

Collana "Cultura della Sicurezza"

OPERAZIONI SOTTO VUOTO

Quaderno informativo N. 11



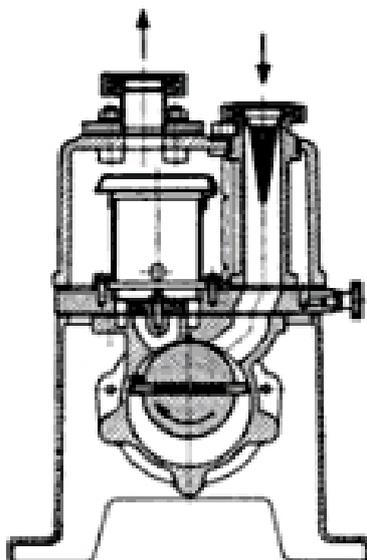
SAPIENZA
UNIVERSITÀ DI ROMA



Collana “Cultura della Sicurezza”

OPERAZIONI SOTTO VUOTO

Quaderno informativo N. 11



Edizione gennaio 2013



SOMMARIO

1. INTRODUZIONE	4
2. LE POMPE DA VUOTO	4
2.1 Le pompe rotative	4
2.2 Le pompe a diffusione	5
2.3 Le pompe turbomolecolari	6
3. DISTILLAZIONE SOTTO VUOTO	6
4. NORME GENERALI PER LE OPERAZIONI SOTTO VUOTO	7



1. INTRODUZIONE

Tra le tecniche più note per il trattamento di prodotti sensibili all'aria è la linea detta di "alto vuoto" che garantisce il favorevole trasferimento di tali sostanze, nonché la facilità di misura oltre a proteggere le stesse dal contatto con l'aria.

Possiamo dividere le sostanze aeriformi in due categorie: *vapori* (facilmente condensabili per raffreddamento) e *gas permanenti*. Il valore totale della pressione all'interno di un sistema chiuso è uguale alla somma della pressione parziale di ciascun componente (gas o vapori). Se si desidera una migrazione rapida dei vapori si deve diminuire la loro concentrazione (quindi la loro pressione parziale p_s) tramite una pompa. E' detta *pressione finale* o *pressione ultima* la pressione minima riferita ai soli gas permanenti.

I sistemi da vuoto maggiormente diffusi nei laboratori sono le pompe da vuoto e alcuni semplici sistemi di distillazione detti *distillazioni sotto vuoto*.

Altri sistemi particolari, oltre a queste norme "generali", seguono precauzioni specifiche a seconda del loro utilizzo e della lavorazione a cui partecipano (vedasi ad esempio pompe da vuoto con sostanze infiammabili allegato n.1).

2. LE POMPE DA VUOTO

La diversa tipologia di pompe da vuoto è dettata dai differenti intervalli di pressione che esse coprono. Ciò che caratterizza ciascun tipo di pompa è il valore della portata volumetrica (cioè il volume di fluido che attraversa una generica sezione nell'unità di tempo) chiamata anche *velocità di pompaggio* e il valore della pressione minima raggiunta. La portata volumetrica dipende biunivocamente dalla pressione d'ingresso della pompa. La pressione minima è misurata nel punto d'ingresso della pompa.

Per un ampio intervallo di pressioni la velocità di pompaggio può considerarsi costante, ma al decrescere del valore della pressione all'interno della camera da vuoto, la misura può risultare falsata dalla presenza di perdite di materia, comportando una rapida diminuzione della portata.

Al contempo le perdite e il degasaggio delle pareti producono ulteriore materia che deve essere asportata dalla pompa. Tutto ciò causa il vuoto limite nella camera da vuoto.

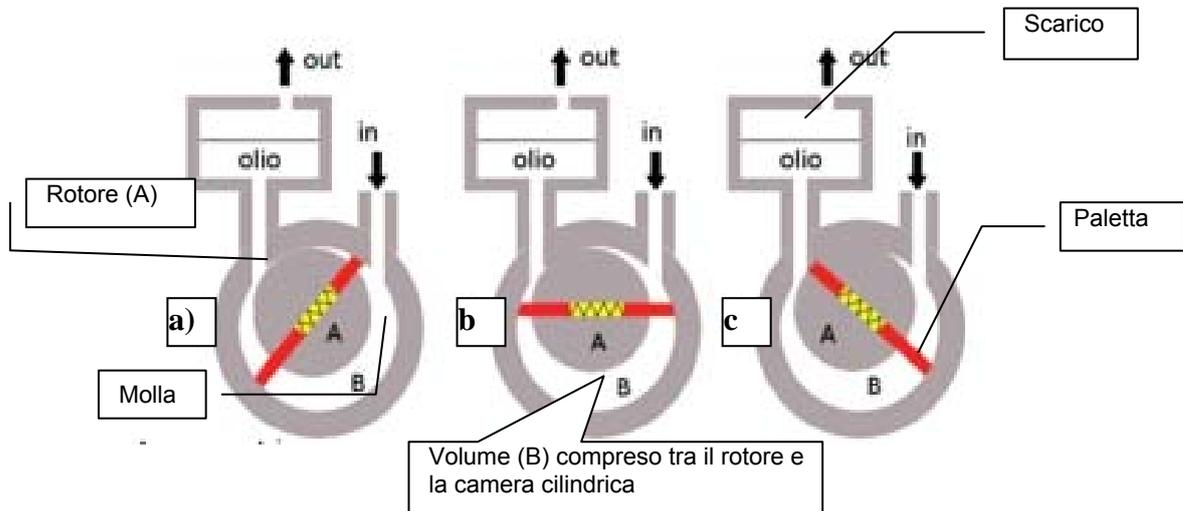
2.1 Le pompe rotative

Le pompe rotative comunemente usate sono: le pompe a palette e le pompe a pistone rotante. Il corpo centrale di una pompa rotativa a palette è una cavità cilindrica in cui ruota, attorno ad un asse eccentrico (non coincidente con l'asse della cavità cilindrica), un rotore forato diametralmente. Nel foro sono disposte due palette che aderiscono alla cavità cilindrica grazie all'azione di una molla posta tra le due palette. Tra le palette e la camera cilindrica è presente un "velo" d'olio come elemento di tenuta e anche di lubrificazione delle parti in moto.

Inizialmente il gas viene estratto dalla camera da vuoto tramite l'aspirazione, successivamente grazie all'eccentricità del rotore il volume tra rotore e camera (B) continua ad aumentare. Una volta raggiunto il volume massimo la fase di aspirazione viene interrotta



dall'altra paletta mentre il volume compreso tra il rotore in movimento e la camera cilindrica diminuisce consentendo ai gas di essere espulsi dallo scarico (fig. b e c).



Funzionamento pompa rotativa a palette

A differenza della pompa rotativa a palette, le pompe a pistone rotante possiedono l'albero di rotazione del rotore coassiale rispetto alla cavità cilindrica mentre il corpo del rotore (denominato camma) è eccentrico rispetto all'albero.

2.2 Le pompe a diffusione

La pressione di lavoro delle pompe a diffusione non permette alle stesse di poter immettere direttamente in atmosfera i gas aspirati. Si deve prevedere allora che il recipiente da vuotare sia inizialmente connesso ad una pompa primaria che porti il vuoto nell'intervallo operativo della pompa a diffusione.

La pompa a diffusione è priva di parti in movimento e il suo funzionamento è basato sulla diffusione dei vapori di un olio a bassissima tensione di vapore. Dal punto di vista costruttivo la pompa presenta un recipiente inferiore detto fornello in cui è presente l'olio e un sistema di riscaldamento, da esso si innalza un condotto verticale in cui sull'estremità si diramano una serie di ugelli direzionati verso il basso. Tutto ciò è contenuto in una camicia, raffreddata per $2/3$ della sua altezza, collegata con la camera dove si fa il vuoto e alla pompa primaria. I vapori di olio salgono nel condotto e fuoriescono ad alta velocità dagli ugelli, trascinando le molecole di gas verso la zona del fornello, dove queste sono aspirate dalla pompa ausiliaria.

I collegamenti con la camera e con la pompa primaria sono raffreddati, così da far condensare i vapori d'olio evitandone la fuoriuscita.



2.3 Le pompe turbomolecolari

Le pompe turbomolecolari sono delle pompe a trascinamento in cui il rotore è formato da vari dischi alettati che ruotano tra i dischi dello statore anch'esso munito di alette orientate in senso opposto.

Le alette rotoriche urtano le molecole d'aria, spingendole verso quelle statoriche dell'interstadio successivo; l'urto contro queste, grazie al loro orientamento, fa passare le molecole nello stadio (statore + rotore) successivo, dove il tutto si ripete.

3. DISTILLAZIONE SOTTO VUOTO

La distillazione sotto vuoto non differisce molto dalla normale distillazione se non per una differenza di pressione all'interno dell'apparecchiatura. Questa tecnica è utilizzata per distillare sostanze che si decompongono a temperature più basse di quella della loro ebollizione. L'apparecchiatura permette di abbassare la pressione all'interno del sistema, togliendo l'aria (Per questo è sottovuoto) e così il liquido evaporerà senza decomporsi. La più diffusa applicazione della distillazione sotto vuoto nei laboratori è quella che prevede l'utilizzo dell'evaporatore rotante per rimuovere un solvente da una soluzione.

L'evaporatore rotante è collegato quasi sempre ad una pompa ad acqua. Essa permette di raggiungere un vuoto che si approssima alla tensione di vapore dell'acqua alla temperatura esterna (10-25 torr).

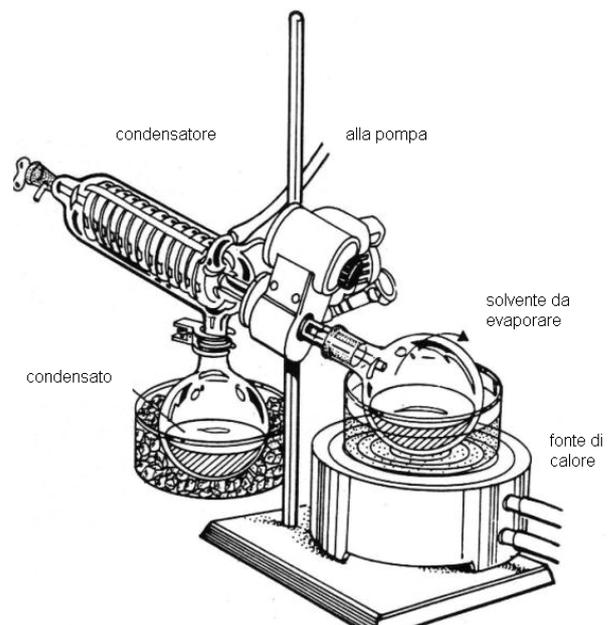
Affinché si abbia distillazione sotto vuoto, si richiede una sorgente efficace di vuoto ed un sistema completamente sigillato.

Possibili complicazioni e problematiche si possono riscontrare nel momento in cui si verifica lo schiumeggiamento ed il "bumping". Le bolle di vapore infatti occupano un volume molto più grande rispetto alla distillazione a pressione atmosferica.

Può accadere che durante la distillazione si crei un ΔP notevole tra la pressione alla superficie del liquido e quella in fondo al pallone, dove agisce anche la pressione idrostatica del battente di liquido.

Per questo motivo, onde evitare fenomeni di schiumeggiamento o bumping è importante non riempire il pallone per più di un terzo del suo volume e porre il liquido in continua agitazione.

Per la misura della pressione d'esercizio si inserisce un congegno di misurazione del vuoto fra la sorgente del vuoto ed il raccordo di raccolta del distillato.





4. NORME GENERALI PER LE OPERAZIONI SOTTO VUOTO

Tutti i contenitori che lavorano sotto vuoto (essiccatori da vuoto e alcuni contenitori utilizzati per la liofilizzazione compresi) presentano un pericolo di implosione intrinseco. Ogniqualevolta si svolge una operazione sotto vuoto i contenitori vanno controllati a monte e posti in adeguati sistemi di contenimento. Per questo motivo ad essi possono essere applicati rivestimenti di griglie metalliche, film protettivi o schermi di protezione. Gli operatori devono indossare, oltre agli altri specifici dispositivi di protezione individuali connessi con il tipo di procedura, occhiali di protezione.

Nella distillazione sotto vuoto, ma anche durante tutte le operazioni di distillazione, è sempre necessario che il personale, che opera, indossi occhiali di sicurezza o, meglio, uno schermo protettivo.

UFFICIO SPECIALE
PREVENZIONE E PROTEZIONE



SAPIENZA
UNIVERSITÀ DI ROMA

A cura dell'Ufficio Speciale Prevenzione e Protezione

Responsabile: arch. Simonetta PETRONE

Redatto da:

dott. Luciano PAPACCHINI

ing. Marco ROMAGNOLI

ing. Emiliano RAPITI

Edizione gennaio 2013

Il presente documento è pubblicato sul portale dell'Ateneo al seguente indirizzo:

<http://www.uniroma1.it/ateneo/amministrazione/risorse-il-personale/tutti-i-servizi-legati-alla-sicurezza-sul-lavoro-0>

Università degli Studi di Roma "La Sapienza"

CF 80209930587 P.IVA 02133771002

Ufficio Speciale Prevenzione e Protezione

P.le Aldo Moro 5 – 00185 Roma

T (+39) 06 49694157/158; F (+39) 06 49694149

uspp@uniroma1.it