

INDUSTRIAL REVIEW — ПРОМЫШЛЕННЫЙ ОБЗОР

МАЛОГАБАРИТНАЯ МОЩНАЯ УЛЬТРАЦЕНТРИФУГА

ТИПА МОМ 3170

Ф. РОХОНЦИ

Венгерский оптический комбинат

В области техники путь развития является ступенчатым: в первом периоде производится дальнейшее развитие и усовершенствование уже наличной машины или устройства, или же изготавливается новое устройство, которое в основе является аналогичным. В этой стадии развитие является медленным. Однако, через определенное время становится необходимым исходить из совершенно новых основ. Для иллюстрации сказанного в пример можно привести радиолампу, а затем развитие транзистора. Такое же положение имеет место также в области аналитических ультрацентрифуг. До сих пор происходил процесс усовершенствования сложных и крупных по размеру тяжеловесных устройств. Мы попытались следовать по совершенно новому пути и разработать такую малогабаритную легкую и простую по конструкции ультрацентрифугу, точность и автоматизированность которой, быть может, стоят выше, чем разработанных до сих пор.

Следовательно, мы старались наряду с повышением точности измерения добиться того, чтобы аналитическая ультрацентрифуга «опустилась из небес» на тот уровень, который необходим с той целью, чтобы ультрацентрифуга получила бы широкое распространение. Этого требует быстро развивающееся биологическое исследование, в этом же заинтересованы и остальные области науки.

Основными преимуществами аналитической ультрацентрифуги типа 3170 по сравнению с предыдущими типами являются:

1. Небольшие вес и размеры (прибл. половина предыдущих типов).
2. Простота конструкции.
3. Низкой расход энергии, прибл. 3 квт.
4. Высокая автоматизированность и простота обслуживания.
5. Высокая точность.
6. Аппарат пригоден для выполнения также препаративных работ.

Области аналитического применения ультрацентрифуги 3170: центрифуга может быть использована во всех таких областях, где необходимо производить ультрацентрифугальные измерения, между прочим, молекулярная биология, биология, вирусология, диагностика, пластмассовая, нефтяная и резиновая промышленности.

При помощи аппарата можно производить измерения по скорости, равновесию и плотности.

Типы измерений, выполняемых некоторой аналитической ультрацентрифугой, определяются оптикой аппарата и набором аналитических ячеек. В аппарат типа 3170 вмонтированы оптики Фильпот—Свенсон и Интерференция и в ближайшем будущем можно будет приобрести Ультрафиолетовую Абсорбционную оптику, которую можно установить на место самостоятельно.

Вместе с аппаратом поставляются или же можно приобретать отдельно следующие важнейшие типы аналитических ячеек: односекторные и двухсекторные ячейки, ячейки градиента плотности, ячейки с искусственным граничным слоем, ячейки с

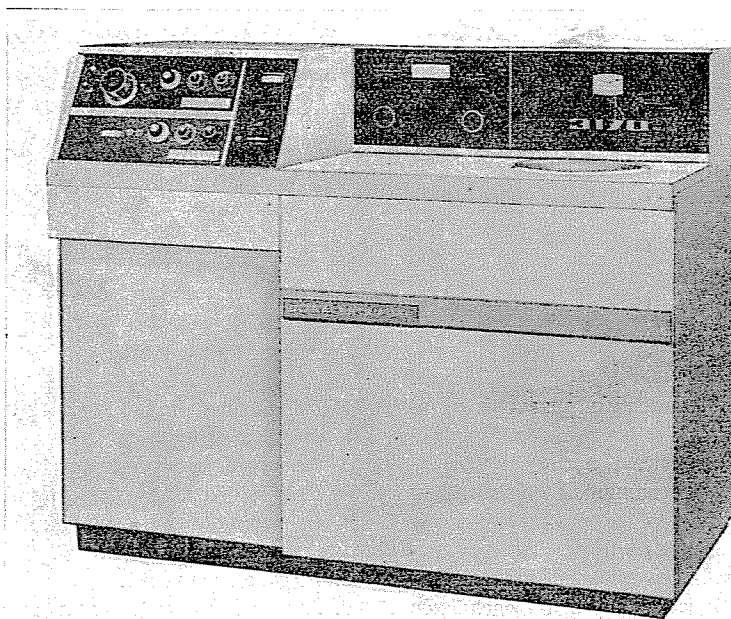


Рис. 1

перегородками, многоячеичные ячейки для измерений равновесия. Эти ячейки с различными размерами изготавливаются из алюминия и пластмассы. Кроме перечисленных выше типов ячеек изготавливается для электронного микроскопа специальная сепарационная ячейка и такая ячейка, при помощи которой можно измерять равновесие растворов, меченных радиоактивными веществами. Конечно, для многообразия ячеек изготавливается также широкий набор различных аналитических роторов.

На Венгерском оптическом комбинате производится постоянное расширение набора роторов и ячеек к ультрацентрифуге типа 3170.

Аналитическим измерением, собственно говоря, считается также *измерение градиента плотности*, выполняемое при помощи качающегося ротора; для этой цели особенно хорошо подходит аппарат типа 3170.

К ультрацентрифуге типа 3170 разработано ряд самых различных *препаративных* роторов; емкость самого большого из них

равна 0,4 л, и в случае этого ротора максимальное центробежное усилие составляет 100 000 g. Остальные препаративные роторы имеют меньшие размеры чем указанный выше, но с помощью их можно получить большее центробежное усилие.

При помощи находящейся в настоящее время в стадии разработки вставки, предназначенной для выработки высокой температуры, аппарат будет пригоден также для измерений при высоких температурах (до 150° C!).

При разработке конструкции аппарата были учтены требования, которые определяют *точность* аналитической ультрацентрифуги. Мы попытались найти правильную пропорцию этих требований и основной упор был сделан в направлении удовлетворения важнейших требований. Требованиями точности аналитических измерений по порядку их важности являются:

1. Хорошее оптическое изображение.
2. Точное измерение температуры.

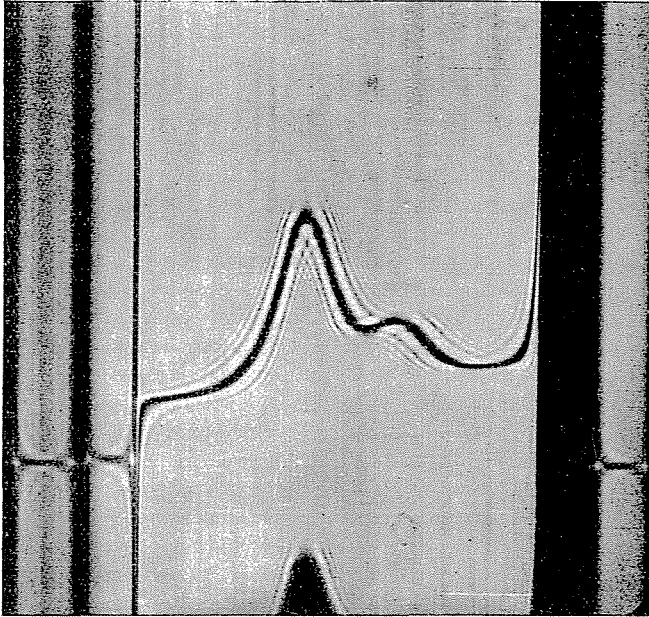


Рис. 2

3. Хорошая регулируемость скорости вращения.

Наибольшая ошибка вообще допускается при оценке съемок, и особенно тогда, когда качество изображения является низким. Изображения, полученные при помощи оптик Фильпота—Свенсона и Интерференция, по своему качеству зависят не только от качества использованной оптики, но и от деформации во время вращения аналитической ячейки и ротора! Именно поэтому для типа 3170 применены ячейка и ротор совершенно новых конструкций, которые снижают упомянутые выше вредные деформации. Естественно, важным фактором является безвибрационное вращение ротора и то, чтобы в вакуумной камере не было бы масла; эти требования при конструировании мы стремились удовлетворить в максимальной мере.

Фотографирование в случае типа 3170 производится на пленку. Преимуществом этого способа фотографирования является то, что можно готовить более чем шесть снимков, а на основе практического опыта

при изготовлении большего количества снимков можно увеличить точность. То свойство пленки, что она усаживается, в нашем случае не дает никакой ошибки измерения, с одной стороны, потому что степень ее на несколько порядков ниже, чем ошибка оценки, а с другой стороны, потому что усадка пленки столь мала, что ею можно полностью пренебречь. К преимуществу пленки относится еще ее высокая чувствительность.

Другим важнейшим требованием является измерение и регулирование температуры. Что же касается измерения температуры, то в этом отношении можно сказать, что как бы не требовалась возможно большая точность, невозможно ставить слишком высокие требования по точности, с одной стороны, из-за разностей температуры в самом роторе, а с другой стороны, вследствие трудностей тарировки температуры.

По нашему мнению указанная в спецификации точность измерения температуры порядка $0,2^{\circ}\text{C}$ является реальной; точность выше указанной можно будет достиг-

нуть только в том случае, если температуру можно было бы измерять не в оси ротора, а непосредственно в ячейке. Однако, в настоящее время еще ни один из аппаратов не позволяет осуществить это требование.

Точное регулирование температуры (вследствие того, что в данном случае идет речь о релятивном значении) может быть осуществлено относительно легко, а это также и требуется, чтобы избежать конвекционные потоки в находящемся в ячейке растворе. Точность регулирования температуры у аппарата типа 3170 находится в пределах $0,1^\circ \text{C}$!

О регулировании скорости речь будет идти позднее. Здесь упомянем лишь то, что увеличивая точность регулирования скорости вращения свыше определенной границы, не имеется возможности увеличить точность измерения.

Измерения, проведенные на ультрацентрифуге типа 3170, были сравнены нами с измеренными на других аппаратах данными, а при этом получена удовлетворительная картина в пользу нового аппарата!

Обслуживание аппарата является простым. Сказанное относится, например, также к смене роторов. Роторы (включая сюда также аналитические роторы) на конец вала помещаются сверху, как это обычно принято у препаративных аппаратов, вследствие этого исключается затруднительная операция по установке ротора, которая до сих пор практиковалась в случае аналитических аппаратов. Смена аналитических ячеек также выполняется проще. Ввод в эксплуатацию и пуск аппарата выполняются просто, невозможно сделать ошибку! Органы управления размещены на аппарате в соответствии с выполняемой ими функции. Несмотря на простоту конструкции аппарата он автоматизирован и снабжен соответствующими предохранительными устройствами. При автоматизации мы стремились добиться оптимума, а это означает, что автоматизация проводилась только до такой степени, чтобы она не снижала надежность аппарата и, кроме того, мы не стремились к достижению

каких-либо специальных, бросающихся в глаза решений. Регулирование скорости вращения, регулирование температуры, а также фотографирование автоматизированы. Если включается тормозная система, тогда автоматически отключается диффузионный насос, при не достатке смазки аппарат выключается автоматически и останавливается и т. п. Установленное предохранительное устройство не допускает использовать роторы со скоростью, превышающей допустимую максимальную скорость вращения.

Аппарат кроме этого предохранительного устройства оснащен еще целым рядом других предохранительных приборов.

Автоматика является простой и в большей части состоит из надежных механических элементов.

Аппарат образует одно *единое целое*, в котором размещены все приборы. Размер основания: $1,70 \times 0,75 \text{ м}$; вес аппарата: 600 кг. Аппарат имеет четыре колеса, это позволяет передвигать его по усмотрению. Обшивку аппарата для целей ремонта можно быстро удалить или же установить на место. Элементы обслуживания аппарата легко доступны. Оптическое наблюдение можно производить сидя или стоя. Фотоузел аппарата легко доступен и легок в обслуживании.

Аппарат окрашен в серый цвет и имеет черные, хромированные и красные декоративные части. Аппарату на Будапештской Международной Ярмарке 1967 года был присужден приз «Самого изящного изделия», а в 1968 году на Лейпцигской Ярмарке — была присуждена «Золотая медаль».

Внутренняя компоновка аппарата не перегружена и отдельные узлы размещены в соответствии с выполняемой ими функцией. *Привод*. Ротор ультрацентрифуги типа 3170 (в отличие от разработанных до сих пор конструкций) посажен на подшипник не сверху, а аналогично препаративным центрифугам — снизу. Следовательно, привод размещен снизу, т. е. под вакуумной камерой. Одним из преимуществ размещения подшипника снизу является лег-

кость смены ротора (как это упоминалось уже выше), а другим преимуществом, что смазочное масло подшипника не втекает в вакуумную камеру и не образуется масляного тумана!

Привод аппарата 3170 производится от синхронного двигателя мощностью 1 л. с. Двигатель непосредственно соединен с гидравлической муфтой сцепления, которая приводит через специальный рифленный ремень шестеренчатый пластмассовый ускоритель, на высокоскоростном валу которого и размещается ротор!

За одним или двумя исключениями во всем мире для всех аналитических и препаративных центрифуг используют исключительно ускорители на пластмассовых шестернях и не без причин! Современная техника часто с открытием новых методов или материалов возвращается к старым, но оправдавшимся элементам машин. Такое положение имеет место также в связи с пластмассовыми шестернями! При помощи приводных механизмов такого типа можно получить скорость вращения максимально в 100 000 об/мин.! Срок службы пластмассовых шестерен является как бы бесконечным, и полируется только связанная с ней малоразмерная стальная зубчатка!

Общеприменяемые шестеренчатые ускорители приводятся от щеточных серийных двигателей с регулируемым числом оборотов. С этими двигателями возникают наибольшие затруднения, в первую очередь со щетками! Мы отошли от этого конструктивного решения. У аппарата типа 3170 привод производит простой асинхронный двигатель, а регулирование скорости и пуск осуществляются при помощи хорошо оправдавшейся в автомобильной промышленности гидравлической муфты сцепления! В момент включения асинхронный двигатель немедленно набирает полную скорость, но муфта сцепления еще «скользит», после чего ускорение уже производит муфта сцепления. Для коэффициента полезного действия системы характерно, что при использовании асинхронного двигателя мощностью в 1 квт аналитический ротор можно довести до скорости в 60 000 об/мин за

время менее 9 мин. Если достигнута необходимая скорость, тогда изменением масляного заряда муфты сцепления можно отрегулировать скорость ротора с наибольшей точностью. (Следовательно, муфта сцепления всегда скользит, и тем сильнее, чем ниже скорость.)

Привод между гидравлической муфтой сцепления и шестеренчатым приводным механизмом передается с помощью специального рифленного пластмассового ремня, армированного при помощи крученого стального тросика. Этот рифленный ремень является новым машинным элементом, который объединяет преимущества шестеренчатого и ременного приводов. В настоящее время такое решение начинает широко распространяться. Такой ремень используется для автомобилей марки Фиат 125 для привода управления клапанами. Этот тип ремня не требует смазки и срок его службы является почти бесконечным.

Для спокойной работы приводной системы характерно, что при помощи аппарата можно изготавливать самые совершенные ультрацентрифуговые снимки.

Срок службы приводного механизма определяется исключительно только скоростным валом и его двумя скоростными подшипниками. Этот срок службы в действительности равен прилб. 1000 час., несмотря на это к аппарату придается два приводных механизма. Смену приводного механизма можно произвести в течение четверти часа! У использованного приводного механизма необходимо произвести смену только подшипников и вала!

Вследствие того, что приводной двигатель не имеет щеток, он не требует никакого ухода.

На основе приобретенного до сих пор опыта приводная система является надежной и выдерживает даже самые грубые нагрузки.

То обстоятельство, что потребляемая всем аппаратом мощность является очень низкой, является следствием того, что приводной двигатель аппарата имеет мощность всего в 1 л. с., т. е. электрическая его мощность равна прилб. 750 вт! В основном

специальным ускоряющим свойствам гидравлической муфты сцепления можно благодарить то, что электродвигатель в момент его включения может работать с полной скоростью тогда, когда ротор вращается еще с небольшой скоростью! Следовательно, нет необходимости использовать такой электродвигатель, который при низких скоростях дает большой момент и для этого требует большой пусковой мощности!

Скорость, как это говорилось уже выше, регулируется с помощью изменения количества масла в гидравлической муфте сцепления. О подаче или отводе масла заботится небольшой шестеренчатый насос.

Регулирование производится таким образом, что при помощи дифференциального механизма сравнивается скорость работающего от сетевого напряжения синхронного двигателя и скорость вала, выведенного из приводного механизма. Однако, чтобы регулирование можно было бы осуществить на различных скоростях, в систему встроена небольшая шестеренчатая (нортоновская) коробка, при помощи которой можно установить 32 дискретных скорости. Следовательно, опорная частота берется от сети; такая степень точности вообще достаточна во всех странах, так как объединены большие системы сетей. Точность регулирования скорости на установленной ступени скорости равна 0,2%; такая точность вполне достаточна для ультрацентрифуговых изменений.

Если среднюю скорость в процессе осаждения необходимо установить с точностью, превышающей данную, тогда ее можно измерить при помощи простого секундомера. На аппарате имеется счетчик оборотов, который показывает количество оборотов, совершенных в любой момент времени (аналогично счетчику километража на автомашине). Частная совершенных оборотов и времени дает скорость. Известно, что при измерениях в процессе осаждения учитывается не скорость в данный момент времени, а средняя скорость.

Естественно, при этом необходимо исходить из того предположения, что скорость не колеблется сверх определенного пре-

дела. Это обеспечивается конструкцией аппарата. На аппарате для информации установлен специальный указательный прибор, который показывает скорость.

Упомянутое выше измерение скорости при помощи секундомера дает абсолютное значение, так как барабанчик счетчика получает скорость непосредственно с приводного механизма через механическую передачу 1 : 100. Такой метод измерения из числа использованных до сих пор методов измерения является наиболее точным, но такая точность, по нашему мнению, требуется только в редких случаях.

Измерение температуры ротора производится с помощью термистора, чувствительного к тепловому излучению. Термистор располагается на геометрической оси ротора и входит в трубу черного цвета, выходящего из верхней части ротора. Держатель термистора изолирован от наружной среды и его температура в общем совпадает с температурой ротора, таким образом устраняется ошибка от подвода тепла снаружи.

Температуру ротора можно измерять с точностью порядка 0,2° С! Преимуществом данной системы по сравнению с практикованной до сих пор установкой термистора непосредственно в ротор заключается в следующих: во-первых, термистор сам не вращается, во-вторых, не требуется применения ртутного контакта и исключается неопределенность от этого контакта.

При измерении температуры необходимо учитывать, что температура любой из точек ротора, но в первую очередь температура аналитической ячейки и находящейся в ней жидкости не являются совершенно идентичными, и вследствие этого обстоятельства нельзя говорить о точности выше 0,2° С даже в том случае, если температура и измеряется с большей точностью, ибо температура измеряется по оси ротора, а не в ячейке! Измерение температуры производится при помощи электроники, которая регулирует температуру с помощью нагревательного элемента, размещенного возле ротора, с точностью 0,1° С. Если необходимо изъять ротор из аппарата, тогда

термометрический элемент, а также небольшой нагревательный элемент могут быть отведены вверх и после этого они не мешают изъятию ротора из аппарата.

Охлаждение вакуумной камеры, то есть роторной среды производится при помощи небольшого компрессорного холодильника мощностью 0,3 квт с воздушным охлаждением и совершенно закрытой конструкции. В качестве хладагента использован газ фреон 12. Испарение производится в трубах, припаянных к медному кожуху, охватывающему ротор. Температуру кожуха можно регулировать с помощью отдельной автоматики. Холодильная система работает надежно. Система охлаждения является столь эффективной, что температуру ротора можно регулировать при любой температуре вниз вплоть до -5°C . При низких скоростях, то есть ниже 30 000 можно поддерживать температуру даже в -10°C .

Для измерений при высоких температурах разработан специальный нагревательный элемент, который можно установить впоследствии в вакуумную камеру простым образом. При помощи этого метода измерения можно производить до температуры $+150^{\circ}\text{C}$, используя при этом специальный ротор. Нагревательный кожух располагается внутри холодильного кожуха, но во время нагрева работает также охлаждение и предотвращает нагрев вакуумной камеры и оболочки.

Как уже говорилось выше, в аппарат типа 3170 встроены оптики Фильпот—Свенсена и Интерференция, которые хорошо оправдались в выпущенных до сих пор ультрацентрифугах Венгерского оптического комбината. Изменения произведены по оправке и размещению оптики, далее легкой ее доступности и в облегчении ее очистки. Фотографирование можно производить автоматически. Время экспозиции и время интервалов между отдельными снимками можно устанавливать заранее. Естественно, можно производить также экспонирование от руки. Используется пленка 120, на которую можно сфотографировать 16 кадров оптикой Фильпот или 64 кадра оптикой Интерференция. Эту

пленку можно получить всюду, ведь его используют также фотолюбители. Новшеством является то, что текст, написанный на небольшую дощечку, можно сфотографировать на пленку, например, индентифицирующие надпись, дата и т. п. Фотоавтоматика состоит из малогабаритной кассеты с автоматическим протягиванием пленки и экспонирующей части (устанавливающей экспозицию); последний узел работает от синхронного моторчика. Визуальное наблюдение при помощи зеркала во время фотографирования автоматически отключается. Источником света для оптики служит ртутная лампа мощностью 200 вт. Оптика снабжена фазовой пластинкой.

Степень *вакуума*, получаемого в аппарате, достигает 10^{-3} мм рт. ст., который вырабатывается предварительным вакуумным насосом и диффузионным вакуумным насосом.

Оболочка, защищающая от возможных разрывов ротора, имеет большую толщину, чем у любых других аппаратов. Толщина внутренней защитной кольцеобразной оболочки составляет 48 мм, а наружной 12 мм. Толстая защитная оболочка, а также специальное крепление крышек дают совершенную защиту от возможных разрывов ротора.

Ультрацентрифуга типа 3170 пригодна для выполнения как серийных, так и самых тонких исследований. На аппарате в течение продолжительного времени производились измерения равновесия, но он может быть использован также для любых препаративных целей. Таким образом, мы надеемся, что имеем возможность предоставить в распоряжение потребителя такой аппарат, который может быть использован для самых различных целей.

Усовершенствование аппарата продолжается. Сказанное относится в первую очередь к принадлежностям: роторам, ячеекам, зонным роторам, а также к другим узлам, допускающим последующую установку на аппарате.

По нашему мнению, ультрацентрифуга типа 3170 будет полезным средством при выполнении научно-исследовательских работ.