

## Reduzierung der Wartungskosten durch intelligenten Einsatz von Vakuumsystemen Gloveboxen zur Erforschung metallorganischer Verbindungen

Achim Melching

VACUUBRAND GMBH + CO KG

### Abstract

Vakuumpumpen sind für den Betrieb von Gloveboxen unverzichtbar. Meist werden ölgedichtete Drehschieberpumpen eingesetzt. Um einen sicheren Dauerbetrieb zu gewährleisten, ist oft ein recht hoher Aufwand für die Wartung erforderlich. An der Universität Bremen wurden am Institut für Anorganische Chemie und Kristallographie Lösungen zur Reduktion der Wartungskosten gesucht und zusammen mit dem Chemievakuum Anbieter VACUUBRAND realisiert. Durch ein intelligentes Vakuumsystem konnten die Wartungskosten praktisch auf „Null“ reduziert werden.

### Gloveboxen in der Forschung

In der anorganischen Grundlagenforschung geht es darum, neue chemische Verbindungen herzustellen und zu untersuchen. Es handelt sich dabei zum Beispiel um metallorganische Verbindungen, die aufwendig herzustellen sind, weil sie luft- und feuchtigkeitsempfindlich sind, außerhalb einer Schutzgasatmosphäre zerfallen und teilweise aufgrund ihres Edelmetallgehalts sehr teuer sein können. Pyrophore Materialien brennen spontan, wenn sie mit Sauerstoff oder Wasser in Verbindung kommen. Diese luftempfindlichen Stoffe werden in einer Glovebox unter Inertgasatmosphäre hergestellt und oft auch gelagert. An fast jeder Universität oder Forschungseinrichtung mit einer Fakultät für Chemie sind solche Gloveboxen vorhanden. Der Betrieb von Gloveboxen ist mit laufenden Kosten verbunden, von denen der Aufwand für die Wartung der Vakuumpumpe einen beträchtlichen Teil ausmacht.

Nach der Berufung von **Dr. Beckmann** zum Professor an die Universität Bremen ging es darum, die zur Verfügung stehenden Investitionsmittel so einzusetzen, dass die Folgekosten für den laufenden Betrieb möglichst niedrig gehalten werden können. „Wir müssen etwas unternehmen, um die Standzeiten der Drehschieberpumpen zu verlängern und die Instandhaltungskosten zu reduzieren – und

zwar unabhängig vom Pumpenhersteller“ so **Dr. Malte Hesse**, von der Universität Bremen.

### Metallorganische Chemie

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.

Eine Glovebox besteht aus einem abgeschlossenen Raum mit einem Volumen von etwa einem bis mehreren Kubikmetern, der mit einem inertem Gas (Stickstoff oder Argon) geflutet ist. Von vorn ist der Arbeitsbereich durch eine transparente Kunststoffscheibe einsehbar. Gegenstände im Inneren der Box sind nur durch luftdicht angebrachte Handschuhe zugänglich.

Für das Einbringen und die Entnahme von Geräten und Chemikalien ist eine Schleuse an der Seite der Box angebracht. Die beiden vakuumdicht verschließbaren Schleusenklappen – zum Inneren der Box und zur Umgebung – dürfen nie gleichzeitig geöffnet werden. Diese Schleuse wird durch eine Vakuumpumpe evakuiert und anschließend mit Inertgas geflutet. Je nach erforderlicher Reinheit kann der Restsauerstoff- und Feuchtegehalt durch mehrmaliges Wiederholen dieses Vorgangs auf ein Minimum reduziert werden. Für kleinere Gegenstände oder Chemikalienmengen kann es sinnvoll sein, eine zweite, kleinere Schleuse zu verwenden, um so die Zykluszeiten für das Evakuieren-Fluten sowie den Gasverbrauch zu reduzieren. Durch das Evakuieren kann es zu Teilverdampfungen der Chemikalien kommen. Dies geschieht selbst bei Raumtemperatur, wenn der Dampfdruck zum Beispiel bei flüs-



Abb. 1: Glovebox-Anlage an der Universität Bremen mit Kühlkammer und Einrichtung zur Lösemittelentnahme

sigen oder auch festen Chemikalien unterschritten wird. Der Dampf wird durch die Vakuumpumpe abgeführt. In der Vakuumpumpe kann es zu Kondensatbildung und – bei Verwendung ölgedichteter Vakuumpumpen – zur Vermischung der Chemikalien mit dem Öl kommen. Auch Chemikalienstäube von Feststoffen können durch das Evakuieren in die Pumpe gelangen. Die Schmierfähigkeit und die Korrosionsschutzwirkung des Öls werden herabgesetzt. Der Vorgang des Ein- und Ausschleusens erfolgt mehrmals täglich. Das häufige Abpumpen der Schleusen- und Kammer von Atmosphärendruck auf das erforderliche Endvakuum stellt einen Teil der Belastung für die Vakuumpumpe dar.

Der Druck im Arbeitsbereich der Glovebox muss im Bereich zwischen +15 mbar und -15 mbar um den umgebenden Atmosphärendruck gehalten werden. Bei einem zu niedrigen Druck würden die Handschuhe nach innen gesaugt und umgekehrt bei einem zu hohen Druck zu stark nach außen gedrückt

werden. Bereits beim Einführen der Hände in die Handschuhe und Eintauchen in den Arbeitsbereich verringert sich das Gasvolumen in der Box und der Druck im Arbeitsraum steigt an. Dieser Druckanstieg wird durch die Drehschieberpumpe ausgeglichen, indem die Steuerung der Glovebox ein Ventil zur Vakuumleitung öffnet, bis der Schaltpunkt an der unteren Druckbereichsgrenze erreicht ist. Für zuverlässigen und sicheren Betrieb der Glovebox ist also eine recht genaue Regelung des Arbeitsdrucks nötig, und die Vakuumpumpe muss permanent laufen.

### Problemstellung

Bei allen Vakuum-Pumpvorgängen können auch kleine Mengen Chemikalien im dampf- oder gasförmigen Zustand in die Vakuumpumpe gelangen. In der Forschung an metallorganischen Verbindungen wird eine große Vielfalt an Chemikalien eingesetzt. Neben typischen organischen Lösungsmitteln werden unter anderem HCl, HNO<sub>3</sub> (auch als Königswasser gemischt), Brom, Chlor, Ammoniak, SO<sub>2</sub> und Chlorsilane eingesetzt. Letztere können besonders unangenehm sein, wenn diese hydrolysieren und dabei Chlorwasserstoff (HCl) abgeben und mit dem Öl Polymerharze bilden, wodurch wiederum das Öl in der Vakuumpumpe sehr zähflüssig wird. Alle genannten Stoffe können zur Verunreinigung des Vakuumpumpenöls oder auch zur Korrosion im Inneren der Vakuumpumpe führen.

Die Belastung der Vakuumpumpe beim Betrieb an Gloveboxen setzt sich also aus vier Faktoren zusammen:

1. Zyklisches Evakuieren von Atmosphärendruck auf Endvakuum
2. Kompensation von leichten Überdrücken in der Glovebox
3. Verunreinigung des Öls und der Pumpe durch Chemikalien
4. Dauerbetrieb über 24 Stunden an 365 Tagen im Jahr – also 8.760 Betriebsstunden pro Jahr



Abb. 2: Transferkammern einer Glovebox-Anlage mit Vakuumpumpe und Vakuummessgerät

In Summe führten diese vier Faktoren dazu, dass die Drehschieberpumpen regelmäßig, zumindest zweimal pro Jahr gewartet, oder in Stand gesetzt werden mussten.

Pro Wartung/Reparatur fielen dabei Kosten in Höhe von € 500,- bis € 1.000,- pro Vakuumpumpe an. Zum Teil wurden die Vakuumpumpen durch neue ersetzt, da eine Instandsetzung unwirtschaftlich war.

Durch den Ausfall der Vakuumpumpe konnte die Glovebox oft längere Zeit nicht genutzt werden. Für den Forschungsbetrieb war das immer wieder ein großes Problem, da sich dadurch im Extremfall Doktorarbeiten verlängerten oder Drittmittelanträge gefährdet wurden.

Ein weiteres Thema beim Arbeiten mit Gloveboxen ist die Vakuummessung. Die etablierte Verfahrensweise besteht darin, nach Starten

des Evakuiervorgangs mindestens 30 min zu warten, bevor die Schleusenkammer mit Inertgas geflutet wird. Damit soll sichergestellt werden, dass das Vakuumniveau ausreicht, um den gewünschten Restsauerstoffgehalt zu erreichen. Das ist jedoch zum einen zeitaufwendig und andererseits ein unsicheres Verfahren, da ein Fehler in der Vakuumversorgung (Leckage, Endvakuum der Pumpe) nicht ausgeschlossen werden kann. Eine Verbesserung ist durch die Verwendung eines Pirani-Feinvakuummessgeräts zu erreichen. Die Wärmeleitfähigkeit von Gasen ist in gewissen Grenzen druckabhängig. Diese Eigenschaft wird bei Pirani-Vakuumsensoren ausgenutzt. Konventionelle Pirani-Vakuumsensoren sind in der Anschaffung recht preiswert. Sie sind jedoch weder beständig gegen Chemikalien, noch sind sie wegen des filigranen beheizten Messdrahtes robust genug, um bei häufigen Stossbelüftungen dauerhaft haltbar zu sein. Für Anwendungen in der Chemie gibt es spezielle, keramikummantelte Pirani-Sensoren.

Der Aufwand für Wartung, Betriebs- und Ersatzteilkosten war bisher erheblich und hat letztendlich dazu geführt, dass Dr. Malte Hesse, Universitätslektor im Team von Prof. Dr. Beckmann, nach anderen Lösungen für die Vakuumtechnik an den Gloveboxen gesucht hat. Mit der neuen Technik sollte sowohl der zeitliche Aufwand für die Wartung, als auch die Betriebs- und Ersatzteilkosten gesenkt und die Zuverlässigkeit der Vakuumversorgung erhöht werden. Angestrebt wurde eine mittelfristig für das Institut deutlich wirtschaftlichere Lösung. Die Nutzung der Glovebox sollte dabei weder eingeschränkt noch in der Bedienung komplizierter werden.

### Die Lösung

Dr. Hesse arbeitete zusammen mit Joachim Richter, technischer Außendienst der VACUUBRAND GMBH + CO KG, an einem Konzept, das genau dieser Problemstellung begegnen sollte. Gemeinsam wurden die Situation und die Arbeitsabläufe an der Glovebox vor Ort analysiert und Lösungs-



Abb. 3: Diagramm Druckbereich im Inneren der Glovebox

alternativen diskutiert. VACUUBRAND produziert neben Drehschieberpumpen auch chemiebeständige Membranvakuumpumpen. Der Vorteil dieser Technologie liegt in der universellen chemischen Beständigkeit und der extrem langen Lebensdauer bei minimalem Wartungsaufwand. Das erreichbare Endvakuum beträgt 0,6 mbar – hervorragend für Membranpumpen – jedoch beim Betrieb an der Glovebox nicht ohne weiteres ausreichend, will man bei einem Restsauerstoffgehalt im ppm-Bereich arbeiten. Die gewünschte Sauerstoffkonzentration ließe sich mit diesem Pumpentyp nur durch mehrfaches Abpumpen der Transferkammer und Fluten mit Inertgas erreichen (vgl. Tabelle Abbildung 4). Dadurch würde sich jedoch der Argonverbrauch je Chargievorgang verdoppeln und die Zeit für das zumindest zweifache Abpumpen auf 1 mbar ebenfalls deutlich verlängern. Die Vorteile im Hinblick auf die Chemiebeständigkeit und die lange Lebensdauer einer solchen Lösung würden den Nachteilen des höheren Argonverbrauchs und der längeren Zykluszeit im täglichen Betrieb gegenüberstehen.

Der Vorteil der Chemie-Membranpumpe liegt in der chemischen Beständigkeit, die naturgemäß im höheren Druckbereich – dem Grobvakuum – besonders wichtig ist, da hier die Chemikalienkonzentration am höchsten ist. Der Vorteil der ölgedichteten Drehschieberpumpe liegt im sehr guten Endvakuum – der Voraussetzung für die niedrige Restsauerstoffkonzentration bei einmaligem Evakuieren. Die Frage von Dr. Hesse war nun, wie sich diese beiden Technologien so zu einer Lösung kombinieren lassen, dass sich weder die Zeit für das Evakuieren verlängert, noch der Argonverbrauch ansteigt. Üblicherweise arbeitet in der Forschung wechselndes Personal mit den Gloveboxen. Daher muss zusätzlich großer Wert auf eine einfache Bedienung gelegt werden. Als Lösung schlug Joachim Richter vor, die Schaltpunktfunktion der vorhandenen Vakuummessgeräte DCP 3000 zum automatischen Schalten von Magnetventilen zu nutzen. Mit dieser Funktion ist es möglich, nach Erreichen eines einstellbaren Vakuumwerts ein Ventil zu schalten. Man kann die Transferkammer also zunächst mit der Membranpumpe als Vorpumpe bis zu einem vorgegebenen Druck abpumpen und dann auf die Drehschieberpumpe umschalten, die dann wiederum die Evakuierung bis auf das benötigte Endvakuum erledigt. Bei dieser Geräteanordnung ist die Drehschieberpumpe deutlich weniger belastet. Den für diesen Pumpentyp kritischen Bereich im Grobvakuum übernimmt die robustere Membranpumpe.

Ein Vergleich der Auspumpkurven einer geeigneten Chemiemembranpumpe und der

Druck	Partialdrücke in mbar			Restsauerstoff	
	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	Rest	O <sub>2</sub> 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%	

Zwischenbelüften mit Stickstoff  
 (1mbar als Enddruck einer vierstufigen Membranpumpe)

Druck	Partialdrücke in mbar			Restsauerstoff	
	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	Rest	O <sub>2</sub> 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%	

Bei der Volumenkonzentration wird die Einheit ppmv - parts per million by volume (Volumenanteile pro Millionen) verwendet. Es entspricht somit 1 ppmv = 0,0001% bzw. 1% = 10000ppmv. Bei einem Absolutdruck von  $5 \times 10^{-3}$  mbar beträgt der Restsauerstoffgehalt somit 1 ppmv.

Abb. 4: Restsauerstoffgehalt in Abhängigkeit vom Absolutdruck

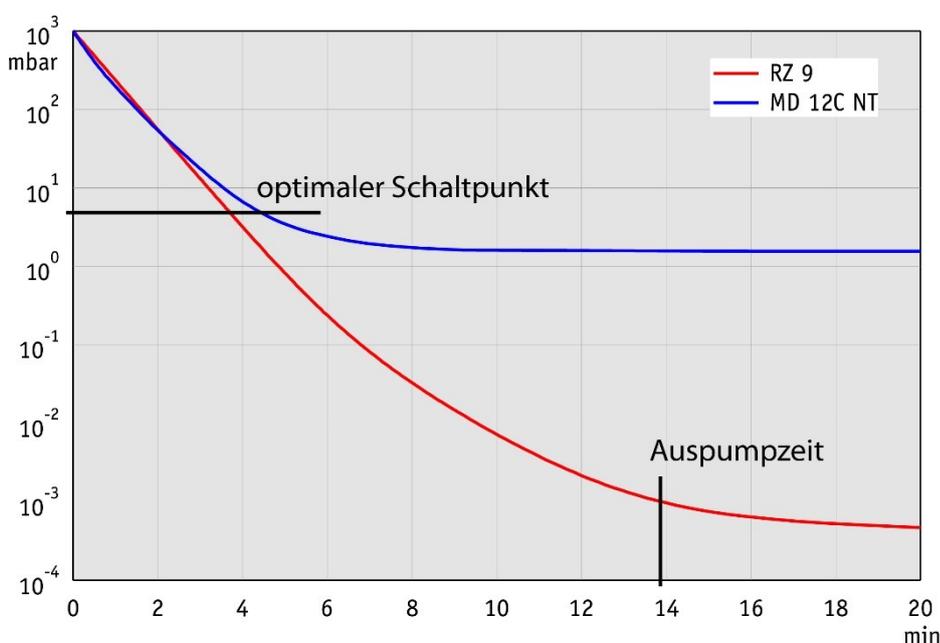


Abb. 5: Beispiel für die Überlagerung der Auspumpkurven einer Chemiemembranpumpe MD 12C NT und einer Drehschieberpumpe RZ 9 zur Ermittlung des optimalen Schaltpunktes und der Auspumpzeit.

vorhandenen Drehschieberpumpe zeigte, dass der optimale Schaltpunkt zwischen 10 mbar und 2 mbar liegt, damit sich die Auspumpzeit für die Transferkammer nicht wesentlich verändert (vergleiche Abbildung 5). Dieser Lösungsansatz erschien sehr aussichtsreich, wurde detailliert ausgearbeitet und dem Institut zur Erprobung angeboten.

### Implementierung

Am Institut waren bereits zwei Drehschieberpumpen und zwei Vakuummessgeräte DCP 3000 mit Pirani-Vakuumsensoren vorhanden. Zur Erprobung wurden zusätzlich ein Membran-Vakuumpumpstand, ein Magnetventil, sowie ein Vakuumsensor für den Grobvakuumbereich zur Verfügung gestellt. Die Verrohrung erfolgte durch die Abteilung Haustechnik der Uni Bremen, die Installation Vakuumtechnik durch Dr. Hesse zusammen mit Joachim Richter. Der Schaltpunkt für das Saugleitungsventil vor der Drehschieberpumpe wurde auf 5 mbar eingestellt. Zur Entkopplung der beiden Vakuumpumpen wurde vor die Membranpumpe ein Rückschlagventil installiert. Diese technische

Ausführung wurde zunächst an einer Glovebox erprobt. Während der 6-wöchigen Testphase fiel den Anwendern besonders positiv auf, dass die „Umschaltung“ zwischen der Membranpumpe und der Drehschieberpumpe, sowohl beim Abpumpen als auch beim Fluten mit Argon, voll automatisch durch das Messgerät DCP 3000 erfolgt. Man konnte also arbeiten wie bisher, ohne sich umgewöhnen zu müssen.

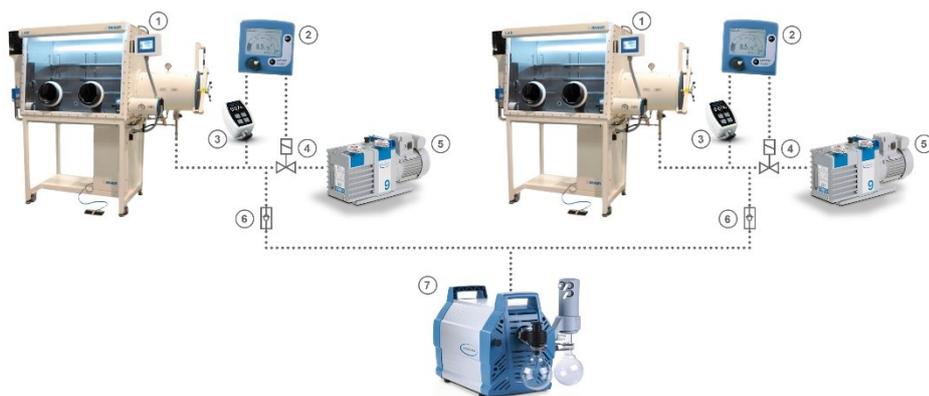
Nach der erfolgreichen Erprobungsphase erfolgte die Erweiterung auf zwei Gloveboxen. Die Membranpumpe konnte als gemeinsame Pumpe für die beiden vorhandenen Gloveboxen eingesetzt werden, da ein gleichzeitiges Chargieren durch die Transferkammer durch Absprache der Bediener ausgeschlossen werden konnte. An jeder Glovebox wurde also lediglich der zusätzliche Sensor für den Grobvakuumbereich, das Magnetventil und das Rückschlagventil installiert. Die Vakuumleitungen wurden miteinander verbunden und an die Membranpumpe angeschlossen (siehe Abbildung 6). Je nach Frequentierung der Schleusenammern ist es

durchaus auch denkbar, mehr als zwei Gloveboxen mit Vorvakuum durch die Membranpumpe zu versorgen.

### Resümee

Die Anlage mit zwei Gloveboxen, den Drehschieberpumpen und der Membranpumpe als Vorpumpe arbeitet mittlerweile seit drei Jahren störungsfrei im Dauerbetrieb. Während dieser Zeit war an beiden Drehschieberpumpen keinerlei Wartung erforderlich. Es wird lediglich halbjährlich ein präventiver Ölwechsel vorgenommen, wobei sich das Öl farblich nicht von Frischöl unterscheidet. Für die Membranpumpe ist jetzt, nach drei Jahren Dauerbetrieb ohne jegliche Wartung, ein Austausch der Verschleißteile eingeplant. Die früheren Instandhaltungskosten für zwei Drehschieberpumpen von ca. 2.000,- € bis 4.000,- € pro Jahr konnten auf nahezu Null gesenkt werden.

Die etwas höhere Investition hat sich bereits in weniger als 3 Jahren vollständig amortisiert. Das Ziel der Optimierungsbemühungen wurde vollständig erreicht. Die freigewordenen Mittel konnten für die Forschungsarbeiten verwendet werden.



① = Glovebox

② = Vakuummessgerät DCP 3000

③ = Vakuummessgerät VACUU-VIEW extended

④ = Vakuumentil

⑤ = Drehschieberpumpe RZ 9

⑥ = Rückschlagventil

⑦ = Chemie-Vakuumsystem MD 12C NT +AK+EK

Abb. 6: Schematische Darstellung der Vakuumversorgung von zwei Gloveboxen mit aktuellen Produkten der VACUUBRAND GMBH + CO KG