

LNF - 65/38  
26 Ottobre 1965

V. Chimenti : LE POMPE AD ADSORBIMENTO. -

(Nota interna: n. 294)

Nota interna: n. 294  
26 Ottobre 1965

V. Chimenti: LE POMPE AD ADSORBIMENTO. -

In questa nota sono riassunti i dati raccolti nel nostro laboratorio sul funzionamento delle pompe ad adsorbimento. In particolare sono riportati i dati relativi all'applicazione di queste pompe per il degassamento della ciambella di Adone.

1. PRINCIPIO DI FUNZIONAMENTO. -

Il funzionamento di queste pompe si basa sulle forze di adesione esistenti tra una molecola di gas e una parete<sup>(1)</sup>. Consideriamo per un momento l'interazione tra una molecola di gas monoatomico e una parete costituita da un solo atomo. L'energia potenziale  $u(r)$  è funzione della distanza tra i due atomi e ha il ben noto andamento mostrato in fig. 1.

Alla distanza  $r_0$  corrisponde il minimo  $-u_0$  dell'energia potenziale e il massimo delle forze attrattive.

Consideriamo ora una parete indefinita che occupi un semispazio. L'energia potenziale sarà del tipo  $U(z) = \sum_i u_i(r_i)$  dove la sommatoria si intende estesa a tutti gli atomi.

Scegliendo un'espressione opportuna per la  $u(r)$  e considerando la materia continua, si può trovare, integrando sul semispazio, la formula:<sup>(2)</sup>

$$U(z) = \frac{u_0 \pi \rho r_0^3}{3} \left[ \frac{1}{15} \left( \frac{r_0}{z} \right)^9 - \left( \frac{r_0}{z} \right)^3 \right]$$

2.

dove  $\rho$  è la densità degli atomi nel solido. In questo modo il risultante delle forze attrattive è normale alla parete e la molecola si può spostare sulla superficie liberamente in tutti i sensi. Se  $z_0$  è la distanza di equilibrio, per  $z=z_0$  si ottiene dalla formula riportata sopra l'energia  $U_0$  chiamata "energia d'adsorbimento" e misurata generalmente in Cal/mole.

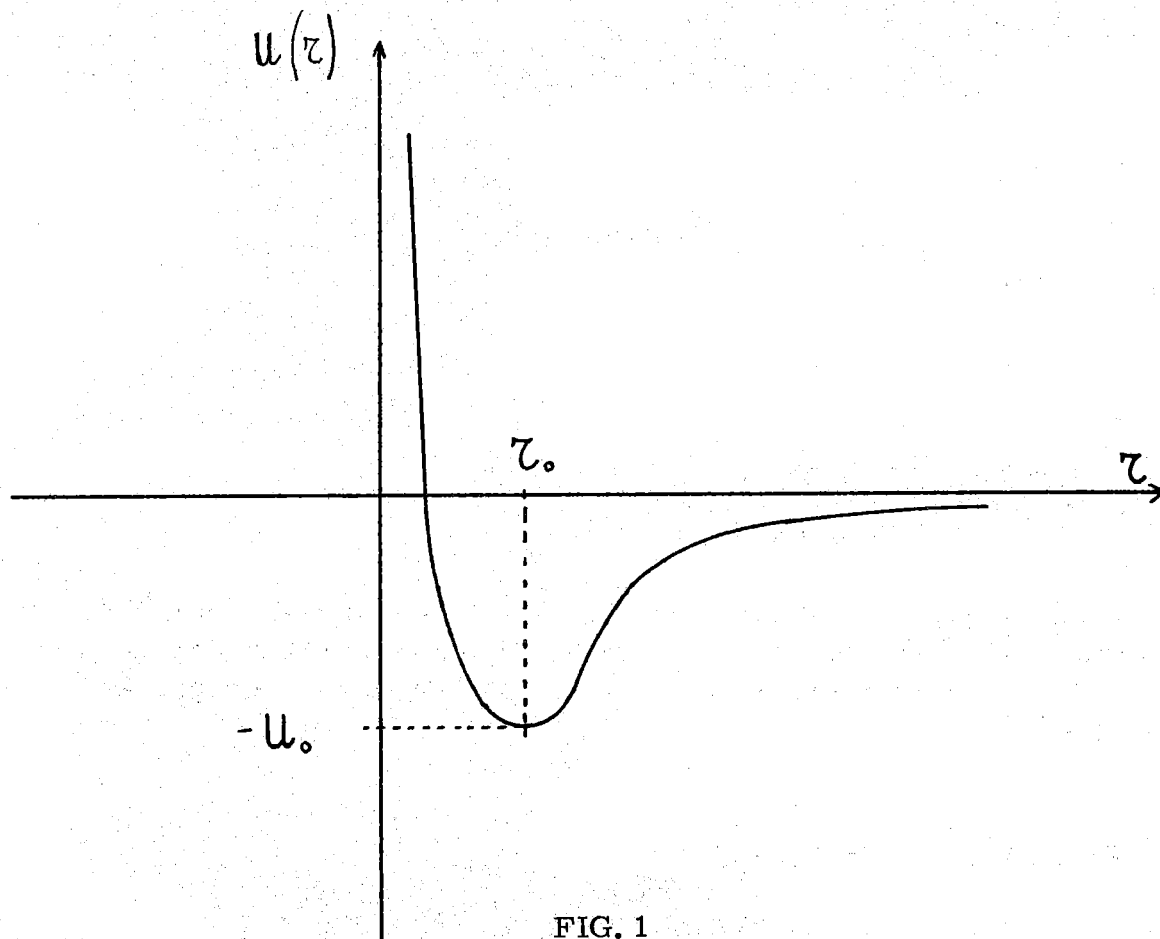


FIG. 1

Il valore di  $U_0$  per una molecola è di circa qualche decimo di eV, cui corrisponde, per una grammolecola adsorbita, un valore massimo di circa 8 Cal/mole.

Il tipo di adesione ora descritto si chiama adsorbimento fisico ed avviene tutte le volte che una molecola sprovvista di momento di dipolo aderisce ad una parete non conduttrice verso la quale non ha affinità chimica.

L'approssimazione fatta sopra di considerare la materia continua ha come conseguenza che la molecola può spostarsi liberamente sulla superficie. In realtà non è così; infatti la parete si presenta come un piano sul quale sono disposti con un certo ordine dei centri d'attrazione. Se indichiamo la parete come piano  $xy$  è chiaro che la  $U$  non è funzione solo di  $z$ . In particolare spostandosi su  $xy$  in una certa direzione la  $U_0$  varierà raggiungendo dei massimi e dei minimi ad intervalli regolari.

Questo, come vedremo, ha una certa importanza nell'uso delle pompe ad adsorbimento.

Di particolare interesse è l'influenza delle temperatura sulla vita media dello stato legato della molecola.

E' chiaro che quanto più piccola è l'energia termica  $kT$  rispetto a  $U_0$ , tanto più lunga è la vita media.

Quindi man mano che si raffredda una parete esposta a un gas, la densità molecolare sulla superficie aumenta, anche perchè generalmente è possibile la formazione di più strati monomolecolari.

In altre parole una superficie fredda si comporta come una pompa, tanto più efficiente quanto più bassa è la sua temperatura. Ad esempio alla temperatura dell'elio liquido si possono immobilizzare le molecole di tutte le specie gassose presenti in un sistema da vuoto e quindi si può realizzare una pompa (pompa criogenica) semplicemente bagnando con l'elio liquido una parete del sistema da vuoto.

Esiste però la possibilità di sfruttare meglio la bassa temperatura raffreddando un materiale poroso che abbia i pori di diametro dell'ordine di qualche diametro molecolare (alcuni Angstrom). In questo modo si ha una enorme superficie contenuta in un piccolo volume. Inoltre il materiale si comporta per i gas come una spugna per l'acqua, con la differenza che la bassa temperatura favorisce l'assorbimento per capillarità, perchè impedisce alle molecole assorbite di rievaporare rapidamente. Così lo strato molecolare che si forma si comporta come un liquido.

Per questi materiali è sufficiente una temperatura di raffreddamento pari a quella dell'aria liquida; anzi una temperatura più bassa non sarebbe conveniente per le ragioni dette sopra: per avere capillarità cioè una migrazione superficiale, occorre che l'energia  $kT$  delle molecole adsorbite sia maggiore del massimo che la  $U_0$  assume per spostamenti sulla superficie.

Qualsiasi sostanza allo stato di estrema suddivisione può andare bene come materiale assorbente. In pratica si usano materiali porosi ma com<sup>u</sup>n<sup>o</sup> patti i quali vengono ridotti in granuli di dimensioni opportune.

Le sostanze più usate sono alcuni carboni vegetali e le zeoliti.

I carboni si ottengono cuocendo, opportunamente, alcuni legni (ad es. il guscio delle mandorle) in modo da carbonizzare la loro struttura cellulare senza modificarla.

Le zeoliti sono dei minerali che si trovano in natura nelle rocce eruttive ma che in genere vengono fabbricate artificialmente. Chimicamente sono degli alluminio-silicati dei metalli alcalini o alcalino-terrosi; ad esempio l'alluminio-silicato di calcio che ha una porosità di 5 Å, e quello di sodio 4 Å.

Questi sali cristallizzano con un certo numero di molecole d'acqua

4.

che perdono mediante riscaldamento; ma a differenza di tutti gli altri sali che contengono acqua di cristallizzazione le zeoliti dopo la cottura conservano la loro struttura reticolare. In questo modo si ottengono microcristalli estremamente porosi, che vengono compresi in granuli delle dimensioni di 1 mm o poco più.

Queste zeoliti vengono chiamate anche setacci molecolari (molecular sieves) perchè hanno la proprietà di far passare le molecole di diametro piccolo rispetto alle dimensioni dei pori arrestando quelle di diametro più grande. Ad esempio se si fa passare una corrente d'aria carica di vapori di benzina attraverso una zeolite, questa si carica di benzina lasciando passare l'aria pura. Il primo impiego che si è fatto delle zeoliti e dei carboni è stato proprio in questo senso.

La costruzione di una pompa a zeolite richiede che questa possa essere facilmente raffreddata e riscaldata, che sia in comunicazione con il sistema da vuoto, e che abbia una superficie esposta al vuoto abbastanza grande rispetto al volume, in modo da avere una buona velocità di aspirazione.

In pratica il sistema più semplice è costituito da un cilindro di acciaio inox riempito di zeolite. All'esterno intorno al cilindro viene messa l'aria liquida con un dewar; all'interno, tra la zeolite, vi è una lamiera di rame piegata a stella per facilitare gli scambi termici tra l'esterno e il materiale adsorbente. Sempre all'interno si può mettere, al centro, un cilindro di rete metallica, di diametro piccolo rispetto a quello del contenitore, che essendo privo di zeolite facilita l'adsorbimento del gas.

In fig. 2 è mostrata una tipica pompa a zeolite.

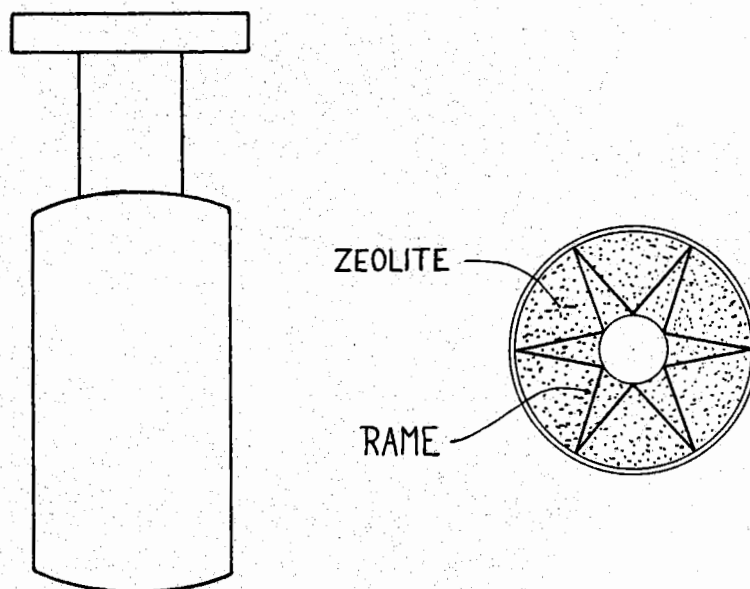


FIG. 2

Infine occorre tenere presente che quando la zeolite viene riportata dalla temperatura dell'aria liquida alla temperatura ambiente tutte le molecole adsorbite vengono rilasciate, tranne quelle dell'acqua (e questo è chia-

ro se si pensa a come viene preparata la zeolite). Quindi se si è pompato vapor d'acqua lo si deve espellere mediante riscaldamento (attivazione) della pompa a 300°C.

## 2. CRITERI D'IMPIEGO. -

Le pompe ad adsorbimento possono essere impiegate in tutto il campo degli ultravuoti: dal vuoto preliminare, all'alto e all'ultra-vuoto.

Qui descriveremo brevemente le modalità d'impiego nei vari campi. Premettiamo alcune osservazioni.

Consideriamo la nostra pompa sempre corredata da due rubinetti, uno per la comunicazione con il recipiente da vuotare e l'altro per lo scarico in aria. Chiameremo il primo con  $R_v$  e il secondo con  $R_a$  (vedi fig. 3).

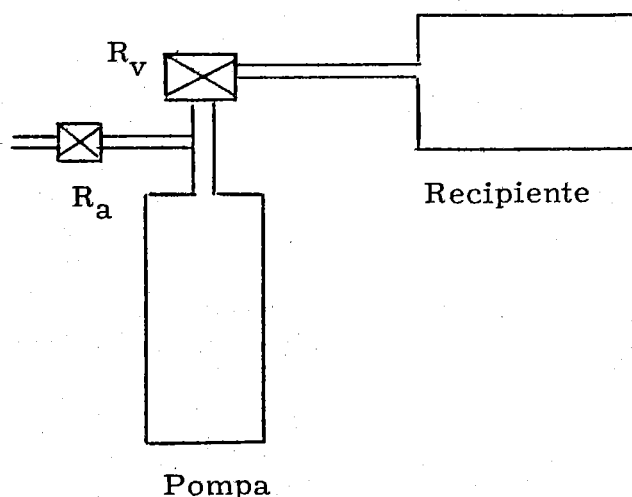


FIG. 3

Consideriamo la pompa pronta a funzionare quando essa si trova alla temperatura ambiente con  $R_v$  e  $R_a$  chiusi e priva di vapor d'acqua nel suo interno.

### Vuoto preliminare. -

Le pompe a zeolite si prestano molto bene a vuotare un recipiente partendo dalla pressione atmosferica. La pressione limite raggiungibile è di  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  torr. Come vedremo al capitolo seguente, si può dimensionare una pompa, rispetto al volume da vuotare, perchè essa da sola raggiunga la pressione suddetta; ma è molto più conveniente operare con due o tre pompe, facendo assorbire dalla prima il grosso della quantità di gas da pompare e usando le altre per scendere di vuoto. In questo modo si raggiungono facilmente e rapidamente pressioni sufficienti per poter innescare una pompa al titanio. Come esempio diamo i tempi di svuotamento forniti da una fabbrica

6.

di pompe ad adsorbimento (peso zeolite = 1200 gr, pompe raffreddate con azoto liquido):

numero di pompe (o numero di cicli con una pompa)	tempo di svuotamento (minuti)	volume (in litri)
1	25	40
2	35	100
3	45	260
4	75	470

Il tempo di svuotamento è il tempo necessario per passare da 760 torr a  $10^{-2}$  torr in un recipiente avente il volume indicato nella colonna di destra. Quando si mette aria liquida per raffreddare la pompa conviene aprire subito  $R_v$  in modo che il gas da pompare venga adsorbito dai granuli più lontani dalla zona di vuoto i quali ovviamente sono i primi ad essere attivi.

L'uso delle pompe ad adsorbimento per ottenere un vuoto preliminare ha i seguenti vantaggi nei confronti dei metodi tradizionali basati sull'uso delle pompe meccaniche:

il vuoto ottenuto è estramamente pulito, cioè libero da ogni contaminazione d'olio e di vapori organici, come si ha invece per esempio usando pompe rotative;

l'impianto da vuoto è completamente libero da vibrazioni;

il pompaggio avviene a circuito chiuso, senza scariche nell'ambiente;

la pressione limite raggiungibile è sufficiente per innescare le pompe al titanio, mentre con le rotative occorre sempre una pompa a doppio stadio con trappola.

I difetti sono: la scomodità dell'uso dell'aria liquida e il pompaggio selettivo della zeolite rispetto ai vari gas presenti nel sistema da vuoto. Precisamente non vengono pompati gas come l'idrogeno e l'elio che si accumulano fino a costituire nel sistema la maggior parte dei gas residui<sup>(3)</sup>.

Un altro difetto di queste pompe, specie quando sono impiegate come pompe preliminari, è il pericolo di scoppio.

Una pompa a zeolite di dimensioni normali, messa in comunicazione con l'aria, può pompare oltre 600 litri; è chiaro che se la si lascia ritornare a temperatura ambiente con  $R_v$  e  $R_a$  chiusi la pressione nel suo interno può raggiungere le 600 atm, essendo il volume interno disponibile di circa 1 litro.

Occorre quindi aprire a un certo momento  $R_a$ , allorchè sono già state aspirate grosse quantità di gas. Per ovviare a questo grosso inconveniente, sempre se queste pompe sono usate per il vuoto preliminare, si può sostituire  $R_a$  con un tappo di gomma che fa tenuta di vuoto in fase di aspira-

zione e funziona da valvola di sicurezza quando la pressione all'interno cresce.

Alto vuoto.

Per usare una pompa ad adsorbimento nel campo dell'alto vuoto occorre preparare la pompa degassandola nel solito modo ma anche sotto vuoto; cioè consideriamo pronta all'uso una pompa che si trova degassata, con  $R_v$  e  $R_a$  chiusi, a temperatura ambiente e con una pressione all'interno inferiore almeno a 1 torr.

Prima di aprire  $R_v$  bisogna portare anche il recipiente da vuotare e una pressione dell'ordine di  $10^{-1}$  torr.

Naturalmente occorre che la pompa e soprattutto il recipiente siano vuotati con sistemi puliti per evitare ogni contaminazione di vapori d'olio o di altro. La cosa migliore è adoperare anche in questo caso delle pompe a zeolite, si ha però così l'inconveniente già detto dell'accumulo dell'idrogeno e dell'elio.

Più comodo è l'uso delle pompe rotative. Per degassare la pompa a zeolite è sufficiente l'avvertenza di collegare la rotativa quando la zeolite è già calda. Per vuotare il recipiente invece è consigliabile l'uso di una trappola (ad es. ad aria liquida). D'altra parte bisogna pensare che per un recipiente di normali dimensioni bastano per vuotarlo pochi minuti di rotativa e quindi la contaminazione è trascurabile.

Con il procedimento ora descritto si può raggiungere con una pompa da 1 kgr, dal momento che si apre  $R_v$ , in meno di un'ora una pressione di  $10^{-6}$  -  $10^{-7}$  torr. in un recipiente di circa 20 litri. La pressione limite di una pompa degassata con la rotativa per alcune ore è dell'ordine di  $10^{-8}$  torr.

La pompa ad adsorbimento può essere usata nel campo dell'alto vuoto per il degassamento dei recipienti. Di quest'ultimo uso parleremo nel cap. IV riportando le prove fatte in laboratorio su un tratto della ciambella di Adone.

Per il dimensionamento di una pompa da usare per degassare un recipiente o per mantenere un alto vuoto parleremo nel capitolo seguente.

Ultravuoto. -

Le pompe a zeolite possono essere usate anche per raggiungere e mantenere pressioni dell'ordine di  $10^{-10}$  -  $10^{-11}$  torr. (4)

Naturalmente occorre partire da un sistema già degassato e possibilmente con pompe diverse per evitare il fenomeno dell'accumulo dell'idrogeno e dell'elio.

La pompa viene preparata esattamente come descritto per l'alto vuoto.



to; la differenza è nel suo tempo di degassamento che nel caso dell'alto vuoto è di poche ore, mentre qui deve essere di diversi giorni. Inoltre occorre usare per il degassamento della zeolite pompe a diffusione o a turbina con trappole per l'arresto dei vapori d'olio. Il riscaldamento viene fatto a 250-300 °C e per un tempo tale da riuscire a mantenere all'interno una pressione di  $10^{-9}$  torr dopo aver riportato la zeolite a temperatura ambiente.

Dato il tempo richiesto per il degassamento, l'uso delle pompe ad adsorbimento nel campo dell'ultravuoto non ha un forte interesse pratico ad eccezione di applicazioni molto particolari.

### 3. DIMENSIONAMENTO DI UNA POMPA. -

Nella pratica di laboratorio i problemi che si incontrano nell'uso delle pompe ad adsorbimento sono in genere i seguenti: dato un sistema da vuoto si deve progettare una pompa per ottenere o mantenere una certa pressione; oppure data la pompa e il sistema si vuol sapere quale pressione si può raggiungere e mantenere in esso.

Per dimensionare una pompa ad adsorbimento occorre scegliere il tipo di zeolite da usare, e conoscere la capacità e la isoterme d'assorbimento. Il tipo di zeolite deve essere scelto in base alle molecole che si devono pompare; se queste sono di grosso diametro, (ad es. vapori organici) la zeolite va scelta con pori di grosse dimensioni. Normalmente si sceglie zeolite con porosità di 5 Angstrom perchè questa si presta bene a pompare i gas contenuti di solito nei sistemi da vuoto: come azoto, ossigeno, acqua, anidride carbonica, ecc. (vedi più sotto Tabella dei diametri molecolari).

La capacità d'assorbimento è la quantità di gas che la unità di peso di zeolite può pompare fino a completa saturazione. Naturalmente, scelto il tipo di zeolite, la capacità dipende dal tipo di gas: sono assorbiti male i gas con molecole di diametro troppo piccolo o troppo grande rispetto al diametro dei pori e soprattutto i gas con temperatura di liquefazione più bassa di quella dell'aria liquida (se questa è usata come refrigerante della zeolite). La misura della capacità viene fatta con una pompa che contiene una quantità nota di zeolite. La pompa viene preparata come descritto per il vuoto preliminare, viene collegata ad un contatore di gas e fatta pompare fino a saturazione. Il contatore viene collegato ad un pallone di plastica che viene riempito con il gas in esame senza però farlo gonfiare troppo, in modo che la pressione nel suo interno sia quella atmosferica.

Riportiamo qui di seguito i valori della capacità di adsorbimento trovati nel nostro laboratorio con una pompa caricata con 1200 gr di zeolite tipo LINDE 5A (porosità 5 Angstrom). La capacità è riportata in litri misurati alla pressione atmosferica. Accanto riportiamo la temperatura di ebollizione e il diametro molecolare. La pompa è raffreddata con aria liquida.

Gas	litri pompate (a 1 atm)	temperatura di ebollizione (°C)	diametro molecolare (Å)
N <sub>2</sub>	189	-196	3,15 - 3,15
Aria	654	-187	
O <sub>2</sub>	1321	-183	2,98 - 2,92
Ar	1384	-186	2,88 - 2,94
H <sub>2</sub>	136	-253	2,40 - 2,34

Le due colonne di cifre per il diametro molecolare si riferiscono a misure ricavate dalla viscosità (a sinistra) e dalla equazione di van der Waal's.

Come si vede ci sono forti differenze tra i vari gas. E' da notare che se si fa la media ponderata della capacità dell'azoto e dell'ossigeno si trova un valore più basso di quello dell'aria. Infatti  $(20/100)1321 + (80/100)189 = 415$  litri, contro 654 litri per l'aria. Questo perchè le molecole di ossigeno, che sono fortemente pompate, trascinano quelle di azoto e ne favoriscono l'intrappolamento. Così l'idrogeno puro viene pompato molto poco, ma mescolato con un gas come l'ossigeno, viene assorbito di più. Questo fenomeno diminuisce l'effetto, di cui abbiamo già parlato, dell'accumulo di certi gas nel sistema. I valori della capacità di adsorbimento sono utili quando si adoperano le pompe per il vuoto preliminare oppure per aspirare grosse quantità di gas in regime dinamico. Molto più utili, in generale, sono le isoterme d'adsorbimento.

Come abbiamo visto nel capitolo precedente, la pressione limite di una pompa chiusa su se stessa dipende, oltre che dalla temperatura, dal tempo trascorso da quando è stata degassata e quindi dipende dall'equilibrio tra la quantità di gas che la zeolite trattiene e il gas nella fase gassosa. La pressione limite allora è funzione della temperatura di raffreddamento della zeolite e della quantità di gas già assorbita. Questa funzione viene portata in grafico e si ottiene così, per ogni specie gassosa, una famiglia di curve chiamate isoterme d'adsorbimento.

In pratica ha particolare importanza l'isoterma ottenuta alla temperatura dell'aria liquida e aspirando come gas l'aria.

L'isoterma si ottiene facendo entrare quantità note di gas nella pompa, aspettando poi ogni volta che essa raggiunga la pressione limite;

Nella fig.4 sono riportati i dati presi nel nostro laboratorio con una pompa di nostra fabbricazione contenente 1100 gr di zeolite. Ogni volta venivano fatti rientrare 12,6 torr. 1 di aria; dopo un'ora dal rientro si raggiunge va la pressione limite che è quella riportata in ordinata.

Uso delle isoterme d'adsorbimento. -

Esempio: si abbia un recipiente con

- volume V (litri)
- superficie A (cm<sup>2</sup>)
- degassamento specifico delle pareti q (torr. l/cm<sup>2</sup>. s)

Immaginiamo di averlo prevuotato a una pressione p<sub>1</sub> (ad es. con una rotativa). Vogliamo sapere quale quantità di zeolite occorre adoperare per mantenere per h ore una pressione non superiore a p<sub>2</sub> torr (p<sub>2</sub> < p<sub>1</sub>).

La quantità di gas Q<sub>1</sub> che occorre assorbire per passare da p<sub>1</sub> a p<sub>2</sub> è data da:

$$Q_1 = V (p_1 - p_2) \text{ torr.l}$$

Per il momento trascuriamo il tempo impiegato per raggiungere p<sub>2</sub>.

La quantità di gas Q<sub>2</sub> che esce dalle pareti in h ore è

$$Q_2 = q \cdot A \cdot h \quad \text{torr.l}$$

Sull'isoterma d'adsorbimento in corrispondenza alla pressione p<sub>2</sub> si legge la quantità di gas Q<sub>3</sub> assorbibile su 1100 gr. Allora il rapporto

$$(Q_1 + Q_2)/Q_3$$

moltiplicato per 1100 dà la quantità di zeolite richiesta.

In realtà occorre tenere conto anche della velocità di aspirazione della pompa: essa non deve essere inferiore a  $S = qA/p_2$ . Per questo occorre dimensionare opportunamente il rubinetto di comunicazione con il sistema e la geometria interna.

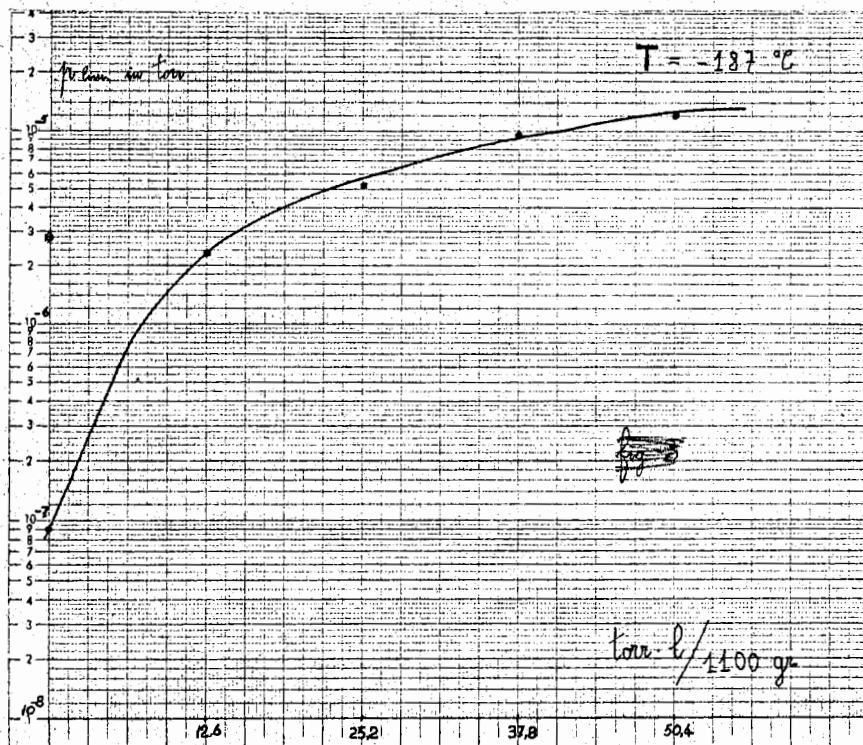


FIG. 4

La velocità di aspirazione, contrariamente alla pressione limite, non dipende dal gas già adsorbito.

Nella pratica di laboratorio capita spesso il problema inverso a quello trattato sopra: cioè in genere si hanno delle pompe standard con una quantità fissa di zeolite e si deve calcolare per quanto tempo si può mantenere una certa pressione in un certo sistema e questo si fa con il procedimento inverso di quello già visto.

Infine è importante notare che l'isoterma d'adsorbimento riportata in fig. 4 è stata ricavata facendo rientrare le quantità di gas segnate in ascisse ciascuna in breve tempo (in pochi minuti). Se invece si fa entrare il gas lentamente le quantità assorbibili sono molto più elevate, a parità di pressione limite, e precisamente di circa un fattore 4.

#### 4. USO DELLA POMPA SULLA CIAMBELLA DI ADONE. -

E' stata presa in esame la possibilità di ottenere l'alto vuoto e il degassamento di Adone con pompe ad adsorbimento. Per avere dei dati sperimentali precisi è stato montato in laboratorio un tratto di camera da vuoto, pari all'incirca a  $1/24$  di ciambella.

Il problema è il seguente: vogliamo sapere se si può raggiungere un vuoto dell'ordine di  $10^{-10}$  torr, degassando la ciambella con pompe a zeolite e a una temperatura non superiore a  $150^{\circ}\text{C}$ .

La ciambella di Adone viene degassata ad alta temperatura (circa  $350^{\circ}\text{C}$ ) in laboratorio a piccoli tratti per volta. Questi poi vengono riaperti all'aria, portati in sala e montati definitivamente. La necessità di non superare i  $150^{\circ}\text{C}$  è dovuta al fatto che i magneti entro i quali corre la ciambella possono venire danneggiati da una temperatura elevata.

Nella fig. 5 si può vedere uno schema dell'impianto da vuoto. La pompa a zeolite ha un rubinetto di comunicazione con il sistema da  $40$  l/s di conduttanza; la tenuta è fatta con guarnizione di viton. Le pompe al titanio sono due perchè occorre per un'altra prova.

Tutto il sistema, tranne una delle pompe al titanio, è stato degassato a  $350^{\circ}\text{C}$ , però prima di questo ciclo di prove è stato esposto all'aria per parecchi giorni. Il vacuometro adoperato per le misure ha un fondo di raggi X pari ad una pressione di  $2 \cdot 10^{-11}$  torr.

Le caratteristiche del sistema sono:

$$\begin{aligned} \text{volume } V &= 370 \text{ l} \\ \text{superficie } A &= 5,87 \text{ m}^2 \end{aligned}$$

velocità di aspirazione delle pompe al titanio =  $400$  l/s.

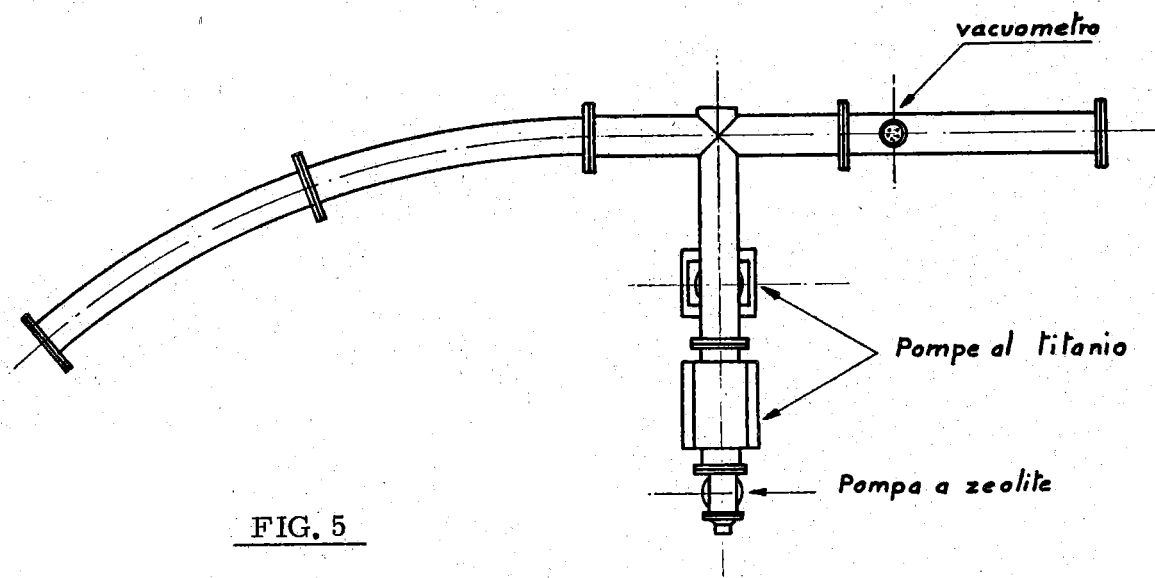


FIG. 5

Si vuole fare un degassamento a  $150^{\circ}\text{C}$  per 24 ore con una pompa a zeolite. Per questo occorre calcolare il peso di zeolite con il procedimento indicato al capitolo precedente.

Da misure fatte in laboratorio si è visto che il degassamento specifico  $q$  sale a valori molto alti quando la temperatura supera i  $100^{\circ}\text{C}$  (probabilmente per l'emissione del vapor d'acqua) per poi scendere a valori inferiori a  $10^{-8}$  torr.  $1/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$ . Assumiamo quindi per  $q$  il valore medio di  $1 \cdot 10^{-8}$  torr.  $1/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$ . Imponiamo inoltre che la pressione  $p_2$  durante il riscaldamento non superi i  $10^{-5}$  torr e che la pressione  $p_1$  ottenuta con una rotativa sia di  $10^{-1}$  torr.

La quantità di gas da pompare per scendere da  $p_1$  a  $p_2$  è  $Q_1 = V \Delta p \sim V p_1$ , cioè  $Q_1 = 370 \cdot 10^{-1} = 37$  torr.l.

La quantità di gas che esce dalle pareti in  $h$  ore è  $Q_2 = qAh$ . Con i valori dati sopra si ha:

$$Q_2 = 10^{-8} \cdot 5,87 \cdot 10^4 \cdot 3,6 \cdot 10^3 \cdot 24 \approx 51 \text{ torr.l}$$

Sull'isoterma d'adsorbimento data in fig.4, in corrispondenza alla pressione  $p_2$  si trova una quantità di gas  $Q_3$  di circa 41 torr.l. Il rapporto  $(Q_1 + Q_2)/Q_3$  dà 2,15. Moltiplicandolo per 1100 gr si ottiene la quantità di zeolite richiesta. Essa rappresenta circa il contenuto di 2 pompe standard. In pratica abbiamo montato una sola pompa da 1100 gr sia perchè i dati presi dalla fig.4 sono pesimistici sia perchè non ha importanza se la pressione  $p_2$  supera il limite di  $10^{-5}$  torr anche di un fattore 10. Anzi in pratica nel nostro sistema ciò che limita  $p_2$  più che il gas adsorbito è la velocità di aspirazione. Infatti durante il riscaldamento la pressione si mantiene sui  $10^{-4}$  torr.

Il vuoto preliminare è stato ottenuto con una pompa rotativa con trappola ad aria liquida, secondo il seguente procedimento (con  $R_v$  e  $R_a$  indichiamo al solito i rubinetti di alto e basso vuoto della pompa a zeolite):

si collega la rotativa a  $R_a$  e si aprono  $R_a$  e  $R_v$ ; dopo 10 minuti circa la pressione è sotto 1 torr (e questo è indicato da una marcia tranquilla della pompa), allora si chiude  $R_v$ , e si inizia il riscaldamento della pompa a zeolite per degassarla;

finito il degassamento (circa 3 ore) si chiude  $R_a$  e si lascia tornare la pompa alla temperatura ambiente;

si riaprono  $R_v$  e  $R_a$  tirando ancora di rotativa per pochi minuti in tutto il sistema;

si chiude  $R_a$  e si comincia a raffreddare la pompa con l'aria liquida.

Dal momento in cui il dewar è pieno di aria liquida occorrono circa 20 minuti per entrare nella scala dei  $10^{-4}$  torr. Da questo punto in poi l'andamento della pressione viene riportato sul grafico. (fig. 6)

Possiamo distinguere tre zone: il vuoto di pompa a zeolite, il vuoto di pompa al titanio e il vuoto di pompa al titanio con degassamento.

La pompa ad assorbimento, partita da un vuoto di rotativa di circa  $10^{-1}$  torr, raggiunge il vuoto limite di  $10^{-6}$  torr in circa due ore. Occorre tener presente che la pressione è misurata (v. fig. 5) in un punto abbastanza lontano dalla pompa, quindi la pressione alla bocca della pompa è certamente inferiore a quella misurata.

A  $10^{-6}$  torr. si accende la pompa al titanio: la pressione cade rapidamente di un fattore 10 e poi scende lentamente, in circa due giorni, fino a raggiungere il limite di  $10^{-8}$  torr. Conoscendo la velocità di aspirazione della pompa al titanio a questa pressione (400 l/s), si può calcolare il degassamento specifico  $q$  dalla formula  $S = qA/p$  e si ha  $q = 6,8 \cdot 10^{-11}$  torr.l/cm<sup>2</sup> s che è un valore molto buono, dovuto in parte al vuoto estremamente pulito che è stato realizzato.

L'ultima parte del grafico riguarda il degassamento che è stato fatto a 150°C e in quattro operazioni successive per la durata ciascuna di 6 ore. Dopo ogni riscaldamento si è atteso un giorno e mezzo per far stabilizzare la pressione. La pompa al titanio, veniva spenta durante il riscaldamento, ed ora riaccesa quando il sistema era ancora caldo (circa 100°C);

Con quattro riscaldamenti, per un periodo totale di 24 ore, si è ottenuta una pressione nell'ordine di  $10^{-10}$  torr. Dai grafici della casa costruttrice risulta che la velocità di aspirazione della pompa a questa pressione è di circa 150 l/s. Con questo si può ricavare il degassamento specifico con la formula vista prima. Si ha:

$$q = 2,6 \cdot 10^{-13} \text{ torr} \cdot \text{l/cm}^2 \cdot \text{s}$$

Quindi il riscaldamento ha migliorato il degassamento della parete di un fattore 270 circa.

Per avere le maggiori informazioni possibili sulla procedura più conveniente da usare per la ciambella di Adone sono state fatte altre prove.

Dopo i cicli di degassamento con la pompa a zeolite si è provato a degassare, sempre a  $150^{\circ}\text{C}$ , con la pompa al titanio per 24 ore. Prima di iniziare il degassamento il sistema era a  $1,8 \cdot 10^{-10}$  torr; appena iniziato la pressione è salita rapidamente per stabilizzarsi a  $4 \cdot 10^{-7}$  torr. Infine dopo 48 ore dal momento in cui si è iniziato il riscaldamento la pressione ha raggiunto il limite di  $8 \cdot 10^{-11}$  torr.

Il degassamento con pompe al titanio risulta molto conveniente specie oggi giorno perchè sono state messe in commercio pompe con magneti che resistono a temperature elevate (almeno  $250^{\circ}\text{C}$ ).

Un'altra prova è consistita nel trovare quale gas sia più conveniente da far rientrare in un sistema degassato quando deve essere aperto all'aria e poi rimesso sotto vuoto.

E' stato trovato che per raggiungere di nuovo il vuoto limite il tipo di gas non ha importanza e tanto meno ne ha il grado di umidità.

Abbiamo fatto due prove: una facendo rientrare vapor d'acqua, l'altra aria secca e degassando ogni volta, con la pompa a zeolite, per 6 ore.

Dopo 72 ore dalla fine del riscaldamento si è ottenuto nel caso dell'acqua una pressione di  $3 \cdot 10^{-10}$  torr, e nel caso dell'aria secca di  $5,4 \cdot 10^{-10}$  torr.

In conclusione sembra di poter raccomandare il seguente procedimento per la ciambella di Adone:

dopo il primo degassamento in laboratorio si fa entrare nei pezzi aria comune ma filtrata per evitare il rientro di particelle solide;

durante il trasporto le bocche dei pezzi vanno chiuse con fogli di plastica per evitare che entri polvere;

il prevuoto si fa con pompe rotative con trappole (ad aria liquida o ioniche) e per un tempo doppio a quello necessario perchè le pompe si quietino; l'alto vuoto e il primo degassamento, per 6 ore, si fa con le pompe a zeolite; il secondo degassamento, per 24 ore o più, si fa con le pompe al titanio.

E' bene fare il primo degassamento con le pompe a zeolite per eliminare dal sistema tutte le eventuali tracce di vapori d'olio o altri vapori organici.

L'intera procedura riportata qui sopra richiede un tempo di circa 4 giorni per passare dalla pressione atmosferica ad un vuoto migliore di  $10^{-10}$  torr.

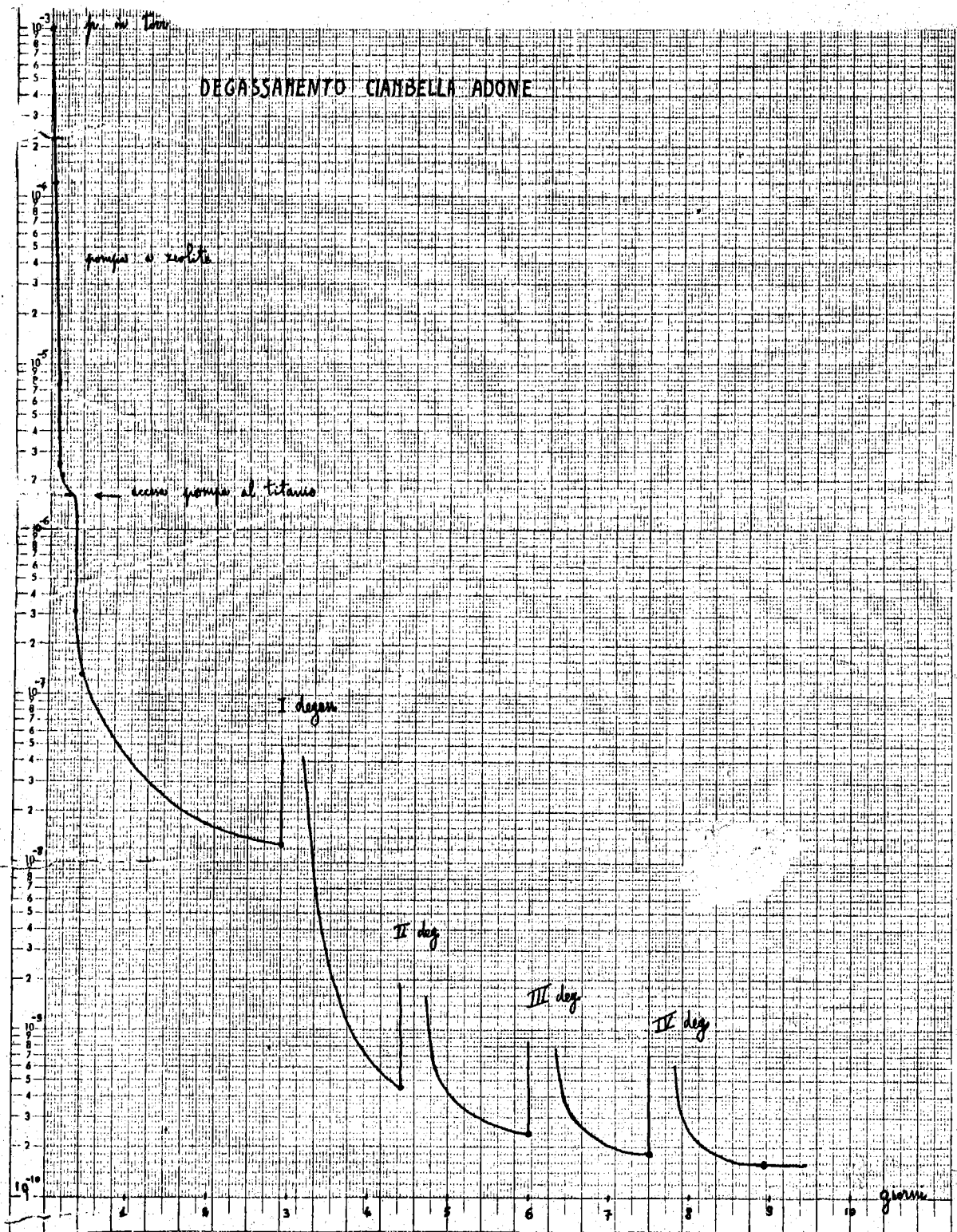


FIG. 6



BIBLIOGRAFIA. -

- (1) - Nasini-Ricca, Vac. Symp. Trans. 1, 160 (1961).
- (2) - T. Hill, J. Chem. Phys. 16, 181 (1948).
- (3) - Turner and Feinleib, Vac. Symp. Trans. 1, 300 (1961).
- (4) - P. L. Read, Vacuum, 13, 271 (1963).