

REPORTE DE APLICACIÓN

Como un equipamiento inteligente de sistemas de vacío es posible reducir los costes de mantenimiento a una fracción.

Ejemplo: Cajas de guantes (Gloveboxes) para la investigación de compuestos organometálicos.



Tecnología de vacío

ABSTRACT

Para el manejo de cajas de guantes (gloveboxes) es imprescindible el uso de bombas de vacío. El aire de la cámara principal y de transferencia, mayormente se evacua con bombas rotativas de aceite. Para asegurar una operación continua el mantenimiento es intenso. El Departamento de Química Inorgánica y Cristalografía de la Universidad de Bremen ha buscado junto con el especialista de bombas de vacío química VACUUBRAND en una solución que disminuye los costes. Por medio de un equipamiento inteligente de vacío, se han podido reducir prácticamente a "cero" los costes.

CAJAS DE GUANTES EN LA INVESTIGACIÓN

En la investigación básica de la química inorgánica, se ocupa de descubrir nuevas sustancias químicas e investigarlas. Estos son, por ejemplo, compuestos organometálicos, los cuales son complicados de producir, por ser sensibles al aire y humedad desintegrarse fuera de una atmósfera de gas protector y en parte debido a su contenido de metal precioso puede ser muy costoso. Materiales pirofóricos queman de forma espontánea cuando entran en contacto con el oxígeno o el agua. Estas sustancias sensibles al aire se preparan en una caja de guantes bajo atmósfera de gas inerte y a menudo también se almacenan. En casi todas las universidades o centros de investigación con una facultad de química pueden verse tales cajas de guantes. El funcionamiento de las cajas de guantes, está siempre ligado a gastos de funcionamiento, de los cuales el mayor gasto para el mantenimiento lo representa la bomba de vacío. Tras el nombramiento del profesor Beckmann³⁾ en la Universidad de Bremen, se trató de invertir los recursos ya disponibles de una manera que los costes de mantenimiento para la operación en curso se puedan mantener lo más bajo posible. Según Dr. Malte Hesse²⁾ „Tenemos que tomar medidas para extender la vida útil de las bombas rotativas y por ende sus costes de mantenimiento – independientemente del fabricante de la bomba“.

Química Organometálica

Am Institut für Anorganische Chemie und Kristallographie wird die metallorganische Chemie der leichten und schweren Hauptgruppenelemente in ihrer gesamten Bandbreite untersucht. Dabei reicht das Forschungsinteresse von strukturchemischen und materialwissenschaftlichen Fragestellungen über Anwendungen in der metallorganischen und organischen Synthese und Katalyse bis hin zur Untersuchung physikalischer und spektroskopischer Eigenschaften neuer Verbindungen. (Quelle: <http://www.uni-bremen.de/de/beckmann.html>)

Una caja de guantes está compuesta por una cámara hermética de un volumen que puede variar de uno hasta varios metros cúbicos, el cual es inundado con gas inerte (nitrógeno o argón). Desde la parte delantera de la zona de trabajo puede observarse la operación por medio de un panel transparente sintético. Objetos dentro de la caja son accesibles únicamente por medio de los guantes herméticos.



Figura 1: Cámara de guantes en la Univ. de Bremen con cámara de refrigeración e instalación para la recolección de solventes

Para la introducción y retiro de los equipos y productos químicos se encuentra una esclusa a un lado de la caja de guantes. Las dos puertas herméticas de las esclusas de vacío para el acceso a la cámara, no deben ser abiertas al mismo tiempo. Esta esclusa, es evacuada por una bomba de vacío y después se purga con gas inerte. Dependiendo del grado de pureza necesaria, el contenido de oxígeno y de humedad residual puede reducirse a un mínimo, mediante purgas repetitivas de gas inerte. Para elementos pequeños o cantidades menores de productos químicos, puede ser útil el uso de una segunda esclusa más pequeña, a fin de reducir los tiempos de los ciclos de evacuación y de consumo de gas inerte. Durante la evacuación pueden ocurrir evaporaciones parciales de los productos químicos. Esto ocurre incluso a temperatura ambiente cuando la presión de vapor, por ejemplo, en productos químicos líquidos o sólidos es sobrepasada. El vapor se evacua a través de la bomba de vacío. En la bomba de vacío puede conducir a la condensación y en los casos con bombas rotativas con aceite, a mezclar los productos químicos con el aceite. También polvos o sólidos químicos ingresan a la bomba durante la evacuación. El efecto de lubricidad y protección contra la corrosión del aceite puede ser reducido. El proceso de ingreso y transferencia hacia el exterior de la cámara, se lleva a cabo varias veces al día. El bombeo frecuente de la cámara de esclusa, desde la presión atmosférica a la del vacío final requerido, representa una fuerte carga de trabajo para la bomba de vacío.



Figura 2: Cámara de transferencia de una caja de guantes con bomba de vacío y vacuómetro

La presión en la zona de trabajo en la caja de guantes debe mantenerse entre +15 y -15 mbar a la presión atmosférica del ambiente. En una presión demasiado baja, los guantes son succionados hacia el interior y si la presión es demasiado alta son presionados hacia el exterior. Ya durante la inserción de las manos en los guantes y al sumergirlas en el área de trabajo, el volumen del gas disminuye en la caja y la presión aumenta en la cámara de trabajo. Este aumento de la presión es compensado por la bomba de paleta rotativa, en la cual una válvula

de control de línea de vacío de la caja de guantes se abre hasta alcanzar el límite inferior de presión preestablecido. Para un funcionamiento seguro y fiable de la caja de guantes, se necesita de un control bastante preciso de la presión de trabajo y la bomba de vacío debe funcionar de forma permanente.



Figura 3: Diagrama de área de presión dentro de la caja de guantes.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En todas las operaciones de bombeo de vacío, pequeñas cantidades de productos químicos en estado de vapor o gaseoso pueden ingresar en la bomba de vacío. En la investigación sobre compuestos organometálicos se utiliza una amplia variedad de productos químicos. Además de disolventes orgánicos típicos se utilizan entre otros HCl, HNO₃ (mezclados, agua regia), bromo, cloro, amoníaco, SO₂ y clorosilanos. Este último puede ser particularmente desagradable cuando hidrolizan y desprenden cloruro de hidrógeno (HCl) y con el aceite reaccionar y producir resinas poliméricas, que a su vez el aceite se vuelve en la bomba de vacío muy viscoso. Todas estas sustancias mencionadas pueden provocar la contaminación del aceite y corrosión en el interior de la bomba de vacío.

La exigencia de la bomba de vacío durante la operación de las cajas de guantes está compuesta por cuatro factores:

1. La cíclica evacuación de la presión atmosférica para alcanzar el vacío
2. La compensación de una ligera sobrepresión en la caja de guantes
3. Contaminación del aceite y la bomba por productos químicos
4. Funcionamiento continuo, durante 24 horas o por 365 días del año, es decir, 8760 horas al año

En suma, estos cuatro factores dan lugar de que las bombas rotativas deben limpiarse al menos dos veces al año o realizar trabajos de reparación. El mantenimiento y reparación eventualmente puede costar entre 500 y 1.000 Euros por bomba de vacío. En parte, las bombas son reemplazadas cuando la reparación se considera antieconómica.

Debido a la falla de la bomba de vacío, los investigadores, no podían usar durante un tiempo prolongado la caja de guantes. En casos extremos, se prolongaban los trabajos de las tesis o se complicaban los fondos de terceros.

Otra cuestión al trabajar con cajas de guantes, es la medición del vacío. El procedimiento establecido es iniciar el proceso de evacuación y esperar al menos 30 minutos antes de purgar o inundar la cámara de la esclusa con gas inerte. Esto es para asegurar que el nivel de vacío es suficiente para alcanzar el contenido de oxígeno residual deseado. Sin embargo, esto ocupa mucho tiempo y por otro lado es un método inseguro, ya que una falla en el suministro de vacío (fuga, vacío final de la bomba) no se puede

excluir. Una mejora se puede lograr mediante el uso de un medidor de vacío fino tipo Pirani. La conductividad térmica de los gases depende en cierta medida de la presión. Esta propiedad se aprovecha en los sensores de vacío Pirani. Los sensores convencionales de vacío Pirani son en su adquisición bastante económicos. Sin embargo, no son resistentes a los productos químicos y por su fino filamento candente durante la medición, tampoco robustos para soportar repetidas veces golpes de aire y ser por ende duraderos. Para aplicaciones en química hay sensores Pirani con fundas o revestimientos de cerámica especiales.

El coste de los gastos de mantenimiento, de funcionamiento y de repuestos ha llevado finalmente a Malte Hesse, profesor de la Universidad en el Instituto, de considerar otras formas de tecnología de vacío con las cajas de guantes. La nueva tecnología debe reducir tanto el tiempo para el mantenimiento, así como los costos de operación y de recambio y aumentar la fiabilidad del suministro de vacío. El objetivo era ofrecer al Instituto una solución económica a mediano plazo. Esta no debería restringir el uso de la caja de guantes y complicar la operación de la cámara.

LA SOLUCIÓN

El Dr. Hesse junto con Joachim Richter⁴⁾ responsable técnico y ventas de VACUUBRAND GMBH + CO KG, desarrollaron un concepto que una solución, exactamente a este problema. En conjunto se analizaron en el lugar la situación y los procesos de trabajo de la caja de guantes, para ver y discutir soluciones alternativas.

Además de las bombas rotativas, VACUUBRAND produce bombas de vacío de membrana. La ventaja de esta tecnología reside en la excelente resistencia química de la bomba, durabilidad y un mantenimiento mínimo. El vacío final es sin embargo de 0,6 mbar, que no es suficiente para el funcionamiento de la caja de guantes cuando el contenido de oxígeno residual debe estar en el rango de ppm. La concentración de oxígeno deseada sólo puede lograrse mediante la repetida evacuación de la cámara de transferencia y la inundación o purga con gas inerte con este tipo de bomba (cuadro de comparación Fig.4). De esta manera el consumo de argón se incrementaría por cada inyección o extracción y se extendería el tiempo de al menos dos veces el bombeo de hasta 1 mbar significativamente. La ventaja de las bombas de membranas es la resistencia química y su muy bajo mantenimiento, una solución así estaría contrapuesta con la desventaja de un mayor consumo de gas inerte

argón y ciclos de tiempo más extensos.

La ventaja de las bombas de membrana versión química, radica en que poseen una excelente resistencia a químicos corrosivos y en el rango de presión más alta (vacío grueso) esto es sumamente

de solenoide de forma automática. Ésta función, permite activar una válvula cuando se alcanza una cierta presión. Se puede evacuar primero la cámara de transferencia con la bomba de membrana como pre-bomba para evacuar hasta una presión predefinida y luego cambiar a la bomba de paletas

Presión	Presión parcial en mbar			Oxígeno residual	
	N2	O ₂	Rest	O ₂ in %	
1000	780	210	10	21,00%	
100	78	21	1	2,10%	
10	7,8	2,1	0,1	0,21%	
1	0,78	0,21	0,01	0,021%	
0,1	0,078	0,021	0,001	0,0021%	
0,01	0,0078	0,0021	0,0001	0,00021%	
0,001	0,00078	0,00021	0,00001	0,000021%	

Ventosos intermedios con nitrógeno
 (1 mbar como presión final de una bomba de membranas de 4 etapas)

Presión	Presión parcial en mbar			Oxígeno residual	
	N2	O ₂	Rest	O ₂ in %	
1000	999,78	0,21	0,01	0,021%	
100	99,98	0,021	0,001	0,0021%	
10	9,99	0,0021	0,0001	0,00021%	
1	0,99	0,00021	0,00001	0,000021%	

Figura 4: Contenido de oxígeno residual en función de la presión absoluta. En la concentración volumétrica, se utiliza la unidad ppmv - parts per million by volume (partes por millón en volumen). Así pues, corresponde a 1 ppmv = 0,0001% y 1% = 10000ppmv. Por lo tanto a una presión absoluta de $5 \cdot 10^{-3}$ mbar el contenido de oxígeno residual, es de 1 ppmv.

importante ya que la concentración química es más alta. La ventaja de la bomba rotativa de paletas, es que alcanza un muy buen vacío final de aproximadamente $2 \cdot 10^{-3}$ mbar, condición para que la concentración de oxígeno residual sea baja en una sola evacuación. La pregunta que se planteaba el Dr. Hesse era pues, cómo combinar las dos técnicas de bombeo - bombas rotativas de paletas y bombas de diafragma - de modo tal que ni el tiempo para la evacuación se extienda como tampoco el aumento de consumo de argón. Por lo general, los cambios de operarios en la investigación que trabajan con las cajas de guantes son frecuentes. Por lo tanto es importante, la sencillez de uso o manejo. Como solución, el Sr. Richter ha propuesto la idea de usar la función de punto de conmutación de los vacuómetros DCP 3000 utilizados para activar las válvulas

rotativas, que luego evacua hasta el vacío final requerido. Esta forma de montaje alivia a la bomba de paletas rotativas significativamente su trabajo. Debido a que las bombas rotativas son muy críticas para el área del vacío grueso, por lo tanto este trabajo lo realizan las robustas bombas de membranas. Una comparación de las curvas de evacuación de una bomba de membrana versión química y una bomba rotativa de paletas, demostró que el punto de conmutación óptimo se encuentra entre 10 y 2 mbar, de manera que no se varía significativamente el tiempo de bombeo de vacío para la cámara de transferencia (comparación Fig.5). Este enfoque parece muy prometedor, fue elaborado en detalle y se ofreció al Instituto para la prueba.

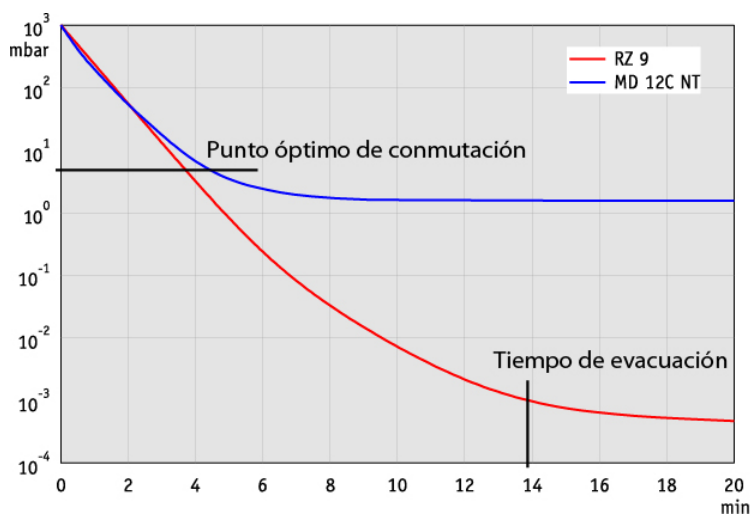


Figura 5: Ejemplo de la superposición de las curvas de evacuación de una bomba de diafragma química MD 12C NT y una bomba de paletas rotativas RZ 9 - por lo que es posible determinar de forma óptima el punto de conmutación y el tiempo de evacuación.

IMPLEMENTACIÓN

En el instituto ya se disponía de dos bombas rotativas de paletas y dos medidores de vacío DCP 3000 y sensores de vacío Pirani. En primer lugar, para la prueba, el instituto recibió además una bomba de vacío de membrana, una válvula solenoide y un sensor de vacío para el vacío grueso. El departamento técnico interno de la Universidad de Bremen se encargó de la instalación de las tuberías. Joachim Richter, representante de ventas del fabricante y Malte Hesse instalaron la tecnología de vacío. El punto de conmutación para la electroválvula instalada a la entrada de la bomba rotativa se ajustó a 5 mbar. Para desacoplar las dos bombas de vacío, se ha instalado una válvula de retención delante de la bomba de membrana. El nuevo sistema de vacío se usó en sólo una de las cajas de guantes. Durante las seis semanas de pruebas, les ha llamado la atención de forma muy positiva, que la "conmutación" entre la bomba de membrana y la bomba rotativa de paletas, tanto durante la evacuación como durante la purga con gas argón, se ha desarrollado de forma totalmente automática por medio del vacuómetro DCP 3000. Por lo que se podía seguir trabajando como siempre, sin tener que acostumbrarse a los nuevos cambios.

Después de la exitosa fase de prueba, se llevó a cabo la expansión a dos cajas de guantes. La bomba de membrana pudo ser utilizada como una bomba común para las dos cajas de guantes existentes, puesto que la carga simultánea a través de la cámara de transferencia a través de consultas entre los operarios podía ser excluida. En cada caja de guantes sólo ha sido necesario instalar adicionalmente un sensor para la región del vacío grueso, la válvula solenoide y la válvula de retención. Las líneas de vacío se unieron entre sí y conectadas a la bomba de membrana (véase la Figura 6). Dependiendo de la frecuencia de las cámaras de las esclusas, es perfectamente factible proporcionar a más de dos cajas de guantes con pre-vacío a través de una bomba de membrana.

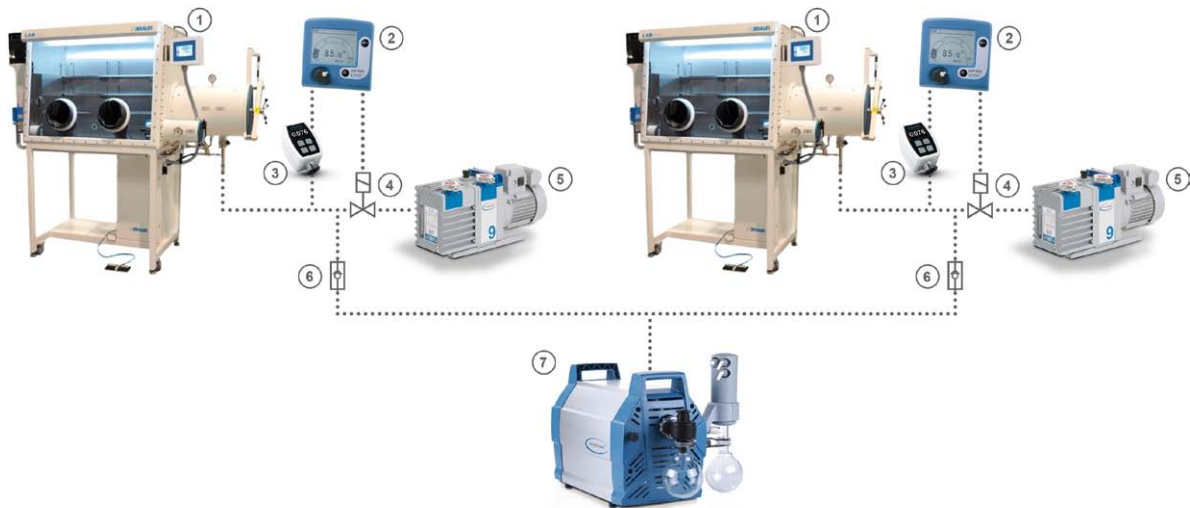


Figura 6: Representación esquemática de suministro de vacío a dos cajas de guantes con productos actuales de VACUUBRAND GMBH + CO KG

- 1 = Caja de guantes
- 2 = Vacuómetro DCP 3000
- 3 = Vacuómetro VACUU-VIEW extended
- 4 = Válvula de vacío

- 5 = Bomba rotativa RZ 9
- 6 = Válvula anti-retorno
- 7 = Puesto de bomba química MD 12C NT +AK+EK

Bild: VACUUBRAND, mbraun

RESUMEN

La instalación con dos cajas de guantes, la bomba rotativa de paletas y la bomba de membrana como bomba auxiliar, se encuentran en uso ya desde hace tres años, sin inconvenientes y en funcionamiento continuo. Durante este período, no se requirió de ningún tipo de mantenimiento en las dos bombas rotativas. Sólo se realiza de manera preventiva a mitad de año un cambio del aceite, el color del aceite cambiado no difiere del aceite nuevo. La operación continua de la bomba de membrana, después de tres años, seguirá en funcionamiento sin ningún mantenimiento programado. Los antiguos costes de mantenimiento de las dos bombas rotativas de aproximadamente € 2.000, a € 4.000, por año han podido reducirse casi a cero.

La inversión ligeramente alta, se ha amortizado en menos de 3 años. El objetivo de los esfuerzos de optimización se ha alcanzado plenamente. Los fondos liberados o ahorrados, han podido utilizarse para la investigación.

Autor: Achim Melching, Gerente de producto de VACUUBRAND GMBH + CO KG

- 2) Dr. Malte Hesse, Profesor lector universitario en el Instituto de Química Inorgánica y Cristalografía de la Universidad de Bremen
- 3) Prof. Dr. Beckmann, Profesor en el Instituto de Química Inorgánica y Cristalografía de la Universidad de Bremen
- 4) Joachim Richter, Oficina local de ventas región norte de VACUUBRAND GMBH + CO KG