

Vakuumska impregnacija

Vacuum Impregnation

J. Gasperič¹, IJS Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1996-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-15

Vakuumska impregnacija je tehnologija, ki uporablja grobi in srednji vakuum (od 1000 do 10^{-3} mbar). Navedeni so najpogostejši primeri take impregnacije v praksi in namen ter shemi in opisa dveh vakuumskih sistemov. Kot poseben zgled je opisan način impregnacije fosilnih ostankov okostja ledenodobnega mamuta iz Prirodoslovnega muzeja Slovenije s specialnim voskom pri temperaturi okoli 120°C in tlaku pod 1 mbar.

Ključne besede: vakuumska impregnacija, impregnans, vakuumski sistem

Vacuum impregnation is a technology, where rough and medium vacuum is applied (from 1000 to 10^{-3} mbar). The most frequent examples of such type of impregnation in the praxis as well as the aim and the construction of vacuum systems are described. As a special example the vacuum impregnation of fossil bones of the ice-period mammoth from the Slovene Museum of Natural History with a special wax at the temperature about 120°C and pressure below 1 mbar is also described.

Key words: vacuum impregnation, impregnation material, vacuum system

1 Uvod

Vakuumsko impregnacijo (prepojitev) uporabljamo povsod tam, kjer želimo neko porozno snov ali predmet utrditi ali pa zaščititi pred kvarnim vplivom atmosfere, predvsem pred vlago. Le-ta je v mnogih primerih povzročitelj spremembe fizikalnih in kemijskih lastnosti snovi. Za zgled vzemimo npr. navitja elektromotorjev in transformatorjev, kjer lahko vlaga povzroči električne preboje med navitji in s tem njihovo poškodovanje ali uničenje. Podobno velja tudi za druge elektrotehnične elemente (dušilke, kondenzatorje, elektronska vezja itd.). Pri lesu in drugih organskih snoveh uporabljamo impregnacijo zato, da bi preprečili njihov razpad zaradi kemijske preobrazbe ali razkrojnega delovanja mikroorganizmov. Pri poroznih kovinah želimo z impregnacijo zapolniti drobne luknjice ali pore z impregnantom in tako preprečiti oksidacijo (npr. rjavenje pri izdelkih, sintranih iz železnih prahov). Naštevanje primerov, kjer je vakuumska impregnacija potrebna, bi nas zavedlo predaleč, saj jo najdemo v različnih oblikah, predvsem v elektro industriji, lesnopredelovalni, papirni, usnjarski in tekstilni industriji, v konzervatorstvu itd.

Vakuumska impregnacija se od klasične oblike impregnacije (pri atmosferskem tlaku) razlikuje po tem, da omogoča temeljito prepojitev neke snovi ali predmeta z impregnantom (prepajalom). Je neločljivo povezana z vakuumskim sušenjem, ki je njena predhodna faza. Ni si mogoče zamisliti uspešne prepojitve, če prej iz por, luknjic, razpok, kapilar, ki tvorijo z masivnimi delci snovi tki. porozno strukturo, ne odstranimo zraka in vlage. Z zrakom opravimo zelo enostavno, vlaga pa nam dela mnogo preglavic. Zato si najprej nekoliko oglejmo *vakuumsko sušenje*.

Navadno ga uporabljamo, ko je snov, ki jo želimo osušiti in nato impregnirati (prepojit), občutljiva za visoke temperature, pri katerih bi lahko prišlo do fizikalnih ali kemijskih sprememb. Sušenje v vakuumu je torej odstranjevanje (odparevanje) nezaželene vlage, tj. vode ali topil oz. hlapnih substanc, in odplinjevanje ali odstranjevanje adsorbiranih in absorbiranih plinov. Vendar mislimo, kadar govorimo o sušenju, le na odstranjevanje vlage, tj. vode, ki jo moramo najprej upariti, nastalo paro odstraniti, če pa jo je veliko, pa celo kondenzirati v posebnih zgoščevalnikih (kondenzorjih). V vakuumski tehniki razlikujemo dva načina sušenja oz. odstranjevanja vlage.

Prvi način obsega področje nad zmrziščem vode, tj. nad 0°C , kjer le-ta iz tekočega agregatnega stanja prehaja v plinasto oz. parno fazo zaradi znižanega okoliškega tlaka (vakuuma), vakuumske črpalke pa jo nato odstranijo iz sušilno-impregnacijske komore. (Obvezna je uporaba dodajanja zraka, tki. "gasbalasta", pri oljnih rotacijskih črpalkah.)

Drugi način obsega področje pod zmrziščem vode, navadno od 0 do -60°C , kjer vodna para sublimira iz ledu. Ta postopek imenujemo vakuumsko sušenje v zmrznjenem stanju ali liofilizacija (angl. freeze-drying), ki pa ga pri impregnacijah (vsaj zavestno) ne uporabljamo. Zgodí pa se lahko samodejno, če prehitro izčrpavamo vlago in temperatura snovi pade pod zmrzišče. (Uporaba liofilizacije je znana v farmacevtski in prehranski industriji, v medicini itd.). Za odparevanje vode je namreč potrebna izparilna toplota, torej energija, ki se v vakuumu najprej odvzema iz snovi same, pri čemer se začne zniževati njena temperatura. Če ne želimo, da se snov pretirano ohladi, da temperatura ne zdrkne pod zmrzišče, ji moramo dovajati toplotno energijo, tako da med postopkom vzdržujemo konstantno hitrost odparevanja.

Vsaka snov ima nekatere svojske značilnosti zadrževanja vlage. Organske snovi, kot je npr. les, imajo

¹ Dr. Jože GASPERIČ,
Inštitut Jožef Stefan
1111 Ljubljana, Jamova 39

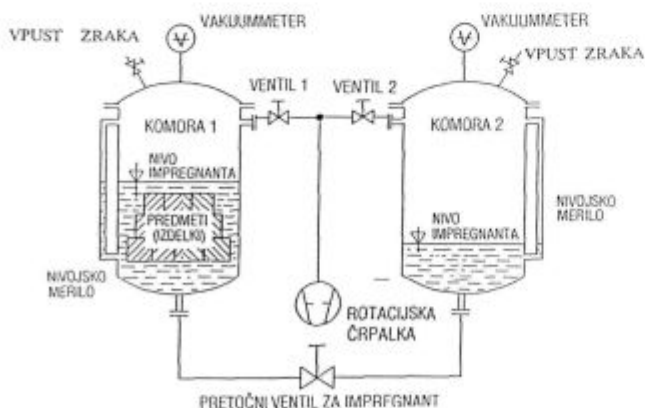
strukturo, ki je preprejena z ozkimi kanali, velikosti premera vodnih molekul. Take snovi moramo tudi pri "dobrem" vakuumu dobro pregrevati, da dobe vodne molekule, ki se zagostijo v teh kanalih, dovolj energije, da pridejo na površje in odparijo. Postopki sušenja so navadno dolgotrajni; več ur ali dni evakuiranja in pregrevanja.

Enako kot za sušenje snovi pred impregnacijo velja tudi za sušenje impregnanta, ki je navadno v tekočem stanju (olja, aralditi ali druge organske smole, laki, vinil acetati, polivinil butirali ...) ali v trdnem stanju (stearini, voski), ki jih je potrebno "spremeniti" v tekočo obliko (voske s segrevanjem do, npr., 100°C, druge snovi z raztapljanjem v topilih) posebej, torej ločeno (navadno v drugi vakuumski posodi) od snovi, ki jo hočemo impregnirati.

2 Vakuumska impregnacijska naprava za tekoče impregnante

Osnova vsake vakuumske sušilno-impregnacijske naprave je črpalka oz. črpalni sistem. Najpogosteje uporabljamo rotacijske črpalke, enostopenjske ali dvostopenjske, tudi kombinacije z Rootsovimi in difuzijskimi črpalkami, odvisno od tega, kakšen vakuum hočemo doseči, ali bolje rečeno, kako temeljito hočemo osušiti snov in impregnant pred impregnacijo (zalitjem z impregnantom). Vakuumsko sušimo v območju, ki je nekoliko mbar pod atmosferskim tlakom do 1 mbar (tki. področje grobega vakuuma), za zahtevnejše primere, kjer naj bi v snovi ostalo manj kot nekaj ppm (delcev na milijon ali deset tisočink odstotka) vlage, pa je potreben visoki vakuum (10^{-3} do 10^{-7} mbar).

Shematski prikaz preproste vakuumske impregnacijske naprave za tekoči impregnant je podan na **sliki 1**. Celoten postopek je naslednji: najprej evakuiramo komoro 1 (črpalka deluje, ventil 1 je odprt), v kateri je snov, ki jo dodobra degaziramo (odplinimo, razplinimo) in izsušimo. Nato preusmerimo črpanje na komoro 2



Slika 1: Shema vakuumske impregnacijske dvokomorne naprave za tekoče impregnante

Figure 1: Scheme of the vacuum impregnation system with two containers for liquid impregnation

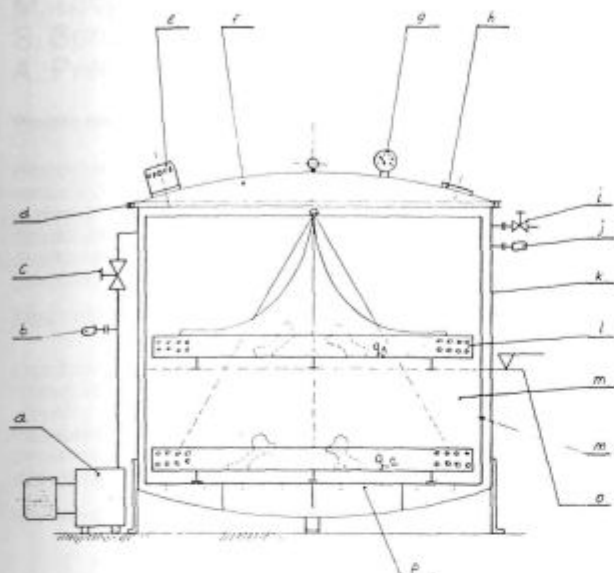
(ventil 1 zaprt, ventil 2 odprt) z impregnantom in storimo enako. Ko je oboje razplinjeno in osušeno, odpremo pretočni ventil. Iz komore 2 se začne pretakati tekoči impregnant v komoro 1 in v njej zalije postavljene predmete. Pretakanje lahko pospešimo, če v komori 2 povišamo tlak (z vpustom atm). Ko je zalitje končano, zapremo pretočni ventil in spustimo zrak v komoro 1 do atmosferskega tlaka. Ta pritisne impregnant v vse proste pore, luknje in kapilare predmetov. Tako ostanejo zapolnjene, atmosferski zrak vanje nima več pristopa. Nato evakuiramo komoro 2 in tja z vakuumom "potegnemo" preostanek tekočega impregnanta, kjer bo počakal na drugo, tretje itd. zalivanje. Delo lahko pospešimo in tudi v drugo komoro postavimo predmete za impregnacijo, jih vakuumsko osušimo in zalijemo pod vakuumom z impregnantom, ki ga "preselimo" iz prve komore v drugo, s tem da odpremo pretočni ventil.

3 Vakuumska impregnacija s trdimi impregnanti

Kot smo uvodoma že navedli, je potrebno trde impregnante pred uporabo najprej spremeniti v tekoče, da bi lahko z njimi zapolnili pore, vrzeli, kanale oz. kapilare snovi oz. predmetov, ki jih želimo impregnirati. Izbira impregnanta je odvisna od namena, ki ga želimo doseči z impregnacijo, in njegova kompatibilnost ter vakuumske zahteve, med katere spada npr. parni tlak. Različni voski imajo med trdimi impregnanti (pri sobni temperaturi) veliko prednost, saj jih s segrevanjem nad 80°C lahko stalimo, torej "utekočinimo", imajo pa tudi razmeroma nizek parni tlak pri teh temperaturah, ki je pod 1 mbar. Celotni tlak v vakuumski impregnacijski komori je zato med impregnacijo lahko enakega velikostnega reda.

Kot zgled za impregnacijo s trdim impregnantom bomo opisali postopek pri konzervaciji fosilnega okostja ledenodobnega mamuta, ki ga hranijo v Prirodoslovnem muzeju Slovenije v Ljubljani. Okostje je bilo najdeno v Nevljah pri Kamniku pri gradnji mostu l. 1938 in je v bistvu naplavina. Prvo utrjevanje je bilo opravljeno z namakanjem v raztopljenem parafinu, na zraku. Ker je bila to nevakuumska impregnacija, je bilo pričakovati, da je bila globinska prepojitev kosti majhna. To je bila torej pretežno zunanja zaščita. Kasneje so premazovali fosilne kosti še z akrilno emulzijo. Ta zaščita pa ni bila zadostna, saj so začele kosti v notranjosti prhniti in se spreminjati v prah. Grozilo je uničenje te slovenske naravne dediščine. Odločeno je bilo, da jo rešimo z vakuumsko impregnacijo, kjer bi impregnant prepojil celotne kosti, tj. tudi notranjost, in jih tako utrdil ter zaščitil pred nadaljnjim propadanjem. Navezali smo stike praktično z vsemi znanimi svetovnimi muzeji in konzervatorskimi hišami, da bi zbrali izkušnje drugih in se nato odločili za najprimernejšo pot. Ugotovili smo, da bi bila najprimernejša impregnacija s specialnim voskom, ki ga izdeluje multinacionalno podjetje Mobil, z oznako Mobilwax 2360 z naslednjimi glavnimi karakteristikami: specifična masa pri 15°C 854,1 kg/m³, viskoznost pri 100°C 14,6 mm²/s, tališče 79,8°C, vnetišče 300°C.

Pred izdelavo vakuumske komore smo izvedli laboratorijske poskuse, da bi ugotovili tehnološki postopek vakuumske impregnacije, ki je bil osnova za projektiranje naprave, ki je shematsko prikazana na **sliki 2A**, na **sliki 2B** pa izdelana naprava med preskušanjem na IJS.



Slika 2: A) Shema vakuumske impregnacijske naprave "Mamut": a- vakuumska rotacijska črpalka; b- vakuumska merilna glava, Pirani 1; c- glavni vakuumski ventil; d- "O" tesnilo; e- luč; f- pokrov; g- vakuummeter za grobi vakuum; h- okno; i- vakuumski priključki za vpust atm; j- vakuumska merilna glava, Pirani 2; k- vakuumska posoda; l- ponev s perforiranim dnom za kosti; m- Mobilwax 2360- microwax; n- posoda z voskom; o- nivo strjenega voska; p- električne grelnice; q1- zgornja lega ponve s kostmi med evakuiranjem; q2- spodnja lega ponve s kostmi, potopljenimi v raztaljeni vosek, med impregnacijo

B) Naprava, zgrajena na Institutu J. Stefan, med preskusom delovanja

Figure 2: A) Sheme of the vacuum impregnation system "Mammoth"; a- vacuum rotary pump; b- vacuum gauge, Pirani 1; c- main vacuum valve; d- "O"-ring; e- lamp; f- cover; g- vacuum gauge (rough); h- glass window; i- vacuum valve, air input; j- vacuum gauge, Pirani 2; k- vacuum vessel; l- basket for bones; m- Mobilwax 2360- Microwax; n- vessel for wax; o- upper level of solidified wax; p- electrical heaters; q1- upper position of the basket with bones during evacuation; q2- lower position of the basket with bones in melted wax during the vacuum impregnation

B) The impregnation system built at J. Stefan Institute during the working test

Postopek vakuumske impregnacije pa je v kratkem naslednji:

V vakuumski komori (prostornina okoli 2600 l), ki jo lahko hladimo z vodo in evakuiramo z enostopenjsko rotacijsko črpalko (črpalna hitrost 60 m³/h), je centrično postavljena aluminijasta posoda (prostornina 1630 l), v kateri je vosek v trdnem stanju. Na zunanji strani dna je pritrjeno 12 grelnih plošč s skupno močjo 6 kW. Kostni naložimo v veliko ponev s kovinsko mrežo na dnu in jo položimo na strjen vosek. Komoro zapremo in evakuiramo, da kosti najprej osušimo. Z laboratorijskimi poskusi smo namreč ugotovili, da je v masi kosti do 10% vlage oz. hlapljivih snovi (po vakuumskem sušenju so bile kosti do 10% lažje). Degazacija je zato dolgotrajna, navadno nekaj dni. Sledi taljenje voska, vanj potone ponev s kostmi. Talina voska je termostatorirana. Najprimernejša je temperatura med 110 in 140°C. Ko se kosti segrevajo, se pojača tudi odplinjevanje oz. odparevanje vode iz notranjosti kosti, kar nazorno kažejo nastajajoči mehurčki, ki se izločajo in končajo na površini taline. V začetku je to izhajanje zelo burno. Degazacija je uspešna šele takrat, ko izhajanje mehurčkov popolnoma preneha, kar lahko traja nekaj dni. Tudi tlak, ki ga stalno merimo s Piranijevim vakuummeterom, pade pod 1 mbar. "Kuhanje" kosti v raztaljenem vosku v vakuumu pomeni tudi sterilizacijo v mikrobiološkem smislu. Sledi vpust atmosfere, odprtje pokrova komore in izklop gretnice. Atmosferski zrak potisne raztaljeni vosek v notranjost potopljenih kosti. Po približno eni uri dvignemo ponev z naloženimi kostmi nad gladino ohlajajočega se voska, da preostanek odteče. Kostni se začno polagoma hladiti, prav tako se začne počasi trditi tudi vosek v aluminijasti posodi in na kosteh ter v njih. Naprava je spet pripravljena za novo impregnacijo. Vsebnost voska in s tem uspešnost impregnacije za zdaj preprosto ugotavljamo s tehtanjem kosti pred njo in po njej. Pri laboratorijskih poskusih pri razmeroma kompaktnih kosteh smo ugotovili povečanje mase do 20%. Če upoštevamo še odstranjeno vlago med sušenjem (do 10%), je masa voska v kosteh toliko večja. Predvideno je bilo, da bi nedestruktivno ugotavljali penetracijo impregnanta z NMR in nevtronsko radiografijo, vendar poskusi še niso dali zanesljivih rezultatov.

4 Sklep

Vakuumske impregnacijske naprave navadno niso univerzalne, pač pa so zgrajene za vsak primer uporabe posebej, pri čemer projektanti upoštevajo zahteve uporabnika, med katere spadajo tako tehnične (vakuum, preostala vlaga, vrsta impregnanta, dovoljena temperatura pregrevanja, čas za eno impregnacijo itd.) kot ekonomske (število impregniranih kosov na časovno enoto, poraba in vrsta dovedene energije) in ekološke (toksičnost impregnanta). Naša naprava ni predvidena samo za impregniranje okostja mamuta, temveč tudi za druge fosile, tako s trdimi kot tekočimi impregnanti.

5 Zahvala

V imenu raziskovalne skupine: Katarine Krivic Veselič, dipl. ing., prof. dr. Matije Gogala, Boruta Tometa, Zorana Miliča, dipl.ing. se zahvaljujem za finančno pomoč Ministrstvu za znanost in tehnologijo, Ministr-

stvu za kulturo in drugim darovalcem, ki so omogočili reševanje slovenske naravne dediščine.

Zahvaljujem se podjetju MOBIL OIL AUSTRIA AG, ki je darovalo okoli 1000 kg voska za impregnacijo, ter njegovemu zastopniku g. ing. Ratku Lukiču iz Zagreba ter posredniku Condor, d.o.o. iz Ljubljane.