ✚ la temperatura dell'ambiente in cui si opera deve essere fra i 10 e i 40 °C.

In queste condizioni, la temperatura della pompa (alla superficie frontale del serbatoio) deve essere fra i 60 e gli 80 °C) dipendentemente dal condizioni operative.

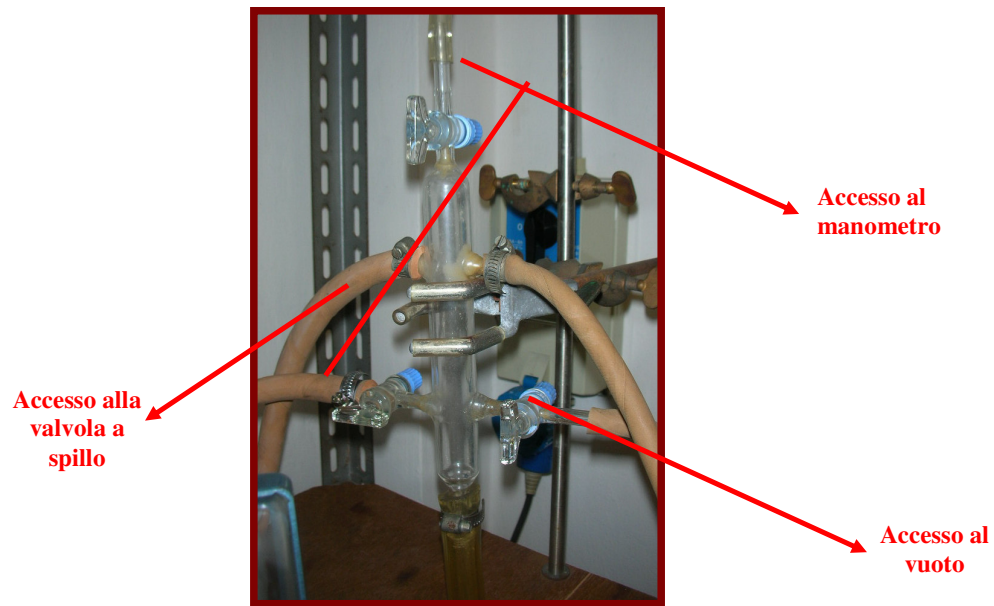
### 3.2 Trappola

Prima di accendere il motore assicurarsi che la trappola sia pulita e mantenere un buon livello di azoto liquido (o alcol o ghiaccio) nel dewar.

### 3.3 Accesso al vuoto

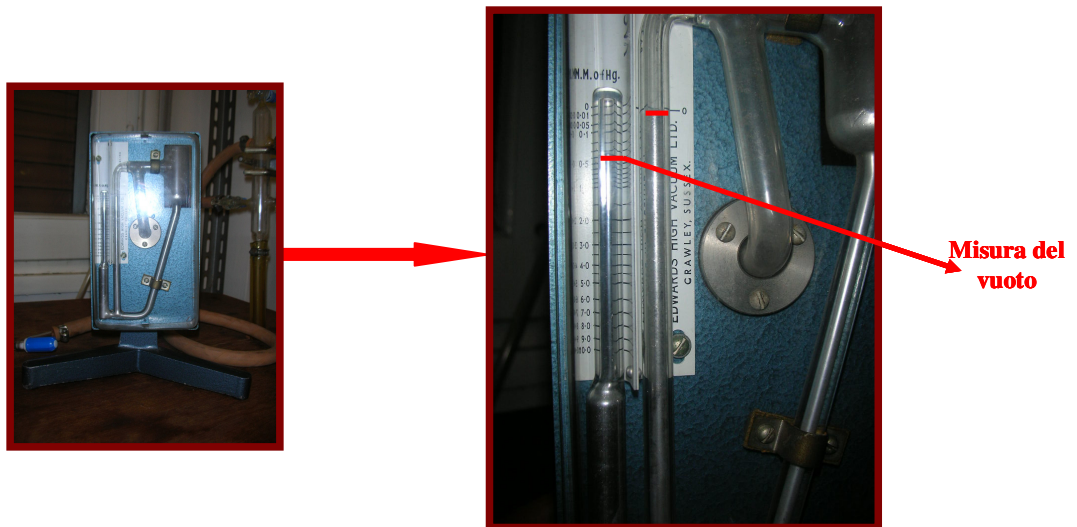
Prima di azionare il motore assicurarsi che tutte le vie di accesso al vuoto siano aperte (pressione atmosferica) per evitare repentini sbalzi di pressione. Nel chiudere la pompa sfiatare prima (controllare attraverso la colonna di mercurio) per poter agevolmente prelevare il proprio prodotto ed evitare sbalzi alla pompa.

NEL TEMPO I RUBINETTI POTREBBERO INGRIPPARSI PERCHE' POCO INGRASSATI, QUINDI STARE ATTENTI CHE ESSI RUOTINO AGEVOLMENTE ED EVENTUALMENTE RE-INGRASSARLI CON GRASSO SILICONICO.



### Regolazione del vuoto

Dopo aver attaccato la pompa da vuoto per regolare il vuoto ci si aiuta con una valvola a spillo e, posizionato il manometro differenziale in posizione verticale, si misura il vuoto ottenuto.

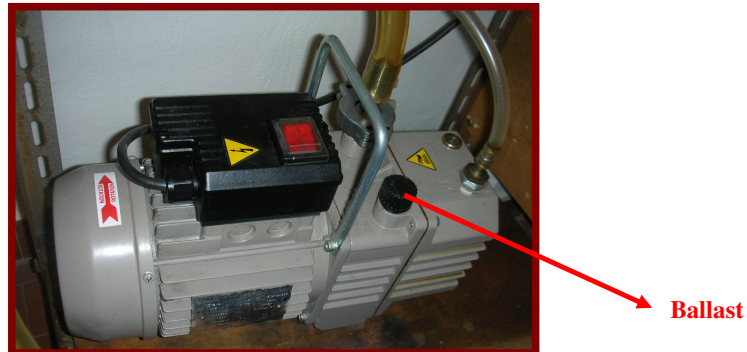


**N.B.** Quando, dopo aver misurato il vuoto, si ha necessità di diminuire ulteriormente la pressione, aver cura di riposizionare il manometro differenziale in posizione orizzontale, onde evitare dispersione di mercurio!!!!

### 3.4 gas ballast (manutenzione)

Il principio del gas ballast è stato già descritto. Quando la pompa è nuova o non ha lavorato per un lungo periodo, i vapori condensabili possono essere entrati nella pompa. Queste sostanze si mescolano con l'olio e diminuiscono l'efficienza della pompa. Per rigenerare l'olio, far partire la

pompa con l'inlet bloccato ad alta pressione; accertarsi che la pompa parta quando l'olio è particolarmente contaminato o scuro. Quando la pompa è calda operare con il gas ballast molto aperto per un periodo da mezz'ora ad un'ora (dipendentemente dal grado di inquinamento); questo elimina i prodotti condensabili. Poi richiudere il gas-ballast per raggiungere l'alto vuoto.



### 3.4 cambio dell'olio (manutenzione)

Quando l'operazione precedente non è sufficiente e si notano anomale diminuzioni nell'efficienza della pompa bisogna cambiare l'olio, svuotando completamente il serbatoio, ripulirlo accuratamente magari aggiungendo poco olio nuovo e buttandolo, e quindi riempire di nuovo il serbatoio fino al livello descritto in figura.



Si affrontano due casi:

- ✚ quando il nuovo olio è compatibile (ossia un olio minerale è sostituito con un altro dello stesso tipo), si lava semplicemente il serbatoio solo con il nuovo olio e poi si riempie;
- ✚ quando l'olio è incompatibile (oli sintetici o simili): solitamente gli oli sintetici sono molto costosi e quindi poco pratici. Nel caso si utilizzino allora bisogna accuratamente lavare il serbatoio, asciugarlo completamente e poi riempirlo per evitare miscele torbide in quest'ultimo che potrebbero essere interpretate come segno di contaminazione o malfunzionamento.