

OLJA ZA VAKUUMSKE ČRPALKE

Dr. Jože Gasperič, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

VACUUM PUMP FLUIDS

Abstract

In the paper the review of properties of pump fluids for vacuum rotary pumps, as well as for turbomolecular and diffusion pumps is presented. The fluids used in vacuum pumps are refined mineral oils and synthetic fluids: silicones, ethers, esters, fluorosilicones, and fluorocarbons. The selection of fluids for several pumps and applications is described.

Povzetek

V članku je podan pregled lastnosti olj za vakuumske rotacijske, turbomolekularne in difuzijske črpalke. V črpalkah uporabljamo mineralna in sintetična olja: silikone, etre, estere, fluorosilikone in fluorooljke. Opisan je izbor olj za različne črpalke in uporabo.

1 UVOD

V vakuumski tehniki uporabljamo olja za rotacijske oz. mehanske, turbomolekularne, ejektorske in difuzijske črpalke. Njihova vloga pri vseh teh vrstah črpalk je nekoliko različna. Pri rotacijskih, morajo npr. zagotavljati tesnjenje med premikajočimi (vrtečimi) se deli ter mazati in hladiti ležaje ter drsne površine. Pri ejektorskih in difuzijskih črpalkah olja uparjamo, da bi z nastalo pogonsko paro ustvarili učinek črpanja.

Idealno bi bilo, da bi bilo vsako vakuumsko olje termično stabilno, kemično inertno, imelo naj bi nizek parni tlak, povrh pa naj bi bilo tudi dobro mazivo. Takih idealnih olj seveda ni, imamo pa le taka, ki so prilagojena posameznim vrstam črpalk. Imamo torej kakovostne stopnje ali kvalitete olj, ki so namenjene za: 1) rotacijske črpalke, 2) turbomolekularne ter 3) difuzijske.

Preden začnemo opisovati lastnosti teh olj, se najprej seznanimo z zahtevami, ki jih morajo izpolnjevati.

2 Zahtevane lastnosti vakuumskih olj

2.1 Parni tlak

Nizek parni tlak in mazivna sposobnost sta najpomembnejši lastnosti vakuumskega olja. Nizek parni tlak je pomemben zato, ker soodloča pri končnem skupnem (totalnem) tlaku, ki ga lahko črpalka doseže. Idealno bi bilo, če bi bil le-ta enak parnemu tlaku uporabljenega olja. Praktično je nekoliko višji. Parni tlak olja je pomemben tudi zato, ker se oljne pare sčasoma (zaradi povratnega toka) pojavijo tudi v komori in lahko (negativno) vplivajo na proces, ki se tam odvija.

Olja za mehanske (rotacijske) črpalke naj bi imela parni tlak pri delovni temperaturi črpalke nižji od 10^{-3} mbar. Pri difuzijskih črpalkah pa naj bi uporabili olja, katerih parni tlak je pri sobni temperaturi med 10^{-5} in 10^{-9} mbar ali nižje, odvisno od uporabe. Večina vakuumistov ni nikoli merila parnih tlakov, ker so meritve zelo zapletene in drage, pa še standarda, ki bi ga priznala mednarodna organizacija ISO (ali vsaj

ameriško vakuumsko društvo AVS ali mednarodna zveza IUVSTA) nimamo. Parne tlake se sicer da meriti v nekem ozkem temperaturnem območju, pri drugih, nižjih temperaturah pa si pomagamo z ekstrapolacijo rezultatov.

Parni tlak bo najnižji pri tistih oljih, ki imajo najvišjo povprečno molekularno maso. Parni tlak in končni skupni (totalni) tlak črpalke nista eno in isto, sta pa v povezavi. Slednji je navadno vsaj 5- do 10-krat večji.

2.2 Druge lastnosti olj

Viskoznost, strdišče, plamenišče, topljivost za pline ter barva so le nekatere lastnosti, ki jih uporabljamo pri označevanju (karakterizaciji) vakuumskih olj.

Viskoznost je obratno sorazmerna parnemu tlaku. Podatek, ki ga navajajo proizvajalci, je kinematična viskoznost, ki je navadno izmerjena pri dveh temperaturah: 20 oz. 40 in 100°C.

Strdišče je tista temperatura, pri kateri se olje strdi. Postopek in tehnika merjenja sta predpisana. Temperatura strdišča mineralnih olj za rotacijske črpalke je pribl. od -10 do -20°C. Kinematična viskoznost je pri strdišču velikostnega reda 10^5 do 10^6 mm²/s (oz. 0,1 do 1 m²/s).

Plamenišče je, poenostavljeno rečeno, temperatura, pri kateri se oljne pare na zraku vnamejo. Tudi ta postopek in tehnika merjenja sta predpisana. To območje je pri mineralnih oljih pribl. med 200 in 300°C.

Topljivost za pline je nezaželeno lastnost olj, ker podaljšuje čas, v katerem mehanska črpalka doseže svoj končni tlak. Velika topljivost povzroči, da se olje peni, pride pa lahko tudi do reakcij, kadar zaporedno črpamo različne pline (Npr.: Pri CVD reaktorju raztopljen zrak iz enega cikla reagira s silanom iz kasnejšega in nastane koloidni silicijev dioksid).

Barva olja nam rabi za vizualno identifikacijo kategorije olja. Po barvi se da tudi ugotavljati nasičenost olja z vodnimi ali drugimi dispergiranimi delci (kapljicami), kar je dober znak za takojšnje zamenjavo.

3 Vrste vakuumskih olj

3.1 Mineralna olja

Mineralna olja so mešanica parafinskih, naftenskih in aromatskih ogljikovodikov z različno razdelitvijo molekularnih mas. Parafini so odlična maziva; so stabilni pri visokih temperaturah, tekoči pri nizkih, imajo konstantno viskoznost (razmeroma visoko!) na širokem temperaturnem območju in so dovolj adhezivni s podlago. Pri visokih temperaturah in v prisotnosti kisika so izrazito nestabilni. Aromati dajejo usedline pri visokih temperaturah in imajo nezaželeno nizko viskoznost.

Nafteni imajo te lastnosti nekje med parafini in aromati. "Parafinska" olja so sestavljena iz pribl. 65% parafinskih, 30% naftenskih in 5% aromatskih ogljikovodikov.

Priprava olj, ki se začne s surovo nafto, je zelo zapletena. To je cela znanost, ki je tu ne bomo razpredali. Gre za čiščenja, ekstrakcije, destilacije itd. Končna destilacija oz. njena temperatura in tehnika sta izbrani tako, da dobimo želeno viskoznost in parni tlak. Mineralna olja niso enaka, različna so že v svoji osnovi in značilna po nahajališču oz. črpališču surove nafte. Ni mogoče izdelati mineralnega olja z ekstremno nizkim parnim tlakom iz mešane baze. Zato niso primerna za doseganje ultra visokega vakuuma (UVV).

Inhibirana olja vsebujejo primesi, ki izboljšajo nekatere lastnosti mineralnih olj, da so npr. manj občutljiva za oksidacijo (dodatek inhibitorja-antioksidanta), da ne delajo sluzi in da se ne penijo. Aditivi (dodatki) lahko podaljšajo trajnost oz. uporabnost, znižajo točko strdišča, povečajo viskoznost ipd. Detergenti kot dodatki preprečujejo penjenje. Večina aditivov ima visok parni tlak in so zato taka olja uporabna le v nekaterih primerih.

Detergentna olja (avtomobilska motorna olja!) zato niso primerna za rotacijske črpalke, če želimo doseči končni skupni tlak nižji od 10^{-1} mbar (z enostopenjsko rotacijsko črpalko).

3.2 Sintetična olja

Glavna "vakuumska" značilnost sintetičnih olj je, da imajo nizek parni tlak, kemično inertnost (niso kemično reaktivna) in visoko viskoznost. Najbolj znane in že dolgo vsesplošno poznane so silikonska olja, ki se uporabljajo v difuzijskih, pa tudi v turbomolekularnih in rotacijskih črpalkah. Tako trisiloksane najbolj uporabljamo za polnjenje difuzijskih črpalk, ker so stabilni, odporni proti oksidaciji in, kot že rečeno, imajo nizek parni tlak. Mednje spadata silikonski olji DC 704 (tetra fenil tetra metil trisiloksan) in DC 705 (penta fenil - trimetil trisiloksan) firme Dow Corning, ZDA. Slednje ima nižji parni tlak od vseh silikonskih olj. Obstajajo tudi alkalni siloksani, ki so dobra mazivna olja, toda imajo nižjo viskoznost.

Med sintetična olja spadajo tudi etri in estri ter fluoroetri. Od slednjih je najimunitnejši predstavnik Flombin (perfluoro-polietar ali kratko PFPE) z molekularno maso 1800 do 3700, ki je zelo uporaben v rotacijskih črpalkah, pa tudi v turbomolekularnih in difuzijskih, z viskoznostnim indeksom 50 do 120. Flombin^{*1} /2/ daje "čist" vakuum, tj., ne onesnažuje notranjih delov vakuumske komore oz. dovodov do nje in ne vpliva na procese, ki se v njej dogajajo, zato ga uporabljamo v sistemih za črpanje elektronskih mikroskopov, masnih spektrometrov ipd., kjer so vroče katode, katerih uporabnost se zato mnogokrat podaljša.

Rotacijske črpalke, ki so polnjene z odgovarjajočo kakovostno stopnjo PFPE olja, so primerne za črpanje korozivnih plinov (tudi amoniaka), ne da bi pri tem razpadla, kisik pa lahko črpamo brez nevarnosti vžiga². PFPE olja so zelo draga (približno 100-krat dražja od dobrega mineralnega olja), toda kvalitetna. Ni potreb-

no, da pred črpalko na sesalni strani vgrajujemo adsorpcijske (zeolitne) pasti za lovljenje povratnih par. Če črpamo zelo korozivne pline, moramo olje sproti nevtralizirati s posebno napravo /3/.

4 Izbor olj

4.1 Olja za rotacijske črpalke

Ta olja morajo biti predvsem mazivna (ležaji, drsne površine), s primerno viskoznostjo (vakuumska tesnost med vrtečimi se deli!) in nizkim parnim tlakom. Morajo biti tudi kompatibilna s procesom, ki poteka v vakuumski komori, ter ne smejo biti strupena (toksična). Dolga leta in še danes uporabljamo mineralna olja, ki so po potrebi "oplemenitena" z aditivi proti oksidaciji, koroziji, penjenju itd.

Viskoznost olja, ki je zahtevana za neko črpalko, je odvisna od preciznosti izdelave notranjih delov črpalke, ter od kvalitete površin, predvsem stičnih drsnih površin, dalje od hitrosti vrtenja in delovne temperature črpalke. Slabše izdelane črpalke zahtevajo torej večjo viskoznost olja.

Pri bolj zapletenih procesih v vakuumski komori pa mineralna olja niso več primerna, zato je potrebno predvsem lahke frakcije poloviti s hladilnimi pastmi na tekoči dušik ali z molekularnimi siti (adsorbenti, kot npr. zeolit), sicer povratni tok (velikost navadno 10 do 20 $\mu\text{gcm}^{-2}\text{min}^{-1}$, ko črpalka doseže končni tlak) teh par pride v procesno komoro, kjer ni zaželen.

Mineralna olja za rotacijske črpalke naj bi imela te fizikalne lastnosti /6/:

| | |
|-----------------------|-------------------------|
| – parni tlak pri 20°C | nižji od 10^{-6} mbar |
| – molekularna masa | 420 do 520 |
| – viskoznost pri 20°C | 10 do 30 SAE |
| – strdišče | -9 do -18°C |
| – aditivi | po potrebi |
| – vsebnost žvepla | manj kot 1.5% |

Od sintetičnih olj, ki so oksidacijsko zelo odporna ter nasploh ena izmed najboljših (pa tudi najdražjih), naj navedemo za zgled Fomblin^{*3} Y 16, ki ne polimerizira pri višjih temperaturah, pa tudi lovilnikov za povratni tok oljnih par ne potrebuje. Parni tlak pri 20°C ima 4×10^{-3} mbar (pri 100°C pa 4×10^{-1} mbar), povprečna molekularna masa je 2500, viskoznost pri 20°C je 1.6×10^{-4} (zato oznaka Y 16!) m^2 oz. 160 cSt, pri 100°C pa 7×10^{-6} oz. 7 cSt. Strdišče je pri -45°C, spec. masa pri 25°C je 1.09 (težje od vode!) kg/dm^3 .

4.2 Olja za turbomolekularne črpalke /1/

Olja za (starejše tipe) turbomolekularnih črpalk so različna od tistih za navadne mehanske črpalke. Visoke hitrosti oz. visoko število vrtljajev zahteva mazanje ležaja z nizko viskoznim oljem, ki mora biti predhodno dobro vakuumsko razplinjeno (degazirano), da ni penjenja. Povprečna delovna temperatura je 70°C. Uporabljamo lahko visoko rafinirana mineralna olja. V večini turbomolekularnih črpalk se uporablja sintetično PFPE olje. Omenimo le Y VAC 06/6. Pri teh oljih izbira ni velika, popolnoma smo odvisni od proizvajalca črpalke in njegovih navodil. Glavna nevšečnost pri oljih za te vrste črpalk je povratna difuzija vodika, kar pa je odstranjeno, če uporabljamo PFPE olja.

4.3 Olja za difuzijske črpalke

Idealno olje za difuzijske črpalke (ki ga seveda ni) naj bi bilo stabilno, imelo naj bi nizek parni tlak, nizko specifično toploto, nizko temperaturo uparivanja, naj bi bilo varno za delovanje, ne bi smelo termično razpadati in oksidirati ali vsrkavati črpni plin oz. reagirati z okolico. Kriteriji, kot vidimo, se precej razlikujejo od tistih, ki jih postavljamo za olja v rotacijskih črpalkah. Ni pomembno, da so olja za difuzijsko črpalko mazivna, tudi viskoznost ni kritična (zadostuje že, da je olje sposobno odteči po steni črpalke nazaj v vrelnik (boiler)). Njihov parni tlak mora biti zelo nizek, da dosežemo nizek končni tlak (področje visokega vakuumu). Kot velja za vsa vakuumna olja, tudi ta ne smejo biti toksična ali onesnažujoča za okolje.

Obstaja velika vrsta olj, ki so primerna za delovanje v difuzijskih črpalkah (pa tudi v ejektorskih). Dandanes mineralna olja skoraj ne pridejo več v poštev, čeprav so poceni. Lažja olja imajo povprečno molekularno maso 300 do 450, težja nad 500. Končni tlak, ki ga dosežemo z mineralnimi olji, je omejen z razpadom pri gretju, so torej termično nestabilna in oksidacijsko neodporna. Ta olja so včasih uporabljali tudi v rotacijskih črpalkah. Težja mineralna olja imajo manjši povratni tok. Vsa mineralna olja so podvržena hitri oksidaciji, če so izpostavljena atmosferi (zraku), ko so ogreta, kar je posebno pogosto pri industrijskih napravah (slab predvakuum!) in pri malomarnem delu.

Bolj kot mineralna olja danes uporabljamo silikonska (pa tudi polifiniletre) in perfluoro polietre-PFPE /4/ ter še vrsto drugih. Pri difuzijskih črpalkah lahko brez težjih posledic menjavamo vrsto olja. Pogoji so, da jo predhodno dobro očistimo (npr. z acetonom, ali drugim primernim topilom), osušimo ter nato napolnimo z drugim novim oljem ter prilagodimo moč gretja. Pri Hg črpalkah ne smemo zamenjati živega srebra z oljem ali obratno, ker konstrukcija sistema šob in materiali niso primerno prilagojeni.

Cene silikonskih olj so do 10-krat višje kot pri navadnih mineralnih oljih. Silikonska olja so termično in oksidacijsko izredno stabilna, prav tako so tudi kemijsko odporna. Kemijsko spadajo med metil-fenilsiloksane, najbolj pa so znana pod oznako DC 704 (tetra metil-tetra fenil trisiloksan) in DC 705 (trimetil-pentafenil-trisiloksan). Slednje je tki. "ultravakuumsko" olje s parnim tlakom pri 20°C 10^{-9} mbar ter specifično težo 1.09 (DC 704 pa 1.07) ter molekularno maso 546 (DC 704 pa 484). DC 705 je tudi skoraj dvakrat dražji od DC 704.

Od drugih sintetičnih olj naj omenimo še kategorijo PFPE, in sicer Fomblin Y VAC 40/11, Y VAC 25/9, Y VAC 18/8. Od teh je slednji najbolj hlapljiv (uparljiv) in ima tudi druge dobre lastnosti. Njegova povprečna molekularna masa je 2600, ki je sicer nižja kot pri Y VAC 25/9 (3400). Difuzijske črpalke, polnjene s PFPE, imajo višje kritične predtlake, kot one s polifenil etri, med katerimi je zelo znan Santovac 5 (0.6 mbar; PFPE pa 1 mbar). To je olje za ekstremno nizke končne tlake difuzijskih črpalk, saj ima parni tlak nižji od 10^{-10} mbar pri 20°C in je zelo, zelo drag (do 30-krat dražji od navadnega mineralnega olja). Zelo ga priporočajo pri črpanju masnih spektrometrov in drugih analizatorjev z vročo katodo.

Sodobne difuzijske črpalke so frakcionirne. Olja so navadno sestavljena iz več frakcij z različnimi molekularnimi masami, ki imajo tudi različne parne tlake, in sicer imajo najtežje frakcije tudi najnižje parne tlake. Dobra frakcionirna črpalka usmeri pare najtežje frakcije v prvo (zgornjo) šobo (od tod je največji povratni tok oljnih par ob zagonu in izklopitvi gretja črpalke), ki je najbližja komori in tako "diktira" doseženi končni skupni (totalni) tlak v njej. Le ta je lahko skoraj za en velikostni red nižji kot pri navadnih (nefrakcionirnih) difuzijskih črpalkah. Dobra frakcionirna difuzijska črpalka lahko torej izboljša končni vakuum*4 ter ga približa parnemu tlaku najtežje oljne frakcije.

5 SKLEP

Olja za črpalke so usodno povezana z ustvarjanjem vakuumu, saj so odločujoči medij, brez katerega ne bi mogle delovati.

V članku smo se namenoma izogibali ocenjevanju najrazličnejših olj, ki imajo zelo različna komercialna imena in ki jih prodajajo ali preprodajajo skoraj vse vakuumne firme. Ker je v teh oljih precej poslovne "mistike", so boljša olja precej draga, tehnologija izdelave pa je skrbno varovana tovarniška skrivnost.

LITERATURA

- /1/ John F. O'Hanlon: Vacuum pump fluids, J. Vac. Sci. Technol. A2(2), April-June 1984, 174-181
- /2/ L. Laureson: Perfluoropolyethers as vacuum pump fluids, Vacuum technology, Nov 1977, Technical Publishing Co, USA
- /3/ Pierr Duval: Pumping chlorinated gases in plasma etching, J. Vac. Sci. Technol. A1(2), April-June 1983, 233-236
- /4/ E. H. Hirsch, T. J. McKay: A comparison of perfluoropolyether and silicone diffusion pump fluids, Vacuum 43 (4) 301-304, 1992
- /5/ L. Laureson: Technology and applications of pumping fluids, J. Vac. Sci. Technol. 20 (4), April 1982, 989-995
- /6/ L. Laureson: Vacuum fluids, Vacuum 30, (7) 1980, 275-281
- /7/ P. Connock, A. Devaney, I. Carrington: Vacuum pumping of aggressive and dust laden vapors, J. Vac. Sci. Technol. 18(3) April 1981, 1033-1036
- /8/ John F. O'Hanlon: Mechanical Pump Fluids for Plasma deposition and etching system, Solid State Technol., Oct. 1981, 86-89

*1 PFPE olja za difuzijske črpalke so vedno označena z dvema številčkama /2/, npr. Y VAC 18/8. Prva je viskoznostni indeks, druga indeks parnega tlaka, oboje pri sobni temperaturi. Torej, številka 18 v našem zgledu pomeni viskoznost $1.8 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ (180 cSt -centistokov), druga 8, pa parni tlak 10^{-8} mbar.

*2 Pri mineralnih oljih lahko nastane pri visokih koncentracijah kisika in primernem razmerju med njim ter parami ogljikovodikov pri povišani temperaturi vžig oz. eksplozija v ohišju črpalke ali v izpušni cevi. Pri temperaturi 100°C ali več in črpanju kisika se mineralno olje razgrajuje: nastanejo polimeri, sluz in smola. Če pa črpamo z rotacijsko črpalko pline, ki vsebujejo klor pa je razpadanje mineralnega olja zelo hitro, zato ga je treba večkrat zamenjati /8/.

*3 Fomblin je komercialno ime za sintetično PFPE olje Firme Montedison SpA

*4 Če ste v zagati z nabavo zares dobrega olja (zaradi visoke cene ali dolgega dobavnega roka ali da nimate prijateljev, ki bi ga vam posodili ali celo darovali), potem iz obupa lahko napolnite dif. frakcionirno črpalko z navadnim motornim oljem, ki ga dobite na vsaki bencinski črpalki. Dobra frakcionirna črpalka vam bo olje lepo razplinila ter frakcionirala tako, da lahko pričakujete končni vakuum okoli 10^{-5} mbar. Računajte pa na to, da mineralno olje ni odporno proti oksidaciji.