

# VÁKUOVÉ TECHNOLÓGIE V CHÉMII

**Ján Cvengroš**  
**Katedra fyzikálnej chémie,**  
**Chemickotechnologická fakulta STU,**  
**Radlinského 9, 812 37 Bratislava 1,**  
**e-mail: cvengros chtf.stuba.sk**

## Abstrakt

V práci sú diskutované osobitosti vákuových technológií v oblasti chémie. Kontinuálny vstup, resp. vývoj prachavých zložiek vyvoláva kondenzáciu týchto zložiek vo vákuových zdrojoch a znehodnocuje ich náplň. Z ekonomických a ekologických dôvodov sa preto presadzujú vývevy bez náplne (suchobežné), alebo vývevy schopné prečerpávať pary bez ich kondenzácie. Pre pokrytie širokého rozsahu tlakov od  $10^{-3}$  až  $10^1$  kPa a čerpacích rýchlosí od  $10^1$  až  $10^3$   $\text{m}^3 \text{h}^{-1}$  sa uplatňujú sústavy týchto vývev, obvykle kombinované s kondenzátormi v medzistupňoch, kedy pri vhodných teplotných a tlakových podmienkach prachavé zložky kondenzujú na kvapalný kondenzát.

**Kľúčové slová:** vákuum, výveva, suchá výveva, kondenzátor, sústava vývev

## Abstract

The feature of vacuum technologies in the area of chemistry is discussed in the paper. Continuous inlet or generation of volatile compounds causes the condensation of these components in vacuum sources and depreciates their working fluids. From both ecological and economical reasons, the pumps without working fluids (dry pumps) or the pumps with ability to pump the vapours without their condensation, are applied. The pumping units of these pumps in wide range of pressures from  $10^{-3}$  to  $10^1$  kPa and pumping speeds from  $10^1$  to  $10^3$   $\text{m}^3 \text{h}^{-1}$  are used, usually in combination with condensers between stages where at suitable temperature and pressure conditions the volatile components condense as a liquid phase.

## Úvod

Vákuové technológie v oblasti chémie majú niekoľko špecifických črt. Pomerne často sa využívajú pri tepelných separačných procesoch, ako je odparovanie, destilácia, odplyňovanie, sušenie, kryštalizácia a pod., alebo mechanických, ako je filtrace, pneumatická doprava a iné. Pri chemických reakciách, kedy sa využívajú naopak zvýšené tlaky, sa vákuové technológie uplatňujú menej (polyesterifikácia, neutralizácia a pod.). Spravidla sa využadujú vysoké čerpacie rýchlosí  $10^1$  -  $10^3$   $\text{m}^3 \text{h}^{-1}$  v rozmedzí tlakov 0,1 – 10 kPa (hrubé a jemné vákuum), v niektorých špeciálnych prípadoch (molekulová destilácia) aj nižšie – 0,1 až 100 Pa. Bežnými zdrojmi vákuu v prevádzkovom meradle sú stále paroprudové vývevy, vodokružné vývevy a olejové rotačné vývevy.

Na rozdiel od evakuácie čistých suchých prostredí napr. v elektrotechnike (tzv. „suché“ vákuum), vákuový proces v chémii sa vyznačuje kontinuálnym vstupom, resp. vývojom ľahkoprachavých (nízkovŕuchich) zložiek ako je voda, organické rozpúšťadlá a pod., ktoré pri daných tlakových pomeroch obvykle nie sú schopné kondenzácie na chladených povrchoch v zariadení, prechádzajú do vákuových zdrojov a tu kondenzujú (tzv. „mokré“ vákuum). Korozivita kondenzátu je obvykle vyššia ako u permanentných plynov. Tradičné vákuové systémy používajú tesniace kvapaliny a pracovné médiá, ktoré sa takto počas prevádzky znečisťujú, znehodnocujú a ich likvidácia je ekonomicky náročná. Kontinuálne kontaminované pracovné médiá výves nedovoľujú dlhodobú produkciu požadovaného nízkeho tlaku, čo väzne narúša technologický postup. Náhradné riešenia obvykle so zdvojenými vákuovými okruhmi a s regeneráciou nepracujúceho okruhu predstavujú značné ekonomicke zaťaženie prevádzky. Cena minerálnych olejov pre rotačné vývevy stále stúpa. Navyše v poslednom čase sa stáva ochrana životného prostredia určujúcim faktorom pri aplikácii vákuovej technológie a pri volbe optimálneho vákuového zdroja. Pracovný tlak je pri bežne používaných typoch vývev obmedzený a často nie je možné zabezpečiť optimálne tlakové pomery.

Všetky tieto dôvody vedú k čoraz širšiemu zavádzaniu a využívaniu suchobežných vývev [1], ktoré pracujú bez kvapalinovej náplne, alebo k využívaniu vhodne zostavených viacstupňových vývevových systémov, kde v medzistupňových kondenzátoroch pri vhodných tlakových podmienkach prachavé zložky kondenzujú na kvapalný kondenzát.

Podobný proces náhrady vákuových zdrojov prebieha v poslednom desaťročí aj v polovodičovom priemysle, aj keď z iných dôvodov (kontaminácia evakuovaného systému parmi médií vývev spätnou difúziou). Tým sa však vývoj a aplikácia suchobežných vývev mimořadne urýchli.

## Teoretické základy použitia vákuua v chemickej technológií

Tepelné separačné procesy pri zníženom tlaku využívajú tri efekty:

1. Závislosť tlaku nasýtených pár látky od teploty popisuje Clausiusova – Clapeyronova rovnica

$$\ln p = \frac{-\Delta_{vyp} H_i^0}{RT} + konst$$

kde  $p$  je tlak nasýtenej pary kvapaliny pri teplote  $T$ . Tento tlak je pri teplote varu kvapaliny totožný s vonkajším tlakom. Ak sa vonkajší tlak nad hladinou zníži, kvapalina bude vrieť pri teplote nižšej ako je jej normálny bod varu pri atmosférickom tlaku. Závislosť  $p = f(T)$  je exponenciálna, veľkým znížením vonkajšieho tlaku nad hladinou je možné znížiť bod varu kvapaliny až o  $200$  –  $250$  °C oproti jej bežnému bodu varu. Rýchlosť prestopu látky z kvapalnej do parnej fázy pri vare je niekoľko rádov vyššia ako pri procese bez varu. Rovnaké pomery platia aj pre sublimáciu.

Destiláciu alebo sušenie tepelné citlivých látok je takto možné pri zníženom tlaku vykonávať za šetrných podmienok pri nižších teplotách bez vystavenia spracúvanej látky účinku vysokých teplôt. Nežiaduce rozkladné alebo iné vedľajšie reakcie prebiehajú pri nižších teplotách podstatne pomalšie, závislosť rýchlosťnej konštanty od teploty je exponenciálna.

Ďalšou výhodou destilácie alebo odparovania pri zníženom tlaku a tým pri zníženej teplote je možnosť využiť lacnejšie energetické

zdroje (nízkotlaká para, horúca voda), ktorých teplotný potenciál pri odparovaní pri vyššom tlaku je nevyužiteľný. Pri nižších pracovných teplotách sú tiež nižšie tepelné straty.

## 2. Separačný faktor (relatívna prchavosť)

$$\alpha = \frac{p_A^0(T)}{p_B^0(T)}$$

je závislý od pracovného tlaku, pri nižších tlakoch má mierne vyššiu hodnotu, čím podiel prchavejšej zložky v pare je vyšší. V praxi však tento fenomén nehrá významnú úlohu s výnimkou niektorých špeciálnych prípadov (delenie azeotrópov), pretože nevyváži zhoršenie pomery pre prestop látky vo vákuovej rektifikácej kolone napríklad v dôsledku nižšej hustoty pár.

**3. Pomocou vákuu, t. j. znížením vonkajšieho tlaku je možné kvapaliny a taveniny odplynúť. Rozpustnosť plynov v kvapalinách popisuje Henryho zákon**

$$p_i = H_i x_i$$

kde  $p_i$  je parciálny tlak  $x_i$ -tého plynu nad kvapalinou,  $x_i$  je jeho mоловý zlomok v kvapaline a  $H_i$  je jeho špecifická látková konštantá. Parciálny tlak plynu možno vyjadriť podľa Daltonovho zákona

$$p_i = y_i p$$

kde  $p$  je celkový tlak nad hladinou kvapaliny a  $y_i$  je mоловý zlomok zložky v plynnej fáze. Teda

$$p = H_i x_i / y_i$$

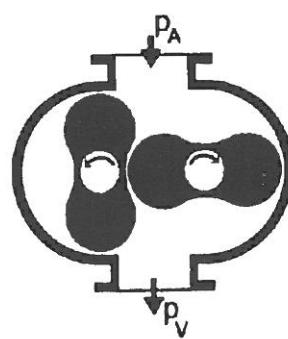
Z rovnice je zrejmé, že poklesom  $p$  sa úmerne zníži aj  $x_i$ , pretože  $y_i$  ostáva konštantné.

## Typy výhodných vývev

### Rootsova výveva

Princíp práce Rootsovej vývevy je zrejmý zo schémy na obr. 1. V pracovnej komore vývevy rotujú proti sebe dva rotory, ktoré navzájom a tiež proti komore nie sú tesnené pri rozmere štrubiny asi 0,2 mm. V pracovnom priestore sa nenachádza nijaká uzáverová resp. tesniaca kvapalina, ktorá by sa počas pre-vádzky znehodnocovala. Vo výveve nie sú trecie plochy, nedochádza k oteru a obrusovaniu. Sanie a výtlak vývevy sú orientované zhora nadol, čím výveva nie je citlivá na kondenzát a drobné tuhé nečistoty. Ložiskový priestor je oddelený od pracovného a je mazaný samostatne. Rotujúce časti sú vyvážené, s čím súvisí kludný chod. Výveva vyžaduje minimálnu údržbu a jej prevádzka je energeticky nenáročná. Pracovná teplota vývevy je asi 130 °C.

Rootsova výveva sa obvykle využíva v kombinácii s vhodnou predvývevou a parametre zostavy závisia od čerpacej rýchlosťi predvývevy, od pracovného tlaku, od tlakového gradientu a od kompresného pomeru Rootsovej vývevy, ktorý je daný jej konštrukciou. Hodnoty

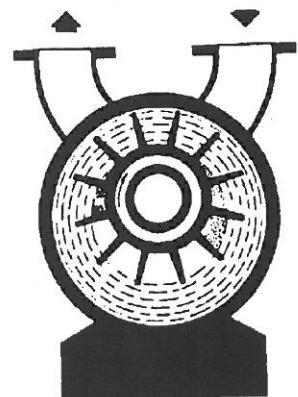


Obr. 1: Schéma Rootsovej vývevy

kompresného pomeru sa pohybujú podľa tlaku a typu vývevy medzi 40 – 60 pri tlaku okolo 100 Pa a minimálne okolo 10 – 15 pri tlaku 1 Pa a 10 kPa [2]. So špeciálnou konštrukčnou úpravou môže Rootsova výveva čerpať aj proti atmosférickému tlaku, vtedy jej kompresný pomer je asi 4. Rootsove vývevy sa konštruuju s čerpacou rýchlosťou 200 – 30000 m³ h⁻¹, ich výkon možno regulať frekvenčiou rotorov.

### Kvapalinokružná výveva

Kvapalinokružná výveva je viackomorová výveva s excentricky uloženým lopatkovým rotorom, pri ktorom sa medzera medzi rotorom a komorou tesní kvapalinovým prstencom (obr. 2). V dôsledku centricky bežiaceho prstanca mení sa veľkosť priestoru v komorách v smere otáčania, čím sa plyny a pary prepravujú vývevou cez sacie a výtlacné štrubiny. Výveva nemá ventily, môže pracovať pri atmosférickom tlaku, nemá trecie plochy a nie je citlivá na tuhé častice a kondenzát. Má prakticky neobmedzenú znášanливosť voči parám a vysokú spoľahlivosť s nízkymi nárokmi na údržbu.



Obr. 2: Schéma kvapalinokružnej vývevy

Medzny tlak kvapalinokružnej vývevy je určený tlakom nasýtených pár pracovnej kvapaliny, pri vode teploty 15 °C je asi 2 kPa. Kombináciou so vzdušným ejektorom je možné ho znížiť na 0,5 – 1,0 kPa, zvyši sa však príkon a zníži čerpacia rýchlosť. Ak sa ako pracovné médium použije iná máloprchavá nízkoviskózna kvapalina (viskozita 3 – 5 cSt pri pracovnej teplote vývevy), významne sa posúň hranice medzného tlaku pri zachovanej čerpacej rýchlosťi a optimálnom príkone. Je snaha prispôsobiť pracovnú kvapalinu spracúvanému produktu, prípadne tento bezprostredne použiť vo výveve. Takto možno využiť napr. etylénglykol, oktanol, transformátorový olej, esterové oleje, metylesterové oleje, metylesterové oleje a iné ekologicky únosné kvapaliny. Pracovné teploty vývev sú potom zámerne vyššie – okolo 100 °C – aby sa zachovala maximálna znášanlivosť vývevy voči čerpaným parám, ktoré prechádzajú vývevou bez kondenzácie a môžu byť zachytené v kondenzátore na výstupe vývevy. Pracovná kvapalina cirkuluje v uzavretom okruhu vývevy s chladičom, záradeným v okruhu. Nároky na chladenie média sú malé, pretože pre-vádzková teplota je pomerne vysoká.

Kvapalinokružné vývevy, stavané s čerpacou rýchlosťou 50 – 1000 m³ h⁻¹, sú zaujímavé ako predvývevy najmä v kombinácii s Rootsovými vývevami.

### Kondenzátor

Učinnou metódou zníženia počtu častíc v parnej fáze je ich kondenzácia do kvapalného, resp. tuhého skupenstva. Kondenzátor za vhodných teplotných a tlakových pomerov, ktoré umožňujú kondenzáciu vykoná, sa stáva účinnou kryovýevou, kde s malými nákladmi je možné realizovať veľké čerpacie rýchlosťi. Kondenzáciou časti prúdu zo zariadenia v predradenom kondenzátore sa zníži preprava veľkých objemov paroplynovej zmesi cez vývevu. Kondenzátor zároveň chráni suchobežnú vývevu pred veľkými množstvami kvapaliny, ktoré by ju mohli blokovať.

Pomery pre kondenzáciu paroplynovej zmesi, vstupujúcej do kondenzátora, nie sú vo vákuu všeobecne priznivé. Zmes má v dôsled-

ku nízkeho tlaku veľký objem a prúdi veľkou rýchlosťou okolo kondenzačných plôch. Prítomné permanentné plyny z netesností vytvárajú pri povrchu kondenzátora plynový závoj. Pri nízkej teplnej vodivosti kondenzátu a spravidla jeho vyššej viskozite je celkový koeficient prestupu tepla nízky,  $k \approx 400 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$  [3]. Je snaha upraviť tlakové pomery pri kondenzácii tak, aby sa nevyžadovali príliš nízke teploty kondenzátora, ktoré sú ekonomicky náročné. Znamená to prepraviť pary sústavou vývev s maximálnou znížanlivosťou bez kondenzácie a kondenzáciu vykoná pri maximálnom možnom tlaku. Kondenzátor môže byť umiestnený na sacom alebo výtlachom potrubí vývev.

V zmysle stavovej rovnice sa dosiahne zníženie tlaku aj jednoduchým schladením plynu.

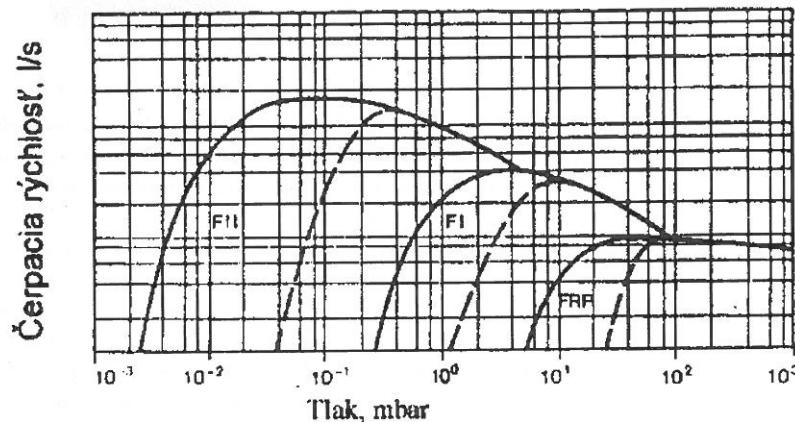
#### Sústavy vývev

Ked jednotlivé vákuové zdroje svojimi parametrami, najmä čerpacou rýchlosťou a limitným tlakom nestačia, použijú sa výhodné kom-

binácie vývev, najmä Rootsovych a kvapalinokružných s výhodnými čerpacími charakteristikami v oblasti jemného vákuu. Dôležité je zosúladenie čerpacej rýchlosťi použitých komponentov sústavy. Čerpacia charakteristika rôznych sústav na obr. 3 ukazuje na široké možnosti ich využitia [4].

#### Bezpečnosť práce

Pri čerpaní horľavých alebo explozívnych paroplynových zmesí vzniká nebezpečenstvo ich výbuchu vo výveve. Tejto problematike sa venuje európska norma EN 1012, platná v krajinách EÚ. V prípade suchobežných vývev je tento rizikový faktor zvýšený, pretože tu chýba zriedenie pracovným médiom, navyše pri suchých tesneniach vo výveve môžu sa vyvinúť vyššie teploty a môže dôjsť k samovznieteniu. Jednou z možností vyhnúť sa explózii vo výveve je používanie inertného plynu, inou sú ohňové priehradky na zabránenie šírenia sa požiaru.



Obr. 3: Čerpacia charakteristika niektorých vývevových sústav  
(1 mbar = 100 Pa)

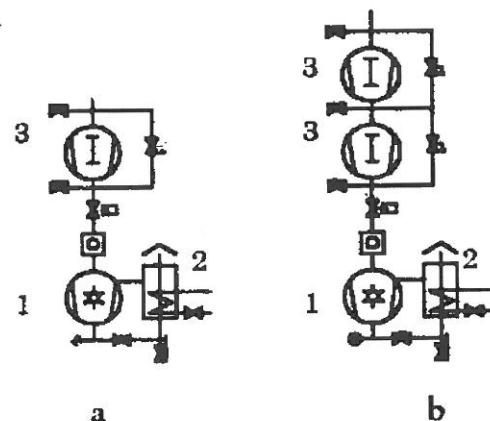
— Kvapalinokružná výveva s olejom.

..... Kvapalinokružná výveva s vodom.

FRP – kvapalinokružná výveva,

FI – zostava podľa schémy a,

FII – zostava podľa schémy b



#### Literatúra

[1] Füssel U.: Vakuum in der Praxis 1994, 6 (2), 85.

[2] Firemná literatúra fy Leybold Köln.

[3] Wutz A., Adam H., Walcher W.: Theorie und Praxis der Vakkumtechnik, 5. Auflage, Vieweg Braunschweig/Wiesbaden 1992, str. 315.

[4] Firemná literatúra fy Hedrich Ehringshausen.