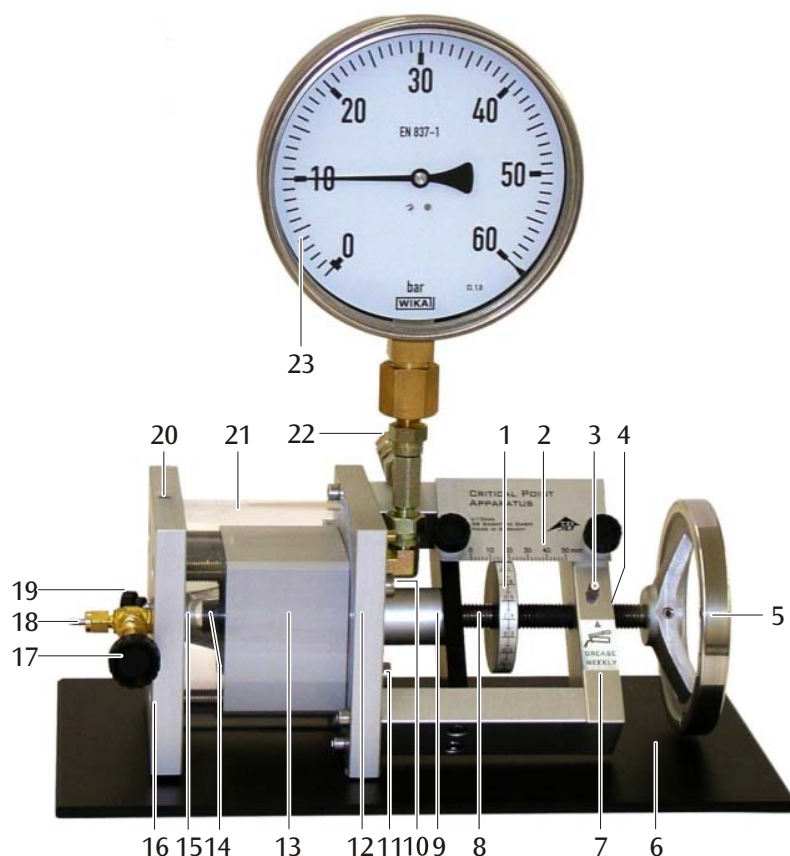


Apparatur zum kritischen Punkt 1002670

Bedienungsanleitung

01/13 MH/JS



- 1 Mitdrehende Skala
- 2 Feststehende Skala
- 3 Schmiernippel
- 4 Gewindebuchse
- 5 Handrad
- 6 Grundplatte
- 7 Bügel
- 8 Gewindestange mit Kolben
- 9 Kolbenschutz
- 10 Abfluss für Temperiermedium
- 11 Zufluss für Temperiermedium
- 12 Basisplatte
- 13 Zylinder
- 14 Hutfichtung
- 15 Messzelle
- 16 Ventilplatte
- 17 Regulierventil
- 18 Gasanschlussstutzen 1/8" (für Minican®-Gaskanister)
- 19 Spülventil
- 20 Bohrung für Temperaturfühler
- 21 Temperiermantel
- 22 Sicherheitsventil
- 23 Manometer (Überdruckanzeige)

1. Inhalt der Bedienungsanleitung

Die Apparatur zum kritischen Punkt ist bei Auslieferung mit Hydrauliköl jedoch nicht mit Testgas gefüllt.

Vor der Befüllung mit Testgas sollte eine Volumenkalibrierung gemäß Abschnitt 6 mit Luft als idealem Gas durchgeführt werden.

Die Befüllung mit Testgas selbst ist in Abschnitt 7 beschrieben.

Experimentelle Untersuchungen sind in Abschnitt 8 erläutert.

Hinweise zur Einlagerung bei längeren Pausen gibt Abschnitt 9.

Wegen der unvermeidlichen Diffusion des Testgases durch die Hutfichtung ist nach längeren Standzeiten und vor einer geplanten testgasfreien Einlagerung der Apparatur das Hydrauliköl entsprechend Abschnitt 10 zu entgasen.

Die Gewindebuchse im Bügel muss regelmäßig gefettet und in größeren Abständen überprüft werden. Dies ist in Abschnitt 11 beschrieben.

Die in Abschnitt 12 beschriebenen Wartungsarbeiten sind erst dann erforderlich, wenn die Gummiteile durch Alterung in ihrer Funktion beeinträchtigt sind.

2. Sicherheitshinweise

Bei bestimmungsgemäßem Gebrauch ist der Umgang mit der Apparatur zum kritischen Punkt ungefährlich, da Experimentator und Apparatur durch ein Sicherheitsventil geschützt werden. Dennoch sind einige Vorsichtsregeln unbedingt zu beachten:

- Gesamte Bedienungsanleitung sorgfältig lesen und beachten.
- Maximal zulässige Werte für Druck und Temperatur (60 bar und 10–60°C) nicht überschreiten.
- Apparatur nur unter Aufsicht betreiben.
- Schutzbrille tragen.

Eine Temperaturerhöhung darf nur bei geringem Druck und möglichst bei reiner Gasphase in der Messzelle vorgenommen werden.

- Vor einer Temperaturerhöhung das Handrad möglichst bis zum maximalen Volumen herausdrehen.

Während des Einstellens darf das Sicherheitsventil nicht in die Richtung von Personen oder Gegenständen zeigen, die durch ein Herausschießen der Ventilkappe verletzt bzw. zerstört werden könnten. Auch beim normalen Experimentieren ist auf die Ausrichtung des Sicherheitsventils zu achten:

- Apparatur grundsätzlich so aufstellen, dass das Sicherheitsventil nicht in die Richtung von Personen oder zu schützenden Gegenständen zeigt.
- Zur Einstellung des Sicherheitsventils mit den Armen von vorne um die Apparatur herum nach hinten zum Sicherheitsventil greifen.

Die Hutdichtung wird bei Überlastung zerstört:

- Niemals bei offenem Regulierventil oder Spülventil, d.h. ohne Gasgedrückt in der Messzelle, einen Druck über 5 bar einstellen.
- Niemals bei geschlossenen Ventilen durch Zurückdrehen des Handrades einen Unterdruck erzeugen.

Im Bügel befindet sich eine Gewindebuchse, die als sicherheitsrelevantes Bauteil einzustufen ist (siehe Abschnitt 9).

- Gewindebuchse alle 100 Zyklen schmieren.
- Gewindebuchse einmal jährlich prüfen.

Um Korrosionsschäden im Gerät zu vermeiden,

- Gemisch aus Wasser und Kühlerschutzmittel im Verhältnis 2:1 als Temperiermedium verwenden.

Nur für SF₆ als reales Gas und Stickstoff als ideales Gas.

3. Beschreibung

Die Apparatur zum kritischen Punkt ermöglicht die Untersuchung von Kompressibilität und Verflüssigung eines Gases, die Bestimmung des kritischen Punktes und die Aufnahme der Isothermen des p-V-Diagramms (Clapeyron-Diagramm). Als Testgas wird Schwefelhexafluorid (SF₆) eingesetzt, das mit einer kritischen Temperatur von 318,6 K (45,5°C) und einem kritischen Druck von 3,76 MPa (37,6 bar) einen einfachen Aufbau ermöglicht.

Die Apparatur enthält eine durchsichtige Messzelle in besonders dichter und druckfester Ausführung. Das Volumen in der Messzelle wird durch fein dosierbare Drehung eines Handrades verändert, wobei die Volumenänderung mittels einer feststehenden und einer mitdrehenden Skala mit einer Genauigkeit von einem 1/1000 des Maximalvolumens abgelesen werden kann. Der Druckaufbau erfolgt durch ein Hydrauliksystem mit Rizinusöl in einer für medizinische Anwendungen zugelassenen Qualität. Messzelle und Hydrauliksystem sind durch eine Hutdichtung getrennt, die sich bei einer Volumenvergrößerung einrollt. Durch diese Konstruktion ist die Druckdifferenz zwischen Messzelle und Ölraum praktisch vernachlässigbar. Ein Manometer misst anstelle des Gasdruckes den Öldruck, ohne ein Totvolumen in der Messzelle zu beanspruchen. Bei der Beobachtung der Übergänge von der gasförmigen in die flüssige Phase und umgekehrt kann daher sowohl die Entstehung des ersten Flüssigkeitstropfens wie auch das Verschwinden der letzten Gasblase beobachtet werden.

Die Messzelle ist von einer transparenten Wasserkammer umhüllt. Über einen Umwälzthermostaten lässt sich somit eine konstante Temperatur mit hoher Genauigkeit einstellen, wobei die Temperatur über ein Thermometer abgelesen und kontrolliert werden kann.

Die guten Ablesemöglichkeiten von Volumen, Druck und Temperatur erlauben die Aufnahme von p-V- oder pV-p-Diagrammen ohne großen Aufwand mit qualitativ richtigen Ergebnissen. Mit einer druck- und temperaturabhängigen Volumenkorrektur lassen sich auch quantitativ richtige Ergebnisse erzielen, die einem Vergleich mit Literaturwerten standhalten.

4. Lieferumfang

- 1 Apparatur zum kritischen Punkt, gefüllt mit Hydrauliköl (Rizinusöl) jedoch ohne Testgas (SF₆), mit montiertem Gasanschlussstutzen für MINICAN®-Gaskanister und Schutz für Gasanschluss
- 1 Öl-Befüll-Vorrichtung
- 1 Sechskant-Winkelschraubendreher 1,3 mm (für Madenschraube der mitdrehenden Skala)
- 1 Kunststoffschlauch, 3 mm Innendurchmesser
- 1 Rohrverschraubung für 1/8" (SW 11)
- 1 Fettpresse

5. Technische Daten

Schwefelhexafluorid:

Kritische Temperatur:	318,6 K (45,5°C)
Kritischer Druck:	3,76 MPa (37,6 bar)
Kritisches Volumen:	197,4 cm ³ /Mol
Kritische Dichte:	0,74 g/Mol

Maximalwerte:

Temperaturbereich:	10–60°C
Maximaldruck:	6,0 MPa (60 bar)
Schwellwert des Sicherheitsventils:	6,3 MPa (63 bar)
Theoretische Dauerfestigkeit:	7,0 MPa (70 bar)
Theoretischer Berstdruck:	>20,0 MPa (200 bar)

Materialien:

Probegas:	Schwefelhexafluorid
Hydrauliköl:	Rizinusöl
Messzelle:	Acrylglas
Temperiermantel:	Acrylglas
Empf. Temperiermedium:	Gemisch aus Wasser und Kühlerschutzmittel im Verhältnis 2:1

Volumenbestimmung:

Kolbendurchmesser:	20,0 mm
Kolbenfläche:	3,14 cm ²
Verstelltes Volumen:	3,14 cm ² × Verstellweg
Maximalvolumen:	15,7 cm ³
Skalenteilung für Verstellweg:	0,05 mm
Maximaler Verstellweg:	50 mm

Druckbestimmung:

Manometer:	Klasse 1.0 (max. 1% Abweichung vom Skalenendwert)
Messgröße:	Überdruck
Anzeige:	bis 60 bar
Manometerdurchmesser:	160 mm

Anschlüsse:

Bohrung für Temperaturfühler:	6 mm Ø
Anschlüsse für Temperiermittel:	7 mm Ø
Anschluss des Reduzierventils:	1/8 Zoll Ø
Gasanschluss:	1/8" (3,17 mm) Ø (bei Auslieferung)

Allgemeine Daten:

Abmessungen:	380 x 200 x 400 mm ³
Masse:	ca. 7 kg

6. Volumenkalibrierung

6.1 Vorbemerkung:

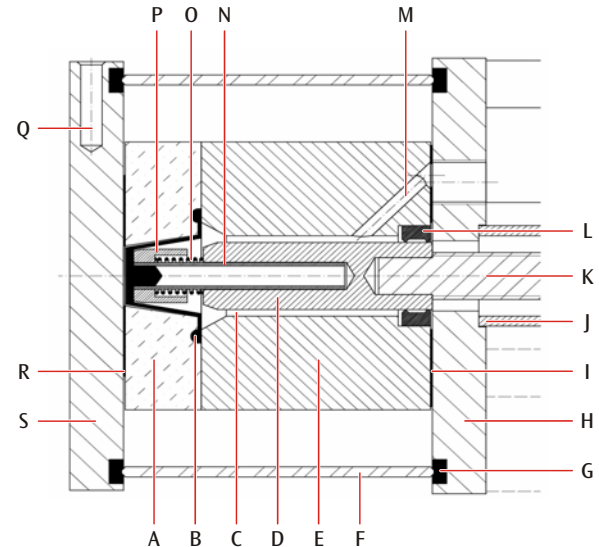


Fig. 1: Schnitt durch die Apparatur mit Messzelle (A), Hutdichtung (B), Ölraum (C), Kolben (D), Zylinder (E), Temperiermantel (F), Silikondichtung (G), Basisplatte (H), quadratische Gummidichtung (I), Kolbenschutz (J), Gewindestange (K), Dichtring (L), Manometeranschluss (M), Führungsrohr (N), Feder (O), Hülse (P), Bohrung für Temperaturfühler (Q), runde Gummidichtung (R) und Ventilplatte (S)

Eine Drehung am Handrad dreht den Kolben über die Gewindestange in den Zylinder hinein oder heraus, wodurch sich das Volumen im Ölraum ändert (siehe Fig. 1). Da Öl nahezu inkompressibel ist und bis auf die Hutdichtung alle anderen Teile nahezu starr sind, bewirkt die Volumenänderung im Ölraum eine Deformation der Hutdichtung und damit eine nahezu gleich große Volumenänderung ΔV_G in der Messzelle.

Für ΔV_G gilt also in erster Näherung:

$$\Delta V_G = A \cdot \Delta s \quad (1)$$

mit $A=3,14 \text{ cm}^2$ und $\Delta s =$ Verstellweg des Kolbens.

Der Kolbenweg wird in Schritten von 2 mm auf der feststehenden Skala angezeigt, Zwischenwerte können auf der mitdrehenden Skala in Schritten von 0,05 mm abgelesen werden.

Die feststehende Skala kann nach Lösen der beiden Rändelschrauben verschoben, die mitdrehende Skala nach Lösen der (zwischen den Skalenpositionen 09 und 10 angeordneten) Madenschraube verschoben sowie um die Gewindestange gedreht werden.

6.2 Nullpunktkalibrierung:

Der Nullpunkt der Volumenskala muss durch eine Kalibrierung ermittelt werden.

Hierzu bedient man sich der Tatsache, dass sich Luft im Druckbereich von 1–50 bar und im Temperaturbereich von 270–340 K wie ein ideales Gas verhält (der Realgasfaktor weicht um weniger als 1% von 1 ab). Daher gilt bei konstanter Temperatur (z.B. bei Raumtemperatur) für zwei Kolbenwege s_0 und s_1 sowie die zugehörigen Drücke p_0 und p_1 der eingeschlossenen Luft

$$p_0 \cdot s_0 = p_1 \cdot s_1 \quad (2)$$

Mit $s_0 = s_1 + \Delta s$ ergibt sich nach Umstellung:

$$s_1 = \frac{p_0}{p_1 - p_0} \cdot \Delta s \quad (3)$$

Grobjustierung der Skalen:

- Regulierventil weit öffnen.
- Madenschraube der mitdrehenden Skala um eine halbe Umdrehung lösen (die Skala lässt sich jetzt auf der Gewindestange leicht verdrehen, ohne das Handrad zu bewegen; dem selbstständigen Verdrehen wirkt aber noch ein federndes Druckstück entgegen).
- Handrad bis zum merklichen Widerstand herausdrehen.
- Ohne das Handrad zu bewegen, mitdrehende Skala auf der Gewindestange verdrehen, bis die 0,0-Markierung oben ist und auf der feststehenden Skala ca. 48 mm angezeigt werden.
- Rändelschrauben der feststehenden Skala lösen und die Skala seitlich verschieben, bis der Strich bei 48 mm exakt über der Mittellinie der mitdrehenden Skala liegt (siehe Fig. 2).
- Rändelschrauben wieder anziehen; dabei darauf achten, dass die feste Skala nicht auf die mitdrehende Skala drückt.

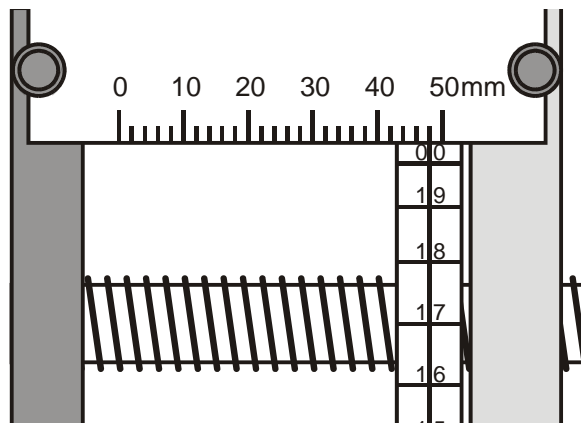


Fig. 2: Anzeige der Kolbenposition 48,0 mm

Nullpunktkorrektur:

- Regulierventil schließen (der Druck in der Messzelle entspricht jetzt dem Umgebungsdruck $p_0 = 1$ bar; das Manometer zeigt im Rahmen der Messgenauigkeit den Überdruck 0 bar an).
- Handrad hineindreihen, bis 15 bar Überdruck angezeigt werden (Absolutdruck $p_1 = 16$ bar).
- Kolbenposition s_1 ablesen und daraus den Verstellweg $\Delta s = s_0 - s_1$ berechnen.
- Nullpunktkorrigierte Kolbenposition $s_{1, \text{corr}}$ nach Gl. 3 berechnen.
- Mitdrehende Skala auf den korrigierten Wert einstellen und ggf. die feststehende Skala nochmals verschieben.
- Handrad ggf. etwas herausdrehen und die mitdrehende Skala mit der Madenschraube fixieren.

Messbeispiel:

$p_0 = 1$ bar, $p_1 = 16$ bar, $p_1 - p_0 = 15$ bar
 $s_0 = 48,0$ mm, $s_1 = 3,5$ mm, $\Delta s = 44,5$ mm
 das ergibt $s_{1, \text{corr}} = 2,97$ mm.

Die mitdrehende Skala ist daher so zu verstellen, dass anstelle von 3,50 mm nun 2,97 mm angezeigt wird.

Hinweis:

Nach dieser Nullpunktkalibrierung erhält man bereits qualitativ richtige Messwerte. Bezüglich T und p werden die Isothermen im zweiphasigen Bereich bis zum kritischen Punkt auch quantitativ richtig erfasst. Allerdings sind besonders im flüssigen Bereich die gemessenen Isothermen etwas zu weit gespreizt.

6.3 Ausführliche Kalibrierung:

Der genaue Zusammenhang zwischen dem Volumen V_G in der Messzelle und der Skalanzeige s ist von der eingefüllten Ölmenge im Ölraum abhängig. Außerdem dehnt sich der Ölraum proportional zum Druck geringfügig aus, was auf die Rohrfeder im Manometer zurückzuführen ist. Zusätzlich dehnt sich Rizinusöl bei einer Temperaturerhöhung stärker aus, als der Rest der Apparatur, wodurch der Druck mit zunehmender Temperatur leicht übermäßig ansteigt. All diese Effekte können nach einer entsprechenden Kalibrierung mit Luft als idealem Gas herausgerechnet werden.

Die ideale Gasgleichung lautet:

$$\frac{p \cdot V}{T} = n \cdot R \quad (4)$$

$$\text{mit } R = 8,314 \frac{\text{J}}{\text{K mol}}$$

Dabei lässt sich der Absolutdruck gemäß

$$p = p_e + 1 \text{ bar} \quad (6)$$

aus dem abgelesenen Überdruck p_e berechnen. Für die absolute Temperatur gilt:

$$T = \vartheta + \vartheta_0 \text{ mit } \vartheta_0 = 273,15^\circ\text{C} \quad (7)$$

Das Volumen berechnet sich gemäß

$$V_G = A \cdot s \quad (8)$$

mit $A=3,14 \text{ cm}^2$ und dem „wirksamen“ Kolbenweg s .

Der wirksame Kolbenweg ergibt sich aus dem abgelesenen Kolbenweg s_e wie folgt:

$$s = s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_\vartheta \cdot \vartheta \quad (9)$$

Einsetzen in Gl. 4 ergibt:

$$\frac{p \cdot (s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_\vartheta \cdot \vartheta) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R = 0 \quad (10)$$

Nimmt man mehrere Messpunkte bei verschiedenen Temperaturen und Drücken auf, so ist der Term

$$Q = \sum_{i=1}^n \left(\frac{p_i \cdot (s_i + s_0 + \beta_p \cdot p_i - \beta_\vartheta \cdot \vartheta_i) \cdot A}{\vartheta_i + \vartheta_0} - n \cdot R \right)^2 \quad (11)$$

zu berechnen und die freien Parametern s_0 , β_p , β_ϑ und n so zu wählen, dass Q minimal wird.

Zusätzlich erforderlich (vgl. Abschnitt 8):

- 1 Kompressor oder Fahrradluftpumpe und Fahrradventil
- 1 Bad-/Umwälzthermostat 1008653/1008654
- 1 Digital-Sekunden-Taschenthermometer 1002803
- 1 Tauchfühler NiCr-Ni Typ K, -65°C bis 550°C 1002804
- 2 Silikonschläuche, 1 m 1002622
- 1 | Kühlerschutzmittel mit Korrosionsschutz-Additiven für Aluminium-Motoren (z.B. Glystantin® G30 der Fa. BASF)

Durchführung der Kalibrierung:

- Umwälzthermostat wie in Abschnitt 8 beschriebenen anschließen und mit Wasser-Kühlerschutz-Gemisch füllen.
- Kunststoffschlauch mit Innendurchmesser 3 mm auf den Gasanschlussstutzen 1/8" stecken.
- Regulierventil öffnen.
- Kolben mit dem Handrad z.B. bis zur Position 46,0 mm herausdrehen.
- Mit Kompressor oder einer Fahrrad-Luftpumpe einen Luft-Überdruck von ca. 3–8 bar in der Messzelle erzeugen.
- Regulierventil schließen.

- Zur Aufnahme einiger Messwerte das Volumen in der Messzelle oder die Temperatur am Thermostaten variieren, Einstellung des stationären Gleichgewichts abwarten und Druck ablesen.
- Mit einer geeigneten Anpassungssoftware die Parameter s_0 , β_p , β_ϑ und n so bestimmen, dass die Fehlerquadratsumme Q minimal wird (vgl. Gl. 11).
- Falls gewünscht die mitdrehende Skala um den Wert s_0 verdrehen, wodurch diese Korrektur herausfällt.

Mit den so bestimmten Parametern wird gemäß Gl. 9 aus der abgelesenen Kolbenposition s_e die „wirksame“ Kolbenposition s berechnet und daraus gemäß Gl. 8 das kalibrierte Messzellenvolumen.

Messbeispiel:

Tab. 1: Messwerte zur Kalibrierung

i	s_e / mm	ϑ	p / bar
1	40,0	20,0°C	6,6
2	20,0	20,0°C	12,4
3	10,0	20,0°C	23,3
4	5,0	20,0°C	41,8
5	3,5	20,0°C	53,9
6	5,0	20,0°C	41,8
7	5,0	10,0°C	38,9
8	5,0	30,0°C	45,3
9	5,0	40,0°C	49,0
10	5,0	50,0°C	53,5

Es ergeben sich folgende Parameterwerte:

$$s_0 = 0,19 \text{ mm}, \beta_p = 0,023 \frac{\text{mm}}{\text{bar}}, \beta_\vartheta = 0,034 \frac{\text{mm}}{\text{grad}} \text{ und } n = 0,00288 \text{ mol.}$$

7. Befüllung mit Testgas

7.1 Umgang mit Schwefelhexafluorid:

Schwefelhexafluorid (SF_6) ist ungiftig und für den Menschen vollkommen ungefährlich. Der MAK-Wert, bei dem Erstickungsgefahr durch Sauerstoffverdrängung droht, beträgt 1000 ppm. Das entspricht ca. 6 Messzellen-Füllungen pro 1 m^3 Luft.

Allerdings ist SF_6 sehr umweltschädlich und weist einen 24.000-mal stärkeren Treibhauseffekt auf als CO_2 . Daher sollten nicht größere Mengen in die Umwelt freigesetzt werden.

7.2 Gasanschluss über eine feste Rohrleitung:

Zusätzlich erforderlich:

1 SF_6 -Gasflasche mit einer vom Gashersteller bzw. -vertreiber empfohlenen Gasarmatur, z.B. Gasflasche SH ILB und Regulierventil Y11 L215DLB180 von Fa. Airgas (www.airgas.com)

1 Rohrleitung mit Außendurchmesser 1/8" und ggf. Reduzierstücke, z.B. von Fa. Swagelok (www.swagelok.com)

1 Maulschlüssel SW 13, 1 Maulschlüssel SW 11

Gemäß den Grundsätzen einer „guten Laborpraxis“ ist insbesondere bei regelmäßiger Nutzung der Apparatur zum kritischen Punkt der Gasanschluss über eine feste Rohrleitung zu empfehlen.

Eine Befüllung beginnt mit mehreren Spülvorgängen zum Herausspülen der Luft aus der Rohrleitung. Die Zahl der Spülvorgänge hängt ab von der Rohrleitungslänge (genauer vom Verhältnis Leitungsvolumen/Messzellenvolumen). Vom Treibhausgas SF_6 sollte dabei möglichst wenig in die Umwelt freigesetzt werden.

Anschluss der festen Rohrleitung:

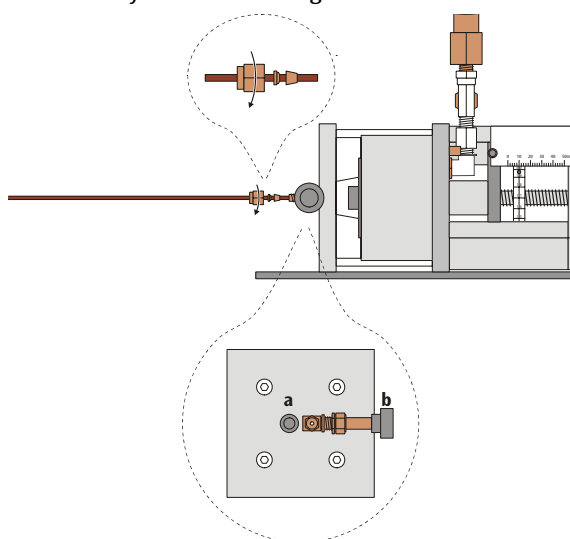


Fig. 3: Anschluss der festen Rohrleitung
(a) Spülventil, (b) Regulierventil

- Ggf. Schutz für Gasanschluss abziehen und Gasanschlussstutzen 1/8" durch Lösen der Überwurfmutter (SW 11) entfernen.
- Rohrleitung (ggf. mit Reduzierstücken) an die Gasarmatur anschließen.
- Mitgelieferte Rohrverschraubung beginnend mit der Überwurfmutter auf die Rohrleitung schieben (siehe Fig. 3, Reihenfolge und Ausrichtung wie mit dem Kabelbinder vorgegeben!).
- Rohrleitung in das Regulierventil stecken und die Überwurfmutter soweit festziehen, bis sich die Rohrleitung gerade nicht mehr mit den Fingern verschieben lässt.
- Regulierventil mit einem Maulschlüssel (SW 13) kontern und Überwurfmutter um weitere 270° festdrehen.

Nun ist die Verbindung gasdicht. Beim späteren Lösen der Überwurfmutter ist das Regulierventil ebenfalls mit einem Maulschlüssel zu kontern.

Herausspülen der Luft:

- Kolben mit Handrad auf Position 10 mm stellen.
- Regulierventil langsam öffnen und SF_6 einströmen lassen, bis ca. 10 bar angezeigt werden.
- Regulierventil schließen.
- Spülventil wenig öffnen, bis die Druckanzeige auf fast 0 bar abgesunken ist.
- Spülventil schließen.

Befüllung mit Testgas:

- Nach mindestens vier Spülvorgängen das Regulierventil öffnen, bis wiederum 10 bar angezeigt werden.
- Regulierventil schließen.
- Kolben mit Handrad auf z.B. 46 mm zurückdrehen.
- Regulierventil langsam öffnen und bei Erreichen von 10 bar wieder schließen.

7.3 Gasbefüllung aus einer MINICAN®:

Zusätzlich erforderlich:

1 MINICAN®-Gaskanister mit SF_6 , z.B. von Fa. Westfalen (www.westfalen-ag.de)

Bei gelegentlicher Nutzung der Apparatur, ist es günstiger, das Testgas aus einem MINICAN®-Gaskanister zu entnehmen. Der Gasanschluss einer MINICAN® ist ähnlich aufgebaut wie ein Ventil an einer handelsüblichen Sprühdose, d.h. es öffnet, wenn die MINICAN® direkt auf den Gasanschlussstutzen gedrückt wird.

Auch hier beginnt eine Befüllung mit mehreren Spülvorgängen zum Herausspülen der Luft.

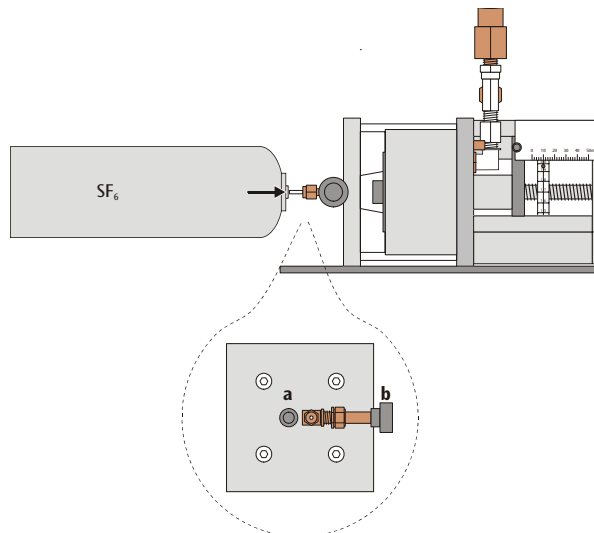


Fig. 4: Einfüllen des Testgases aus einem MINICAN®-Gaskanister (a) Spülventil, (b) Regulierventil

Herausspülen der Luft:

- Ggf. Schutz für Gasanschluss abziehen
- Kolben mit Handrad auf Position 10 mm stellen.
- MINICAN® mit SF₆ nach Entfernen der Schutzkappe an den Gasanschlussstutzen ansetzen.
- MINICAN® anpressen, Regulierventil (b) langsam öffnen und SF₆ einströmen lassen, bis ca. 10 bar angezeigt werden.
- Regulierventil schließen.
- Spülventil wenig öffnen, bis die Druckanzeige auf fast 0 bar abgesunken ist.
- Spülventil schließen.

Befüllung mit Testgas:

- Nach mindestens vier Spülvorgängen MINICAN® anpressen, Regulierventil langsam öffnen und SF₆ einströmen lassen, bis ca. 10 bar angezeigt werden.
- Regulierventil schließen.
- Kolben mit Handrad auf z.B. 46 mm zurückdrehen.
- MINICAN® anpressen, Regulierventil langsam öffnen und bei Erreichen von 10 bar wieder schließen.

7.4 Empfehlung für kurze Unterbrechungen:

Die Gasfüllung kann einige Tage in der Messzelle verbleiben.

Wenn keine Experimente durchgeführt werden, sollte der Kolben mit dem Handrad in eine möglichst druckarme Position - also z.B. auf 46 mm - zurückgedreht werden.

Nach Möglichkeit sollte die Apparatur immer mit dem Temperiermedium gefüllt bleiben.

8. Experimente

8.1 Experimenteller Aufbau:

Zusätzlich erforderlich:

- | | | |
|---|--|-----------------|
| 1 | Bad-/Umwälzthermostat | 1008653/1008654 |
| 1 | Digital-Sekunden-Taschenthermometer | 1002803 |
| 1 | Tauchfühler | |
| | NiCr-Ni Typ K, -65°C bis 550°C | 1002804 |
| 2 | Silikonschläuche, 1 m | 1002622 |
| 1 | Kühlerschutzmittel mit Korrosionsschutz-Additiven für Aluminium-Motoren (z.B. Glysantin® G30 der Fa. BASF) | |

- Apparatur in zur Beobachtung der Messzelle gut geeigneter Höhe aufstellen und so ausrichten, dass das Sicherheitsventil nicht auf Personen oder zu schützende Gegenstände gerichtet ist.
- Silikonschläuche vom Ausfluss des Umwälzthermostaten zum Zufluss des Temperiermantels und vom Ausfluss des Temperiermantels zum Zufluss des Umwälzthermostaten anschließen.
- Temperiermedium aus 2 Volumenteilen Wasser und 1 Volumenteil Kühlerschutzmittel herstellen.
- Umwälzthermostat füllen.

8.2 Qualitative Beobachtungen:

Flüssiger und gasförmiger Zustand, dynamischer Zustand beim Phasenübergang, Ausbildung der Übergangspunkte bei verschiedenen Temperaturen.

- Volumen durch Drehen am Handrad und Temperatur am Thermostaten unter Beachtung der Sicherheitshinweise variieren.
- Zur leichteren Beobachtung der Grenzfläche zwischen Flüssigkeit und Gas vorsichtig am Aufbau wackeln.

In der Nähe des kritischen Punktes kann auch die kritische Opaleszenz beobachtet werden: Durch einen ständigen Wechsel zwischen flüssigem und gasförmigen Zustand in kleinen Bereichen der Messzelle entsteht eine Art „Nebel“ und das Schwefelhexafluorid erscheint trübe.

8.3 Messung von Isothermen im p - V -Diagramm:

- Bei maximalem Volumen die gewünschte Temperatur am Umwälzthermostaten einstellen.
- Schrittweise das Volumen in der Messzelle bis zur Kolbenposition 10 mm verkleinern, Einstellung des stationären Gleichgewichts abwarten und Druck ablesen.
- Anschließend bei möglichst kleinem Volumen beginnend das Volumen schrittweise bis zur gleichen Kolbenposition 10 mm vergrößern, Einstellung des stationären Gleichgewichts abwarten und Druck ablesen.
- Überdrücke in Absolutdrücke und die Kolbenpositi-

onen gemäß Abschnitt 6 in Volumina umrechnen.

Im Bereich kleiner Volumina wird das stationäre Gleichgewicht schneller beim Übergang von hohen Drücken zu niedrigen Drücken – also vom kleineren zum größeren Volumen – erreicht, da die Phasengrenzfläche des Phasenübergang von flüssig nach gasförmig auch durch Dampfblasen überall in der Flüssigkeit gebildet wird. Die Gleichgewichtseinstellung dauert dann etwa 1–5 min, wobei die Messpunkte am Rand des zweiphasigen Gebietes die längste Zeit benötigen.

Der empfohlene Grenzwert von 10 mm bezieht sich auf einen Einfülldruck von 10 bar. Im erlaubten Temperaturbereich liegt oberhalb dieses Wertes sicher noch keine Flüssigphase vor. Der Grenzwert wandert bei höheren Einfülldrücken nach „rechts“.

8.4 Messung von Isochoren im p - T -Diagramm:

- Gewünschte Ausgangstemperatur und anschließend gewünschtes Volumen einstellen.
- Temperatur schrittweise absinken lassen.
- Einstellung des stationären Gleichgewichts abwarten und Druck ablesen.

Im zweiphasigen Bereich bilden die so gemessenen Messpunkte die Dampfdruckkurve.

Die Gleichgewichtseinstellung dauert nach jeder Temperaturänderung bis zu 20 min, da zunächst das Wasserbad und die Messzelle die gewünschte Temperatur erreichen müssen.

8.5 Bestimmung der Gasmasse:

Ausblasen des Gases aus der Messzelle in eine gasdichte Plastiktüte und anschließende Wägung:

- Ggf. Rohrleitung entfernen und Gasanschlussstutzen montieren.
- Handrad weit herausdrehen, z.B. auf 46 mm.
- Regulierventil wenig öffnen und das Gas über den Gasabschlussstutzen in die Plastiktüte entlassen.
- Regulierventil schließen.
- Masse des ausgeblasenen Gases bestimmen, dabei Leergewicht der Tüte und Luftauftrieb beachten.
- Volumen der Messzelle verkleinern, bis der Druck in der Messzelle wieder den ursprünglichen Wert erreicht hat.
- Aus der Volumendifferenz vor und nach der Entleerung und dem noch vorhandenen Volumen in der Messzelle die ursprünglich vorhandene Gasmasse berechnen.

Abgleich mit Literaturwerten:

Mit Hilfe von Tabellenwerken, z.B. Clegg et al. [4], wird alternativ aus Messwerten ϑ , p und V die Gasmasse in der Messzelle berechnet.

8.6 Auswertung:

In Fig. 5 ist zu erkennen, dass mit der relativ einfachen Apparatur Messwerte erzielt werden können, die einen Vergleich mit den auch im Diagramm eingezeichneten Literaturwerten nicht zu scheuen brauchen.

8.7 Literatur:

- [1,2] Sulphur Hexafluoride, Firmenschrift S.27[1],30[2] und Solvay Fluor und Derivate GmbH, Hannover, Germany, 2000
- [3] Otto und Thomas, in: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971
- [4] Clegg et al., in: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971
- [5] Din, F.: Thermodynamic Functions of Gases, Vol. 2, Butterworths Scientific Publications, London, 1956
- [6] Vargaftik, N. B.: Handbook of Physical Properties of Liquids and Gases, 2nd ed., Hemisphere Publishing Corporation, Washington, 1983
- [7] Nelder, J. und Mead, R.: Comp. J., Vol. 7, S. 308, 1965

9. Einlagerung für längere Unterbrechungen

Wenn über einen längeren Zeitraum keine Experimente geplant sind, wird das Testgas abgelassen und der Kolben in die „Ruheposition“ gedreht, in der der konische Teil der Hüttdichtung minimal eingebeult ist und nicht gegen die Messzelle drückt.

- Ggf. Apparatur abkühlen lassen und Kolben mit dem Handrad in eine möglichst druckarme Position drehen.
- Testgas über das Spülventil ablassen.
- Kolben mit dem Handrad in die „Ruheposition“ bei etwa 5 mm drehen.
- Spülventil wieder schließen.
- Vor der endgültigen Einlagerung unbedingt das Hydrauliköl gemäß Abschnitt 10 entgasen, falls die Apparatur vorher lange Zeit in Betrieb war.
- Bei der Einlagerung direkte Sonneneinstrahlung vermeiden.
- Das Temperiermedium sollte in der Apparatur verbleiben, da die Additive Korrosion und Ausblühungen durch elektrochemische Spannungen zwischen den verschiedenen Materialien verhindern. Alternativ kann die Apparatur mit entionisiertem Wasser gespült und anschließend mit Pressluft (ölfrei, max. 1,1 bar) getrocknet werden.

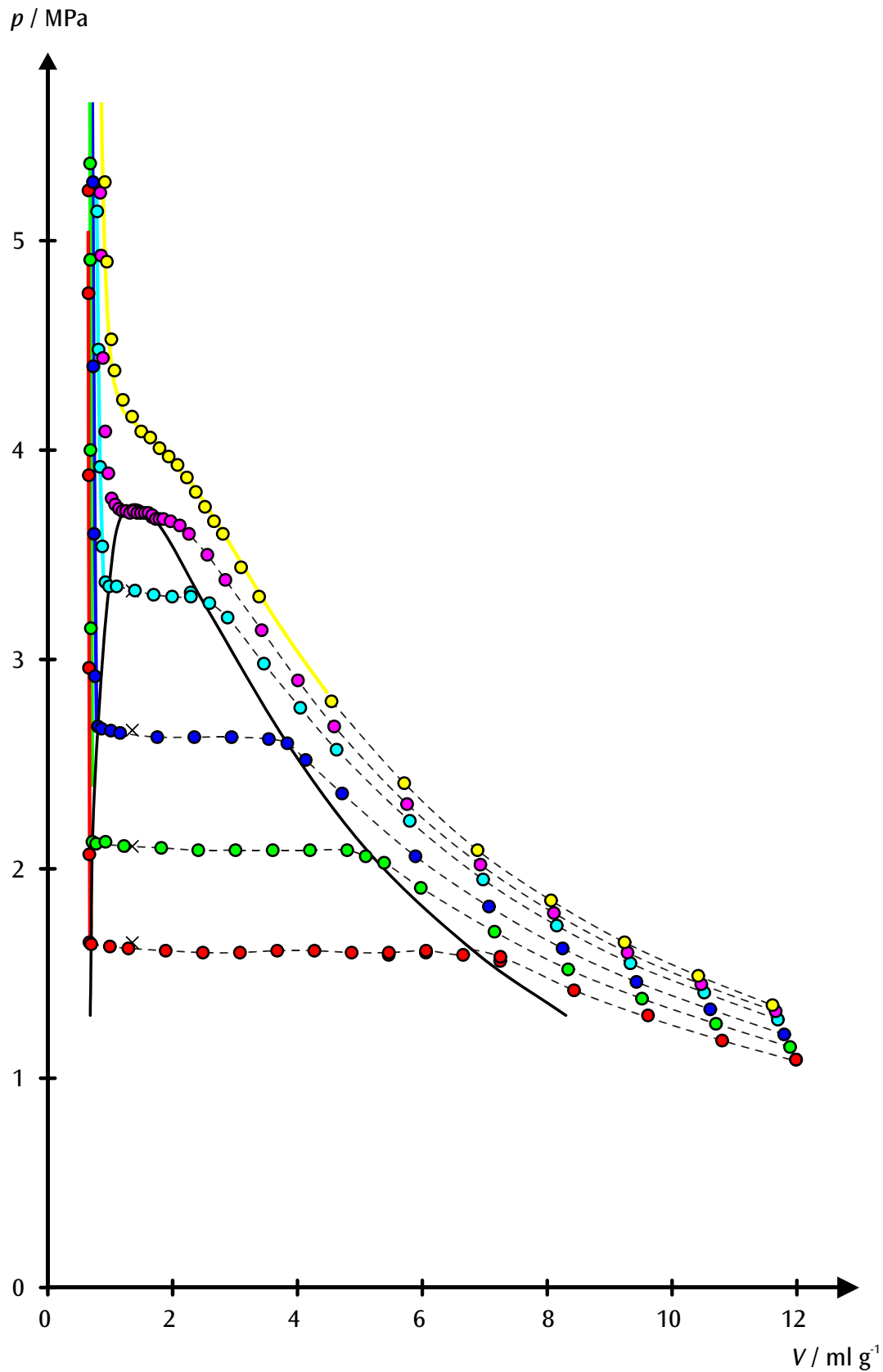


Fig. 5 p V -Diagramm von SF_6 , gemessen mit der Apparatur zum kritischen Punkt
 Messwerte bei 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) und 50°C (●),
 (—) Grenzlinie des Flüssig-Gas-Gemisches, (×) Literaturwerte aus [1] für Dampfdruck,
 Literaturwerte aus [2] für Flüssigkeitsdruck bei 10°C (—), 20°C (—), 30°C (—), 40°C (—)
 und 50°C (—)

10. Entgasen des Hydrauliköls

Durch die unvermeidliche Diffusion des Testgases durch die Huldichtung sinkt der Druck in der Messzelle über einen längeren Zeitraum langsam ab. Das durch die Huldichtung diffundierende Gas wird zunächst im Hydrauliköl gelöst und hat keinen nennenswerten Einfluss auf die Messungen.

Wenn jedoch das Testgas zur Lagerung der Apparatur abgelassen wird und entsprechend der Druck im Hydrauliköl auf den Umgebungsdruck fällt, dann entweicht Testgas gemäß dem Henryschen Gesetzes aus dem Hydrauliköl und führt zu einem langsamen Druckanstieg im Ölraum, der ohne Gasgedrückt in der Messzelle unbedingt zu vermeiden ist. Aus diesem Grund sollte vor der Einlagerung das Hydrauliköl entgast werden.

Zum Entgasen wird das Hydrauliköl unter Vakuum zum Sieden gebracht. Da der Druckunterschied zu beiden Seiten der Huldichtung nicht zu groß werden darf, wird dafür gesorgt, dass auf der Gasseite möglichst der gleiche Unterdruck herrscht.

Zusätzlich erforderlich:

- 1 Rizinusöl in DAB-Qualität z.B. 1002671
- 1 Vakuumschlauch, 6 mm Innendurchmesser
- 1 Absperrhahn (bzw. Dosierventil)
- 1 Drehschieberpumpe
- 1 Maulschlüssel SW 14, 1 Pinzette
- saugfähiges Papier, Schachtel

Lagerung der Apparatur:

- Ggf. Apparatur abkühlen lassen und Kolben mit dem Handrad in eine möglichst druckarme Position drehen.
- Testgas über das Spülventil ablassen und Spülventil schließen.
- Ggf. Gas-Rohrleitung demontieren und Gasanschlussstutzen montieren.
- Mitdrehende Skala lösen.
- Regulierventil öffnen.
- Kolben mit Handrad soweit hineindrehen, bis 1 bar Überdruck erreicht ist.
- Regulierventil schließen.
- Handrad zwei Umdrehungen zurückdrehen.
- Apparatur mit der Manometer-Skala nach unten auf den Arbeitsplatz legen, wobei das Manometer mit einer ca. 6 cm dicken Unterlage gestützt wird (siehe Fig. 6).

Achtung: Der Kolben darf keinesfalls weiter als 25 mm herausgedreht werden, da andernfalls bei den folgenden Arbeiten das Führungsrohr aus dem Kolben herausrutschen kann.

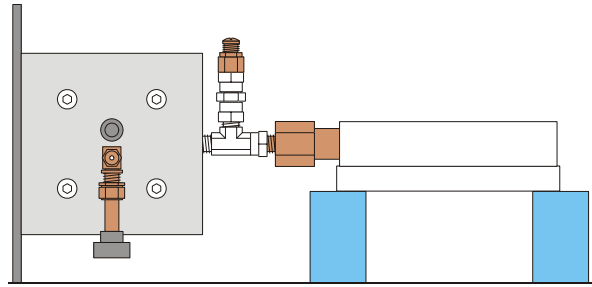


Fig. 6: Lagerung der Apparatur für die Ölbefüllung.

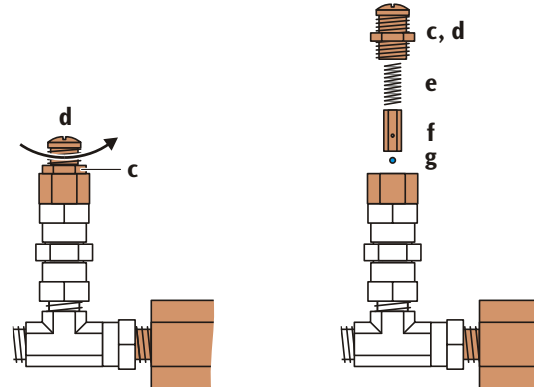


Fig. 7: Ausbau des Sicherheitsventils.

- (c) Kontermutter, (d) Ventilkappe, (e) Druckfeder, (f) Sechskantstempel, (g) Stahlkugel

Ausbau des Sicherheitsventils:

- Kontermutter (SW 14) des Sicherheitsventils lösen und Ventilkappe mit einem Schraubendreher herausdrehen (siehe Fig. 7).
- Nacheinander die Druckfeder, den Sechskantstempel und die Stahlkugel mit einer Pinzette entnehmen und z.B. in einer Schachtel ablegen.

Montage der Öl-Befüll-Vorrichtung:

- Überwurfmutter der Öl-Befüll-Vorrichtung lösen, Aufsatz abnehmen und Überwurfmutter über das Sicherheitsventil legen (siehe Fig. 8).
- Öl-Behälter nicht zu fest einschrauben (der O-Ring darf nicht herausquetschen).
- Regulierventil öffnen.
- Handrad zunächst ganz bis zum Anschlag am Bügel hineindrehen (ggf. mitdrehende Skala lösen) und danach das Handrad um 3 Umdrehungen herausdrehen.
- Saugfähiges Papier unterlegen und Öl-Behälter bis maximal zur Hälfte mit Rizinusöl befüllen.
- Aufsatz der Öl-Befüll-Vorrichtung mit der Überwurfmutter verschrauben.

Anschluss der Vakuumpumpe:

- Kunststoffschlauch mit 3 mm Innendurchmesser auf den Gasanschlussstutzen der Apparatur und den kleineren Stutzen der Öl-Befüll-Vorrichtung stecken.
- Zum Anschluss der Vakuumpumpe einen Vaku-

umschlauch mit 6 mm Innendurchmesser über einen Absperrhahn oder besser über ein Dosierventil an den größeren Stutzen der Öl-Befüll-Vorrichtung anschließen.

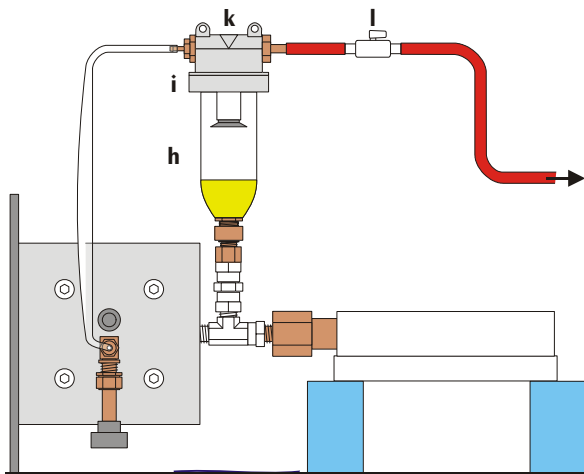


Fig. 8: Montage der Öl-Befüll-Vorrichtung und Anschluss der Vakuumpumpe (h) Ölbehälter, (i) Überwurfmutter, (k) Aufsatz, (l) Absperrhahn (bzw. Dosierventil)

Entgasen:

- Kontrollieren, ob das Regulierventil offen und das Spülventil geschlossen ist.
- Vakuumpumpe einschalten, Absperrhahn wenig öffnen und dabei die Schaumbildung im Rizinusöl beobachten.

Der Abpumpvorgang ist durch Schließen des Absperrhahns zu unterbrechen, wenn die Schaumbildung so stark ist, dass der am Aufsatz angebrachte Filter erreicht wird. Erst nachdem der Schaum zerfallen ist, wird der Absperrhahn wieder geöffnet.

Nach mehreren Minuten (abhängig vom Saugvermögen der angeschlossenen Vakuumpumpe) wird der Dampfdruck des Rizinusöls erreicht und es beginnt zu siedeln. Dies ist daran zu erkennen, dass „aus dem Nichts“ Dampfblasen entstehen, die sich auf ihrem Weg durch das Öl schnell vergrößern.

Jetzt ist das Öl ausreichend entgast.

- Regulierventil und Absperrhahn schließen.

Abbau:

- Vakuumschlauch vom Absperrhahn abziehen (das Schlauchstück mit dem Hahn verbleibt noch an der Öl-Befüll-Vorrichtung).
- Zur Vermeidung eines Druckstoßes den Absperrhahn langsam öffnen und den Druckausgleich abwarten.
- Schläuche von beiden Stutzen der Öl-Befüll-Vorrichtung abziehen.
- Behälter aus dem Sicherheitsventil herauserschrauben.

Da das Rizinusöl relativ dickflüssig ist, läuft es nur sehr langsam aus dem Behälter und dieser Arbeitsgang kann problemlos durchgeführt werden. Ein

Putztuch (Küchenpapier), das direkt nach dem Herausdrehen unter den Behälter gehalten wird verhindert jegliche Tropfenbildung.

- Mit einem Putztuch das überschüssige Öl aus dem Sicherheitsventil entfernen und danach das Handrad minimal hineindrehten, bis sich der Ölspiegel im Ventil genau auf der Höhe der Auflagekante der Stahlkugel befindet.
- Stahlkugel einlegen, den Sechskantstempel mit der kurzen Bohrung auf die Kugel stellen (Pinzette) und die Druckfeder in die längere Bohrung stecken.
- Ventilkappe vorsichtig (nicht zu fest) bis zum Anschlag einschrauben und 2 Umdrehungen lösen.

Sicherheitsventil einstellen:

- Apparatur aufrichten und so aufstellen, dass das Sicherheitsventil nicht in die Richtung von Personen oder zu schützenden Gegenständen zeigt.
- Regulierventil öffnen, Handrad ganz herausdrehen und Regulierventil wieder schließen.
- Handrad hineindrehten bis ca. 65 bar Überdruck erreicht werden.
- Mit den Armen von vorne um die Apparatur herum nach hinten zum Sicherheitsventil greifen und Ventilkappe des Sicherheitsventils langsam herauserschrauben, bis der Druck auf ca. 63 bar abfällt.
- Kontermutter (SW 14) festziehen.

Ruheposition

- Handrad zurückdrehen, bis der Druck auf max. 10 bar gefallen ist.
- Regulierventil öffnen und das Handrad in die „Ruheposition“ bei ca. 5 mm drehen.
- Regulierventil schließen.

Nach diesen Arbeiten kann die Apparatur eingelagert oder erneut mit Testgas befüllt werden.

11. Pflege und Wartung der Gewindebuchse

11.1 Gewindebuchse fetten

Etwa alle 100 Zyklen (bestehend aus einer Druckerhöhung von 10 auf 60 bar und der nachfolgenden Entspannung auf 10 bar) bzw. einmal wöchentlich sollte die Gewindebuchse im Bügel zur Verminderung des Verschleißes gefettet werden. Das Abschmieren dauert ca. 1 min und verlängert die Buchsen-Lebensdauer beträchtlich! Zur Abschmierung eignet sich ein helles Mehrzweckfett ohne Graphit oder ähnliche Zusätze.

Hierzu:

- Einen vollen Kolbenhub Fett aus einer handelsüblichen Fettpresse durch den Schmiernippel am Bügel in die Gewindebuchse pressen.

- Das überschüssige, aus der Buchse austretende Fett abwischen.

Das austretende Fett enthält auch etwas Kunststoffabrieb, der auf diese Weise entfernt wird.

11.2 Gewindebuchse prüfen.

Die Gewindebuchse im Bügel unterliegt einem langsamen aber stetigen Verschleiß und ist daher einmal jährlich hinsichtlich des Axialspiels zu prüfen:

- Druck aus der Messzelle ablassen und den Kolben auf Position 10 mm einstellen.
- Mit einer Schieblehre den minimalen und den maximalen Abstand zwischen Handrad-Flansch und Bügel bestimmen; dazu gegen das Handrad drücken und anschließend am Handrad ziehen.

Wenn die Differenz der beiden Abstände größer als 0,3 mm ist, muss die Buchse ausgetauscht werden.

11.3 Gewindebuchse austauschen

Zusätzlich erforderlich:

1 Gewindebuchse aus Dichtungssatz (1002672)

Nach 10 Jahren ist die Gewindebuchse in jedem Fall auszutauschen, auch wenn die Verschleißgrenze nicht erreicht ist (bei Prüfstandsversuchen konnte nach 1000 Zyklen kein messbarer Verschleiß [$<0,05$ mm] festgestellt werden), da bisher keine verlässlichen Daten zur Langzeitstabilität des verwendeten Kunststoffes (POM-C) verfügbar sind.

- Druck aus der Messzelle ablassen.
- Feststehende Skala abschrauben.
- Gewindestift im Handradflansch lösen und Handrad abziehen.
- Die vier Schrauben in der Querstrebe des Bügels lösen und die Querstrebe mit der Gewindebuchse von der Gewindestange herunterdrehen.
- Schmiernippel abschrauben (SW 7) und mit einem 3-mm-Innensechskantschlüssel den quer in die Gewindebuchse eingeschraubten Gewindestift um 4 Umdrehungen lösen.
- Mit einem geeigneten Dorn die Gewindebuchse von der Handrad-Seite aus ausschlagen. Oder alternativ eine Schraube M14 lose in die Buchse eindrehen und die Buchse durch Schläge auf den Schraubenkopf austreiben.
- Neue Buchse so ansetzen, dass die Querbohrung mit dem Schmiernippel fluchtet.
- Buchse im Schraubstock (mit Planbacken oder geeigneter Beilage) einpressen.
- Gewindestift einschrauben (min. 6,0 mm versenkt) und Schmiernippel einschrauben.

Buchsenmaterial: POM-C = Polyoxymethylen Copolymer
Übermaß (Presspassung): 0,05 – 0,1 mm.

12. Dichtungswechsel

Zusätzlich erforderlich:

1 Sechskant-Winkelschraubendreher (SW 6)
1 Dichtungssatz zu 1002670 1002672
bestehend aus
1 hutförmige Gummidichtung,
1 runde Gummidichtung,
1 Gummidichtung 78x78 mm²,
4 Kupferdichtscheiben
1 Gewindebuchse

Insbesondere wenn die Apparatur direkter Sonneneinstrahlung ausgesetzt ist, kann es nach einiger Zeit erforderlich werden, die Hutdichtung oder andere Dichtungen zu wechseln.

12.1 Zerlegen der Apparatur:

- Ggf. Apparatur abkühlen lassen und Kolben mit dem Handrad in eine möglichst druckarme Position drehen.
- Testgas über das Spülventil ablassen und Spülventil schließen.
- Ggf. Gas-Rohrleitung demontieren.
- Regulierventil öffnen.
- Handrad auf Position 25 mm herausdrehen.
- Apparatur nach rechts kippen und auf einer geeigneten Unterlage auf das Handrad und die Kante der Grundplatte stellen.
- Mit einem Sechskant-Winkelschraubendreher (SW 6) die vier Schrauben in der Ventilplatte gleichmäßig über Kreuz jeweils 1/8 Umdrehung lösen, bis die Vorspannung abgebaut ist.
- Schrauben ganz herausdrehen und entnehmen.
- Kupferdichtscheiben ebenfalls entnehmen.
- Ventilplatte mit steigender Kraft links- und rechts herum verdrehen, bis sich die Dichtungen lösen; dabei nicht am Regulierventil drehen.
- Ventilplatte abnehmen (ggf. klebt die Messzelle noch an der Platte).
- Wiederum durch Verdrehen die noch verbleibende Dichtung zwischen Messzelle und Zylinder oder zwischen Messzelle und Ventilplatte lösen.
- Führungsrohr durch Verdrehen von der Hutdichtung abziehen.

12.2 Reinigung der zerlegten Apparatur:

Rizinusöl lässt sich relativ gut mit Spiritus entfernen. Mantel und Messzelle aus Acrylglas werden jedoch durch Spiritus angegriffen. Fingerabdrücke und sonstige Verschmutzungen können in einer (milden) Spülmittel-Lösung entfernt werden. Auch die neuen Dichtungen sollten mit Spiritus und Spülmittel-Lösung gereinigt werden.

12.3 Zusammenbau der Apparatur:

Falls Rizinusöl aus dem Ölraum entfernt wurde:

- Neues Rizinusöl bis etwa 5 mm unter die Zylinder-Oberkante (Beginn der Senkung) einfüllen.
- Beide Silikondichtungen einlegen.
- Hutdichtung umstülpen und den Zapfen mit etwas Rizinusöl befeuchtet in das Führungsrohr eindrehen.
- Hutdichtung zurückstülpen, Feder auf den Kolben stellen und das Führungsrohr in den Kolben stecken.
- Messzelle auflegen und an den Kanten des Zylinders gleichmäßig ausrichten.
- Temperiermantel auf die untere Silikondichtung stellen und zentrieren.
- Runde Gummidichtung auflegen und mit Hilfe eines Lineals, das auf den Temperiermantel gelegt wird, parallel zum Zylinder ausrichten (vgl. Fig. 9, die halbmondförmigen Löcher müssen sich später unter den Ventilöffnungen befinden).

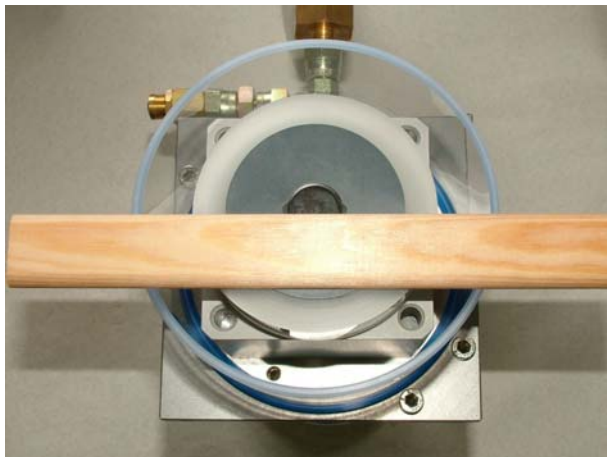


Fig. 9: Ausrichten der runden Gummidichtung

- Ventilplatte auflegen, zentrieren und parallel zur Basisplatte ausrichten.
- Schrauben M8×40 mit neuen Kupferdichtscheiben versehen und lose eindrehen.
- Schrauben über Kreuz festziehen; dabei die gleichmäßige Pressung der runden Gummidichtung kontrollieren (im Bereich hoher Pressung zeichnet sich die Gummidichtung auf dem Acrylglas der Messzelle grau ab, während Bereiche mit geringer Pressung milchig erscheinen).

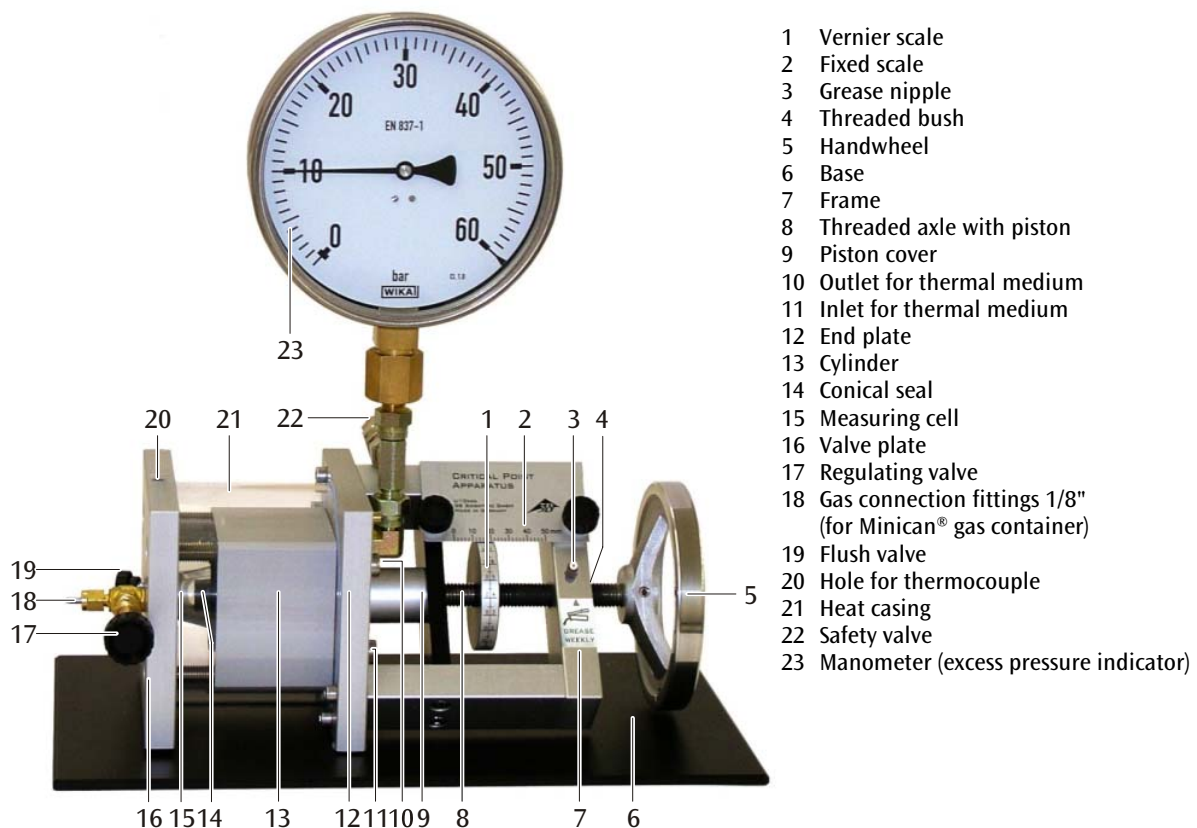
12.4 Wiederinbetriebnahme:

- Hydrauliköl entgasen und Öl einfüllen (siehe Abschnitt 10).
- Sicherheitsventil einstellen (siehe Abschnitt 10).
- Volumenkalibrierung neu durchführen (siehe Abschnitt 6).

Critical Point Apparatus 1002670

Instruction sheet

02/13 MH/JS



- 1 Vernier scale
- 2 Fixed scale
- 3 Grease nipple
- 4 Threaded bush
- 5 Handwheel
- 6 Base
- 7 Frame
- 8 Threaded axle with piston
- 9 Piston cover
- 10 Outlet for thermal medium
- 11 Inlet for thermal medium
- 12 End plate
- 13 Cylinder
- 14 Conical seal
- 15 Measuring cell
- 16 Valve plate
- 17 Regulating valve
- 18 Gas connection fittings 1/8"
(for Minican® gas container)
- 19 Flush valve
- 20 Hole for thermocouple
- 21 Heat casing
- 22 Safety valve
- 23 Manometer (excess pressure indicator)

1. Contents of instruction manual

On delivery, the critical point apparatus is filled with hydraulic fluid. The test gas is not included.

Before filling with the test gas, carry out a volume calibration, as described in chapter 6, using air as an approximation of an ideal gas.

Filling with the test gas is described in chapter 7.

Experimental investigations are described in chapter 8.

Important notes on storage of the test gas and equipment (if not in use for a long period) are stated in chapter 9.

Owing to the inevitable diffusion of the test gas through the conical seal, it is necessary to degas the hydraulic fluid in the equipment, as described in chapter 10. This must be done before the equipment is put away for storage (after removing the test gas) or if it has been in use for a long time.

The threaded bush in the frame must be lubricated regularly and also inspected at lengthier intervals. Refer to section 11 for instructions.

Maintenance work as described in chapter 12 is only required if the rubber components get worn out and their functionality is adversely affected.

2. Safety instructions

When used properly, the operation of the critical point apparatus is not dangerous, since both the experimenter and the equipment are protected by a safety valve. However, it is extremely important to observe a few precautionary measures:

- Read the instruction sheet thoroughly and follow the instructions therein.
- Do not exceed the maximum permissible values for pressure and temperature (60 bar and 10-60°C).
- Do not operate the equipment without qualified supervision.
- Always wear safety goggles.

Only increase the temperature at low pressure with pure gas phase in the measuring cell.

- Before increasing the temperature, wind the handwheel outwards so that maximum volume is attained in the measuring cell.

When conducting adjustments, make sure that the safety valve does not point in the direction of people who could be injured or objects that could be damaged if the valve cover shoots out. When conducting experiments, pay special attention too to the alignment of the safety valve.

- When setting up the apparatus, make sure that the safety valve does not point in the direction of people who could be injured or objects that could be damaged.
- When adjusting the safety valve, wrap your arms around the apparatus to reach the valve at the back.

If the conical seal is overtaxed, it could get damaged or even destroyed.

- Never set a pressure above 5 bar if the regulating valve or the flush valve is open, i.e. if there is no back pressure from the gas in the measuring cell.
- Never create underpressure by turning the hand wheel inwards when the valves are shut.

In the frame there is a threaded bush, which is to be regarded as a safety-related feature (see section 9).

- Lubricate the threaded bush every 100 cycles.
- Inspect the threaded bush annually.

To prevent damage by corrosion inside the instrument,

- use a 2:1 mixture of water and anti-freeze fluid as the thermal medium.

Only as real gas for SF₆ and nitrogen as ideal gas.

3. Description

The critical point apparatus allows us to investigate the compressibility and liquefaction of a gas. Measurements allow determination of the critical point for the gas as well as the recording of isotherms for an adiabatic *p-V* diagram (Clapeyron diagram). The gas used for testing is sulphur hexafluoride (SF₆). SF₆ has a critical temperature of 318.6°K (45.5°C) and a critical pressure of 3.76 MPa (37.6 bar) which makes for a simple experiment set-up.

The critical point apparatus consists of a transparent measuring cell of particularly well sealed, pressure-resistant design. The volume of the measuring cell can be modified by turning a fine-adjustment wheel and can be read by means of a fixed scale and a rotating vernier scale to an accuracy of one thousandth of the maximum volume. The pressure is applied via a hydraulic system using castor oil approved for medicinal use. The measuring cell and hydraulic system are isolated from one another by a conical seal which rolls up when there is an increase in pressure. This design means that any pressure difference between the measuring cell and the oil reservoir is negligible in practical terms. A manometer measures not the pressure of the actual gas but that of the oil, thus eliminating any need for a space within the measuring cell. When observing transitions from gas to liquid or vice versa, the lack of such a dead space means that the development of the very first drop of liquid as well as the disappearance of the last bubble of gas can be observed. The measuring cell is surrounded by a transparent chamber of water. A circulating thermostat arrangement (water bath) means that a constant temperature can be maintained during the experiment with a high degree of accuracy. The temperature can be read and monitored using a thermometer.

The fact that volume, pressure and temperature can all be read with a high degree of accuracy means that accurate *p-V* diagrams or *pV-p* diagrams can be recorded without much difficulty. Pressure and temperature-dependent volume correction enable us to achieve accurate quantitative results which are well in agreement with published values.

4. Contents

- 1 Critical point apparatus, filled with hydraulic fluid (castor oil). With attached gas connection fittings for MINICAN® gas container and protection for gas supply connections. Test gas (SF₆) not included.
- 1 Oil filling device
- 1 Allen key, 1.3 mm (for grub screw on the vernier scale)
- 1 Plastic tubing, 3 mm diameter
- 1 1/8" tube fitting (wrench width 11 mm)
- 1 Grease gun

5. Technical data

Sulphur hexafluoride:

Critical temperature:	318.6 K (45.5°C)
Critical pressure:	3.76 MPa (37.6 bar)
Critical volume:	197.4 cm ³ /mol
Critical density:	0.74 g/mol

Maximum values:

Temperature range:	10-60°C
Maximum pressure:	6.0 MPa (60 bar)
Threshold value for safety valve:	6.3 MPa (63 bar)
Theoretical long-term pressure:	7.0 MPa (70 bar)
Theoretical rupture pressure:	>20.0 MPa (200 bar)

Materials:

Test gas:	Sulphur hexafluoride (SF ₆)
Hydraulic fluid:	Castor oil
Measuring cell:	Transparent acrylic
Temperature coating:	Transparent acrylic
Recommended thermal medium:	mixture of water and anti-freeze in the ratio 2:1

Determination of volume:

Piston diameter:	20.0 mm
Piston surface:	3.14 cm ²
Displaced volume:	3.14 cm ² × displacement
Maximum volume:	15.7 cm ³
Scale division for displacement:	0.05 mm
Maximum displacement:	50 mm

Determination of pressure:

Manometer:	Class 1.0 (max. 1% deviation from full scale value)
Measured quantity:	Excess pressure
Indicator:	60 bar max.
Manometer diameter:	160 mm

Connections:

Hole for temperature sensor:	6 mm dia.
Connections for thermal medium:	7 mm dia.
Connection for regulating valve:	1/8" dia.
Gas connection:	1/8" (3.17 mm) dia. (as supplied)

General specifications:

Dimensions:	380 x 200 x 400 mm ³
Weight:	7 kg approx.

6. Volume calibration

6.1 Preliminary notes:

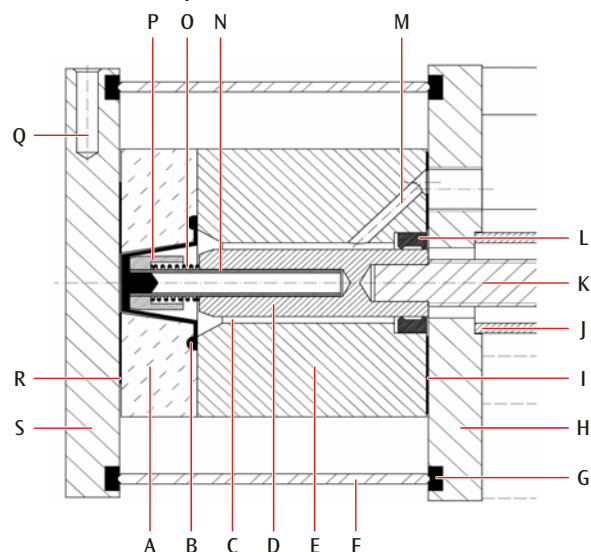


Fig. 1: Cross-section of apparatus with measuring cell (A), conical seal (B), oil chamber (C), piston (D), cylinder (E), heat casing (F), silicone seal (G), end plate (H), square grommet (I), piston cover (J), threaded axle (K), gasket (L), manometer connection (M), guide tube (N), spring (O), sleeve (P), hole for temperature sensor (Q), circular grommet (R) and valve plate (S)

One turn of the handwheel winds the piston into/out of the cylinder by means of a threaded axle. This leads to a change of volume in the oil chamber (see Fig. 1). Since oil is practically incompressible and all the other components other than the conical seal are almost rigid, a change in volume in the oil chamber causes the conical seal to deform, thereby creating an almost equal change in volume ΔV_G in the measuring cell. As a first approximation for ΔV_G , we can assume:

$$\Delta V_G = A \cdot \Delta s \quad (1)$$

where $A=3.14 \text{ cm}^2$ and Δs = displacement of piston.

The piston displacement is shown in divisions of 2 mm on the fixed scale. Intermediate values are read on the vernier scale in divisions of 0.05 mm.

The fixed scale can be moved by loosening the two knurled screws. The vernier scale can be repositioned and turned around the threaded axle on loosening the grub screw (between scale positions 0 9 and 1 0).

6.2 Zero point calibration:

The zero point for the volume scale must be determined by conducting a calibration.

For this, we take advantage of the fact that in a pressure range of 1-50 bar and in a temperature range of 270-340 K, air acts as a near-ideal gas (the real gas factor has a deviation of less than 1% from 1). Therefore, at a constant temperature (e.g. room temperature) for two piston displacements s_0 and s_1 and for

the corresponding pressures p_0 and p_1 of the trapped air, we get:

$$p_0 \cdot s_0 = p_1 \cdot s_1 \quad (2)$$

Substituting $s_0 = s_1 + \Delta s$ and rearranging gives:

$$s_1 = \frac{p_0}{p_1 - p_0} \cdot \Delta s \quad (3)$$

Rough calibration of scales:

- Open the regulating valve wide.
- Loosen the grub screw for the vernier scale by half a turn (it is now possible to turn the scale easily on the threaded axle without moving the handwheel, although a counterpressure acts against this independent movement).
- Wind the handwheel out till you detect a noticeable resistance.
- Without turning the handwheel, turn the vernier scale on the threaded axle till the 0.0 mark is on the top and the fixed scale shows approx. 48 mm.
- Loosen the knurled screws of the fixed scale and shift the scale to the side till the 48-mm bar is exactly above the centre line of the vernier scale (see Fig. 2).
- Tighten the knurled screws again. In doing so, make sure that the fixed scale does not press against the vernier scale.

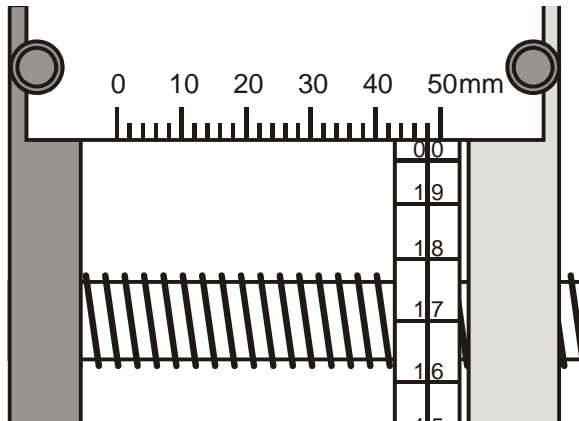


Fig. 2: Piston position reading at 48.0 mm

Zero correction:

- Shut the regulating valve (the pressure in the measuring cell now corresponds to the ambient pressure $p_0 = 1$ bar. To within the accuracy of the measurement, the manometer should display an excess pressure of 0 bar).
- Wind the handwheel in till an excess pressure of 15 bar has been reached (absolute pressure $p_1 = 16$ bar).
- Read the piston position s_1 and calculate the displacement $\Delta s = s_0 - s_1$.

- Calculate the zero corrected piston position $s_{1,corr}$ using Equation 3.
- Adjust the vernier scale to the corrected value and, if necessary, move the scale again.
- If required, wind the handwheel out a little and secure the vernier scale with the grub screw.

Measurement example:

$p_0 = 1$ bar, $p_1 = 16$ bar, $p_1 - p_0 = 15$ bar
 $s_0 = 48.0$ mm, $s_1 = 3.5$ mm, $\Delta s = 44.5$ mm
 Therefore, $s_{1,corr} = 2.97$ mm.

The vernier scale must therefore be adjusted so that now only 2.97 mm are shown instead of 3.50 mm.

Note:

After calibrating the zero point, it is possible to obtain qualitatively accurate measured values. With regard to temperature T and pressure p , it is also possible to obtain quantitatively accurate measurements of the isotherms in range around to the critical point where the two phases exist simultaneously. However, especially in the liquid phase, the measured isotherms are rather too widely separated.

6.3 Detailed calibration:

The exact relation between the volume V_G in the measuring cell and the scale reading s is dependent on the volume of oil in the oil chamber. The oil chamber also expands marginally in proportion to the pressure as a result of the spring in the manometer tube. Additionally, when the temperature is increased, the castor oil expands to a greater extent than the rest of the equipment. This means that the pressure rises at a slightly greater rate at higher temperatures. All of these phenomena can be calculated if appropriate calibration has been effected using air as an ideal gas.

The ideal gas equation would thus be:

$$\frac{p \cdot V}{T} = n \cdot R \quad (4)$$

$$\text{with } R = 8.314 \frac{\text{J}}{\text{K mol}}$$

After taking the overpressure reading p_e , the absolute pressure can be calculated from:

$$p = p_e + 1 \text{ bar} \quad (6)$$

The absolute temperature is given by:

$$T = \vartheta + \vartheta_0 \text{ where } \vartheta_0 = 273.15^\circ\text{C} \quad (7)$$

The volume is given by:

$$V_G = A \cdot s \quad (8)$$

where $A = 3.14 \text{ cm}^2$ and s is the "effective" piston displacement.

From the measured displacement s_e , it is possible to calculate the effective piston displacement as follows:

$$s = s_e + s_0 + C_p \cdot p - C_g \cdot \vartheta \quad (9)$$

By substituting in equation 4, we get:

$$\frac{p \cdot (s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_g \cdot \vartheta) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R = 0 \quad (10)$$

If we take several readings at various temperatures and pressures, we can calculate the term:

$$Q = \sum_{i=1}^n \left(\frac{p_i \cdot (s_i + s_0 + \beta_p \cdot p_i - \beta_g \cdot \vartheta_i) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R \right)^2 \quad (11)$$

The free parameters s_0 , β_p , β_g and n should be appropriately selected so that the value of Q is reduced to a minimum.

Additionally required (see also chapter 8):

- 1 Compressor or bicycle pump and valve
- 1 Bath/circulating thermostat 1008653/1008654
- 1 Dig. quick-response pocket thermometer 1002803
- 1 Type K NiCr-Ni immersion sensor, -65°C-550°C 1002804
- 2 Silicone tubes, 1 m 1002622
- 1 l Anti-freeze fluid with corrosion-inhibiting additive for aluminium engines (e.g., Glystantin® G30 manufactured by BASF)

Conducting the calibration:

- Connect the circulation thermostat as described in chapter 8 and fill it with the water/anti-freeze mixture.
- Connect the plastic tube (3-mm internal diameter) to the 1/8" gas connection fittings.
- Open the regulating valve.
- Wind the handwheel outwards, making the piston move till it reaches say the 46.0 mm position.
- Use a compressor or a bicycle pump to create an excess air pressure of approx. 3-8 bar in the measuring cell.
- Shut the regulating valve.
- To record measurements, vary the volume in the measuring cell or the temperature of the thermostat and wait till a stationary equilibrium has been attained. Then take a pressure reading.
- Use appropriate adjustment software to set the s_0 , β_p , β_g and n parameters so that the quadratic equation for the errors Q is reduced to a minimum (see equation 11).
- If you like, you can adjust the vernier scale around s_0 so that this correction is not necessary.

With the set parameters, it is possible to calculate the "effective" piston displacement s from the measured displacement s_e using Equation 9 and then to calculate the calibrated measuring cell volume using Equation 8.

Sample measurements:

Table 1: Measured values for calibration

i	s_e / mm	ϑ	p / bar
1	40.0	20.0°C	6.6
2	20.0	20.0°C	12.4
3	10.0	20.0°C	23.3
4	5.0	20.0°C	41.8
5	3.5	20.0°C	53.9
6	5.0	20.0°C	41.8
7	5.0	10.0°C	38.9
8	5.0	30.0°C	45.3
9	5.0	40.0°C	49.0
10	5.0	50.0°C	53.5

The following parameter values are obtained:

$$s_0 = 0.19 \text{ mm}, \beta_p = 0.023 \frac{\text{mm}}{\text{bar}}, \beta_g = 0.034 \frac{\text{mm}}{\text{grd}} \text{ and } n = 0.00288 \text{ mol.}$$

7. Filling with test gas

7.1 Handling of sulphur hexafluoride:

Sulphur hexafluoride (SF_6) is a non-toxic gas and is absolutely safe for humans. The MAC value for danger of suffocation on account of oxygen deprivation is 1000 ppm. That is equivalent to 6 filled measuring cells per 1 m³ of air.

However, SF_6 is extremely harmful to the environment and can give rise to a greenhouse effect 24,000 times stronger than CO_2 . Therefore, do not allow large quantities to be released into the environment.

7.2 Gas connection via fixed pipes:

Additionally required:

1 SF_6 gas cylinder with manufacturer's/supplier's recommended gas fittings/valves, e.g. SH ILB gas cylinder and Y11 L215DLB180 regulating valve from Airgas (www.airgas.com).

1 Pipes with outer diameter of 1/8" and, if necessary, adapters, e.g. from Swagelok (www.swagelok.com).

1 open-end spanner (13 mm), 1 open-end spanner (11 mm)

According to the principles of "good laboratory practice", it is recommended to utilise a gas supply via fixed pipes, especially if the equipment is regularly in operation.

Filling begins with several flush cycles in which the air is flushed out of the pipe. The number of cycles required to flush out the air depends on the length of

the pipe (more precisely, on the ratio of the pipe length to the volume of the measuring cell). In the process, care should be taken that the quantity of the greenhouse gas SF₆ released in the environment is reduced to a minimum.

Connecting a fixed pipe:

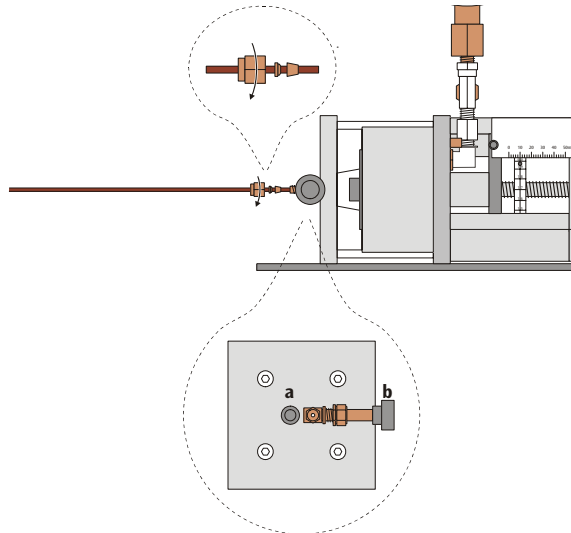


Fig. 3: Connecting a fixed pipe
(a) flush valve, (b) regulating valve

- If necessary, pull out the protection for the gas connection and loosen the valve nut (11 mm) to remove the 1/8" gas connection fittings.
- Connect the pipe (if necessary with adapters) to the gas fitting.
- Beginning with the valve nut, slide the supplied screw joints onto the tubing. (See Fig. 3: follow the sequence and alignment specified along with the cable binder)
- Insert the pipe into the regulating valve and tighten the valve nut till the point is reached where it is no longer possible to move the pipe any further using only your fingers.
- Hold the regulating valve still with an open-end spanner (13 mm) and tighten the valve nut by a further 270°.

Now, the connection is gas-tight. When loosening the valve nut afterwards, the regulating valve also needs to be held still with a spanner.

Flushing out air:

- Use the handwheel to set the piston position to 10 mm.
- Slowly open the regulating valve and let in the SF₆ till a pressure of approx. 10 bar has been attained.
- Shut the regulating valve.
- Open the flush valve slightly till the pressure has dropped to almost 0 bar.
- Shut the flush valve.

Filling with test gas:

- After at least four flush cycles, open the regulating valve till the pressure attained is once again 10 bar.
- Shut the regulating valve.
- Turn the handwheel in the reverse direction till the piston reaches a position of say 46 mm.
- Slowly open the regulating valve and shut it again when a pressure of 10 bar has been attained.

7.3 Filling with gas from a MINICAN®:

Additionally required:

1 MINICAN® gas container with SF₆, e.g. from the company Westfalen (www.westfalen-ag.de)

If the equipment is used only occasionally, it is more practical to draw the test gas from a MINICAN® gas container. The gas connection of a MINICAN® container is similar in design to a commercial spray can, i.e. it opens when the MINICAN® container is pressed directly onto the gas connection fittings.

Here too, filling begins with several rinsing cycles for flushing out the air.

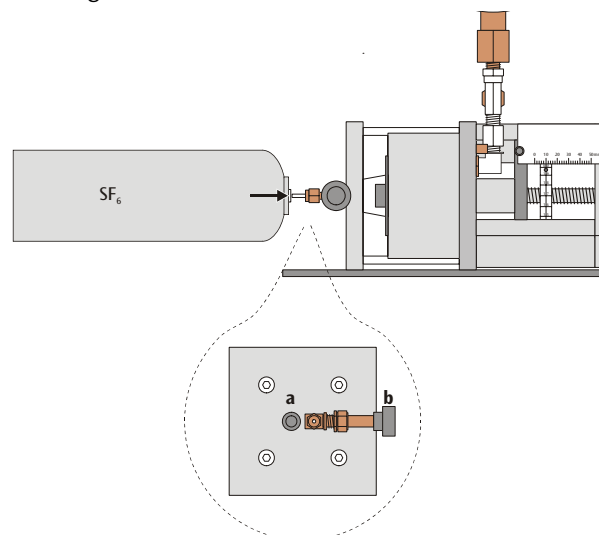


Fig. 4: Filling with test gas from a MINICAN® gas container
(a) flush valve, (b) regulating valve

Flushing out air:

- If necessary, pull off the protection for the gas connection.
- Use the handwheel to set the piston position to 10 mm.
- After removing the protective cap, position the MINICAN® container with SF₆ onto the gas connection fittings.
- Press the MINICAN® container onto the gas connection fittings, slowly open regulating valve (b) and let in SF₆ till a pressure of approx. 10 bar has been attained.
- Shut the regulating valve.

- Open the flush valve slightly till the pressure has dropped to almost 0 bar.
- Shut the flush valve.

Filling with test gas:

- After at least four flush cycles, press the MINICAN[®] gas container against the gas connection fittings. Slowly open the regulating valve and let in SF₆ till a pressure of approx. 10 bar has been attained.
- Shut the regulating valve.
- Wind the handwheel in the opposite direction till the piston reaches a position of say 46 mm.
- Press the MINICAN[®] gas container against the gas connection fittings, slowly open the regulating valve and shut it again when a pressure of 10 bar has been attained.

7.4 Recommendation for storage lasting for short periods of time:

One gas filling can remain in the measuring cell for several days.

If no experiments are being conducted, wind the handwheel back till the piston is in a position where it is subjected to the lowest possible pressure – say, for instance, 46 mm.

If possible the apparatus should always be kept filled with the thermal medium.

8. Experiments

8.1 Experiment set-up:

Additionally required:

- | | | |
|-----|--|-----------------|
| 1 | Bath/circulating thermostat | 1008653/1008654 |
| 1 | Dig. quick-response pocket thermometer | 1002803 |
| 1 | Type K NiCr-Ni immersion sensor, -65°C-550°C | 1002804 |
| 2 | Silicone tubes, 1 m | 1002622 |
| 1 l | Anti-freeze fluid with corrosion-inhibiting additive for aluminium engines (e.g., Glysantin [®] G30 manufactured by BASF) | |

- Place the equipment at a suitable height so that it is convenient to observe the measuring cell. Position it so that the safety valve does not point in the direction of any people who could be injured or objects that could be damaged.
- Connect the silicone tubing from the outlet of the circulation thermostat to the inlet of the heat casing and from the outlet of the heat casing to the inlet of the circulation thermostat.
- Prepare the thermal medium consisting of 2 parts water to 1 part anti-freeze by volume.
- Fill the circulated thermostat bath.

8.2 Qualitative observations:

Liquid and gaseous states, dynamic state during phase transformation, transition points occurring at different temperatures.

- Vary the volume by turning the handwheel and the temperature by means of the thermostat. Observe the safety instructions while doing so.
- Carefully shake the set-up to conduct simple observations on the boundary between liquid and gas.

In the vicinity of the critical point, it is also possible to observe the critical opalescence. Owing to the constant changing of state between liquid and gaseous states in small regions of the measuring cell, a kind of “mist” develops and the sulphur hexafluoride appears to be turbid.

8.3 Measuring isotherms in a p - V diagram:

- At maximum volume, set the desired temperature on the circulation thermostat.
- Gradually reduce the volume in the measuring cell (in steps down to a position of 10 mm). Wait till a stationary equilibrium has been attained before taking pressure readings.
- Then, beginning with the minimum volume, gradually increase the volume till the piston position is once again at 10 mm. Wait till a stationary equilibrium has been attained before taking pressure readings.
- Convert the excess pressure readings into absolute pressure and the piston positions into volume, as described in chapter 6.

In the low-volume region, stationary equilibrium is attained more quickly during transition from higher to lower pressure – i.e. from a lower volume to a greater volume – since the phase boundary layer for the phase transition from liquid to gas is created by vapour bubbles present throughout the liquid. Stationary equilibrium then takes around 1 to 5 minutes to attain, whereby the measurements on the fringe of the region where both phases exist take longest.

The recommended threshold value of 10 mm refers to a filling pressure of 10 bar. Above this value, there will certainly be no occurrence of a liquid phase in the permissible temperature range. The threshold value shifts to the “right” if the filling pressure is higher.

8.4 Measuring isochores in a p - T diagram:

- Set the desired initial temperature. Subsequently set the desired volume.
- Gradually allow the temperature to decrease.
- Wait till a stationary equilibrium has been attained then take the pressure reading.

Measurements where both phases are present can be plotted to generate a vapour-pressure curve.

Attainment of equilibrium takes up to 20 minutes after each change of temperature due to the fact that

the water bath and the measuring cell must attain the desired temperature first.

8.5 Determining the mass of gas:

Blow the gas out of the measuring cell into a gas-tight plastic bag and then weigh it:

- If necessary, remove the gas supply pipe and attach gas connection fittings.
- Wind out the handwheel, say to 46 mm.
- Open the regulating valve a little and release the gas through the gas connection fittings into the plastic bag.
- Shut the regulating valve.
- Determine the mass of the released gas. In doing this, take into consideration the empty weight of the bag and the buoyancy of air.
- Reduce the volume of the measuring cell till the pressure in the measuring cell has reached its original value.
- Calculate the original mass of gas from the volume difference before and after emptying the measuring cell and the volume which is still present in the measuring cell.

Comparison with quoted values:

Using tabulated values, e.g. Clegg et al. [4], it is alternatively possible to calculate the mass of gas in the measuring cell from the measurements of ϑ , p , and V .

8.6 Evaluation:

We can clearly see from Fig. 5 that, despite the relatively simple equipment, it is possible to achieve measurements which match closely to the reference values plotted on the graph.

8.7 Bibliography:

- [1, 2] Sulphur Hexafluoride, in-house publication, pp. 27 [1], 30 [2], Solvay Fluor und Derivate GmbH, Hannover, Germany, 2000
- [3] Otto and Thomas: Landolt-Börnstein – Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology, Vol. II, Section 1, Springer-Verlag, Berlin, 1971
- [4] Clegg et al.: Landolt-Börnstein – Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology, Vol. II, Section 1, Springer-Verlag, Berlin, 1971.
- [5] Din, F.: Thermodynamic Functions of Gases, Vol. 2, Butterworths Scientific Publications, London, 1956
- [6] Vargaftik, N.B.: Handbook of Physical Properties of Liquids and Gases, 2nd ed., Hemisphere Publishing Corporation, Washington, 1983
- [7] Nelder, J. and Mead, R.: Comp. J., Vol. 7, p. 308, 1965

9. Storage for long periods without use

If no experiments are to be conducted over a long period, the test gas should be released and the piston should be turned to its rest position where the conical seal is only very slightly curled and does not press against the walls of the measuring cell.

- If necessary, allow the equipment to cool. Wind the handwheel back till the lowest possible pressure is present.
- Release the test gas through the flush valve.
- Turn the handwheel to move the piston to its “rest position”, at approx. 5 mm.
- Shut the flush valve again.
- Before storing away the equipment, the hydraulic fluid needs to be degassed (as described in chapter 10) if the equipment has been in use over a long period of time.
- Store the equipment in a safe place where it is not exposed to direct sunlight.
- The thermal medium should be kept in the apparatus during storage, as the additives inhibit corrosion and efflorescence caused by electrochemical potentials between the different materials. Alternatively, the apparatus can be flushed with deionised water and then dried using compressed air (oil-free, max. 1.1 bar).

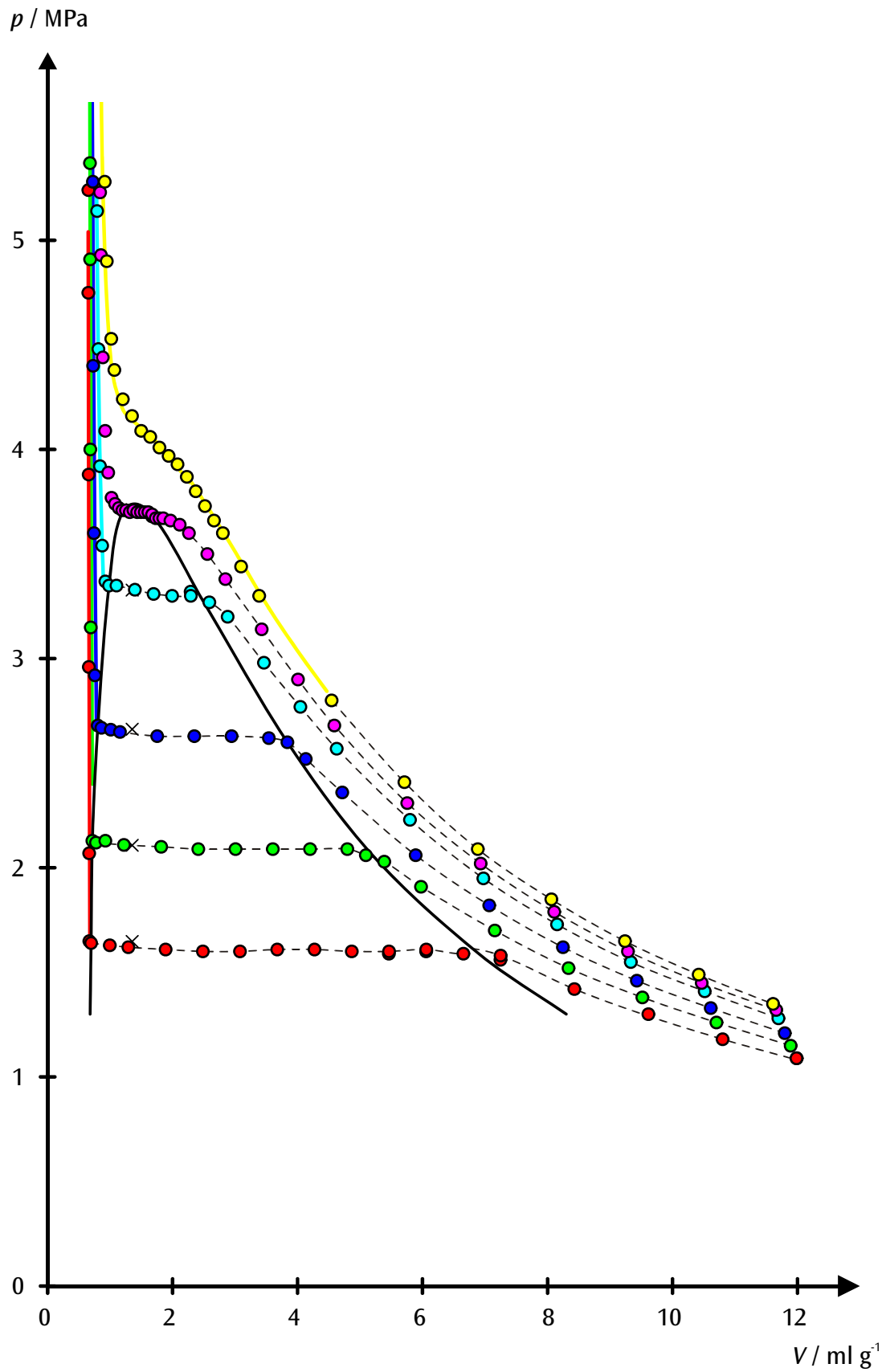


Fig. 5: p - V diagram of SF₆, measured with the critical point apparatus:
 Readings taken at 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) and 50°C (●),
 (—) threshold value of liquid-gas mixture, (×) Reference values from [1] for vapour pressure,
 Reference values from [2] for pressure of liquid at 10°C (—), 20°C (—), 30°C (—), 40°C (—)
 and 50°C (—)

10. Degassing the hydraulic fluid

Owing to the inevitable diffusion of the test gas through the conical seal, the pressure in the measuring cell slowly decreases over a long period. The gas diffusing through the conical seal first dissolves in the hydraulic fluid but does not have any significant influence on the measurements.

However, if the test gas is removed from the equipment (for storage of the equipment) and the pressure of the hydraulic fluid consequently falls to the ambient pressure, then the test gas will escape from the hydraulic fluid due to Henry's law. This leads to a gradual increase in pressure in the oil chamber which must be avoided at all costs as there is no back pressure in the measuring cell. On account of this, it is necessary to cleanse the hydraulic fluid of all gas before storing the equipment.

To degas the hydraulic fluid, the oil is made to boil in a vacuum. Since the pressure difference on both sides of the conical seal should not exceed a particular limit, it is necessary to maintain, as best as possible, the existing underpressure constant on the gas side.

Additionally required:

- 1 Castor oil approved for medicinal use e.g. 1002671
- 1 Vacuum tube, 6 mm internal diameter
- 1 Stopcock (or variable-leak valve)
- 1 Vane-type rotary pump
- 1 Open-end spanner (14 mm), 1 pair of tweezers
- Absorbent paper, cardboard box

Storage of the equipment:

- If necessary, allow the equipment to cool. Wind the handwheel back till the lowest possible is present.
- Release the test gas through the flush valve and shut the flush valve thereafter.
- If necessary, remove the gas supply pipe and attach the gas connection fittings.
- Unscrew the vernier scale.
- Open the regulating valve.
- Wind the handwheel so that piston moves in till an excess pressure of 1 bar has been attained.
- Shut the regulating valve.
- Wind the handwheel back by two turns.
- Place the equipment with the manometer facing downwards towards the ground). The manometer should rest on a support approx. 6-cm-thick (see Fig. 6).

Caution: the piston should never be wound out to more than 25 mm, since the guide tube may slip out during subsequent operations.

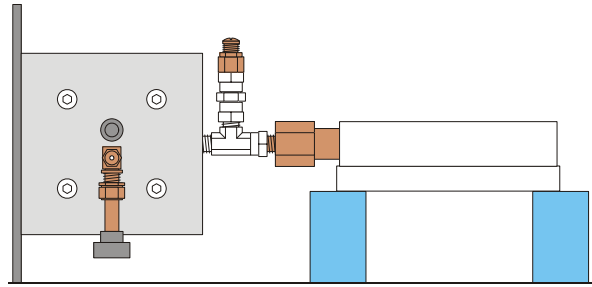


Fig. 6: Storage of the equipment for oil filling

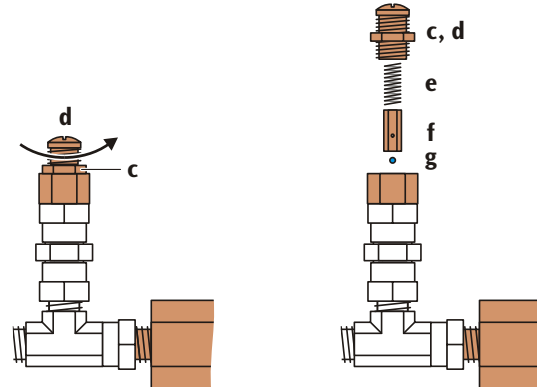


Fig. 7: Dismantling the safety valve

- (c) counter nut, (d) valve cap, (e) compression spring, (f) hexagonal piston, (g) steel ball bearing

Dismantling the safety valve:

- Loosen the counter nut (14 mm) and use a screwdriver to remove the valve cap (see Fig. 7).
- Remove the compression spring, the hexagonal piston and the steel ball bearing in succession with a pair of tweezers and store them in a safe place, for instance in a cardboard box.

Assembly of the oil filling device:

- Loosen the valve nut of the oil filling device, remove the cover and place the valve nut above the safety valve (see Fig. 8).
- Do not screw the oil filling device on too tight (the gasket ring should not be squeezed out).
- Open the regulating valve.
- Wind the handwheel inwards to its end position up to the frame (if necessary, loosen the vernier scale). Subsequently wind the handwheel out by 3 turns.
- Place absorbent paper underneath and fill the oil container with castor oil to no more than half way.
- Screw on the cover of the oil filling device with the valve nut.

Connection of vacuum pump:

- Connect a plastic hose with 3 mm internal diameter to the gas connection fittings of the equipment and the smaller connector of the oil filling device.

- In order to connect the vacuum pump, take a vacuum hose with 6 mm internal diameter and connect it via a stopcock or preferably via a three-way valve to the larger connector of the oil filling device.

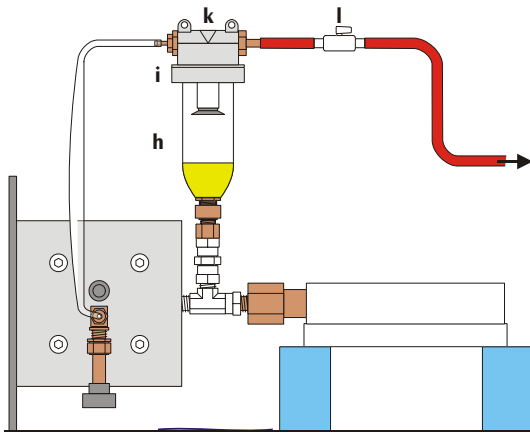


Fig. 8: Assembly of the oil filling device and connection of vacuum pump (h) oil container, (i) valve nut, (k) cover, (l) stopcock (or variable-leak valve)

Degassing:

- Check whether the regulating valve is open and the flush valve is shut.
- Switch on the vacuum pump. Open the stopcock a little and observe the formation of bubbles in the castor oil.

Close the stopcock to interrupt the evacuation process if the formation of bubbles is so strong that they can reach the filter that is mounted on the cover. The stopcock may be opened only after the bubbling has subsided.

After several minutes (depending on the suction capacity of the connected vacuum pump), the vaporising pressure of the castor oil is attained and the oil begins to boil. This can be noticed when vapour bubbles begin to form “out of the blue” and rapidly become larger in size as they move through the oil.

The oil is now sufficiently degassed.

- Shut the regulating valve and the stopcock.

Dismantling:

- Pull out the vacuum hose from the stopcock (the hose fitting with the stopcock continues to remain on the oil filling device).
- To avoid any surges, slowly open the stopcock and wait for the pressure to even out.
- Pull out the hoses from both of the connectors on the oil filling device.
- Unscrew the container from the safety valve.

Since castor oil is relatively viscous, it trickles out of the container very slowly. Thus, this step can be conducted easily. A cleaning cloth (or kitchen paper) which is held below the container immediately after unscrewing it prevents any drops forming.

- With a cleaning cloth, remove excess oil from the

safety valve and subsequently wind the handwheel inwards very slightly till the oil level in the valve is exactly at the same level as the edge where the steel ball bearing sits.

- Insert the steel ball bearing, position the hexagonal piston with the short bore onto the ball bearing (use tweezers for this) and insert the compression spring into the longer bore.
- Carefully screw the valve cap on in its end position (not too tight) and loosen it by two turns.

Positioning the safety valve:

- Set-up the equipment and place it in a way that the safety valve does not point in the direction of people who could get injured or objects which could get damaged.
- Open the regulating valve. Wind the handwheel fully out and shut the regulating valve again.
- Turn the handwheel in till an excess pressure of approx. 65 bar has been attained.
- From the front, wrap your arms around the apparatus to reach the safety valve located at the back. Slowly unscrew the valve cap of the safety valve till the pressure drops to approx. 63 bar.
- Tighten the counter nut (14 mm).

Rest position:

- Wind the handwheel back till the pressure has dropped to max. 10 bar.
- Open the regulating valve and turn the handwheel to its “rest position” at approx. 5 mm.
- Shut the regulating valve.

After completing these steps, the equipment can either be stored or refilled with test gas.

11. Upkeep and maintenance of threaded bush

11.1 Lubricating the threaded bush

To minimise wear, the threaded bush in the frame should be lubricated approximately every 100 cycles (one cycle = a pressure increase from 10 to 60 bar and the subsequent reduction to 10 bar), or once weekly. Lubrication only takes about 1 min and extends the service life of the bush significantly. For lubrication, a light-coloured multi-purpose grease with no graphite or similar additives is recommended.

Procedure:

- Inject one full stroke of lubricant from a conventional grease gun into the threaded bush through the nipple at the frame.
- Wipe up any surplus lubricant emerging from the bush.

When it emerges, the lubricant will also pick up any traces of plastic that might have worn off during operation, so that will be flushed out too.

11.2 Examine threaded bush.

The threaded bush in the frame is subject to slow but constant wear, and therefore the axial play must be checked once a year:

- Release the pressure from the measuring cell and adjust the piston to the 10 mm position.
- Using a vernier caliper, determine the minimum and maximum distance between the handwheel flange and frame; to do so, first wind in the handwheel and then wind it out.

If the two distances differ by more than 0.3 mm, then the bush needs to be replaced.

11.3 Replacing the threaded bush

Additionally required:

1 Threaded bush from set of seals (1002672)

The threaded bush is to be replaced no later than every ten years even if the limit of wear has not been reached (tests on a rig failed to produce any measurable wear [<0.05 mm] after 1000 cycles), because reliable data on the long-term stability of the plastic used (POM-C) are not yet available.

- Depressurise the measuring cell.
- Unscrew the fixed scale.
- Undo the grub screw of the handwheel flange and remove handwheel.
- Loosen the four screws in the cross piece of the frame and remove it along with the threaded bush by winding it down the axle.
- Unscrew the lubricating nipple (size SW 7) and use a 3-mm Allen key to loosen the threaded pin screwed in across the threaded bush by 4 turns.
- Knock the threaded bush out from the side of the handwheel using a suitable mandrel. Alternatively insert an M14 screw loosely into the bush and force the bush by hitting the head of the screw.
- Fit the new bush such that the cross piece is aligned with the lubrication nipple.
- Clamp the bush in a vice (with flat jaws or suitable insert).
- Screw back in the threaded pin (min. 6.0 mm countersunk) and the lubricating nipple.

Bush material: POM-C = Polyoxymethylene copolymer
Oversize (press fit): 0.05 – 0.1 mm.

12. Changing the seals

Additionally required:

1 Allen key (6 mm)

1 Set of seals for critical point apparatus 1002672 consisting of

- 1 Conical seal,
- 1 Circular grommet,
- 1 Grommet 78x78 mm²,
- 4 Copper gasket washers
- 1 Threaded bush

After a certain period of time, it may be necessary to replace the conical seal or other seals, especially if the equipment has been exposed to direct sunlight.

12.1 Dismantling the equipment:

- If necessary, allow the equipment to cool and wind the handwheel back till the lowest possible pressure is present.
- Release the test gas through the flush valve and shut the flush valve.
- If necessary, dismantle the tubing.
- Open the regulating valve.
- Wind the handwheel back till it has come to a position of 25 mm.
- Tilt the equipment to the right and place it in an upright position on a suitable surface resting on the handwheel and the edge of the equipment base.
- Use the Allen key (6 mm) to uniformly loosen each of the four screws in the valve plate by 1/8 of a turn till the tension has been reduced.
- Unscrew and remove the screws.
- Also remove the copper gasket washers.
- With increasing force, twist the valve plate to the left and right till the seals have been loosened. Do not twist the regulating valve.
- Remove the valve plate (the measuring cell might still be sticking to the plate).
- Twisting the equipment some more to loosen the remaining seals between the measuring cell and the cylinder and between the measuring cell and the valve plate.
- Twist the guide tube to remove it from the conical seal.

12.2 Cleaning the dismantled equipment:

Castor oil can be removed quite easily by using white spirit. However, white spirit attacks the acrylic of the casing and measuring cell. Use a (mild) washing-up liquid solution to remove greasy finger marks and other impurities. New seals too should be cleaned with white spirit and a washing-up liquid.

12.3 Assembling the equipment:

In case castor oil had been removed from the oil chamber:

- Pour a fresh quantity of castor oil in up to about 5 mm below the upper edge of the cylinder (at the beginning of the depression).
- Insert both of the silicone seals.
- Turn the conical seal inside out and dampen the stud with some castor oil then screw it into the guide tube.
- Unfold the conical seal back to its original shape, position the spring on the piston and insert the guide tube into the piston.
- Mount the measuring cell and position it flush along the edges of the cylinder.
- Place the heat casing at the centre of the lower silicone seal.
- Fit the circular grommet and, with the help of a ruler placed on the heat casing, position it parallel to the cylinder (see Fig. 9, the semicircular holes should then be below the valve openings).

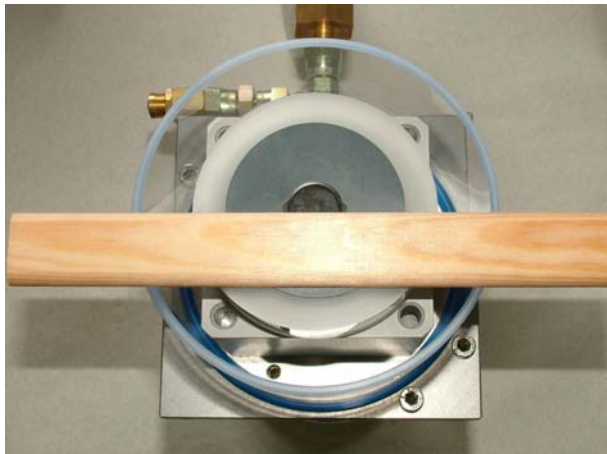


Fig. 9: Positioning the circular grommet

- Place the valve plate at the centre and position it parallel to the end plate.
- Fit the M8×40 screws with new copper gasket washers and loosely screw them in.
- Tighten the screws. Take care to ensure that there is uniform pressure on the circular grommet (if the pressure is too high, the grommet makes a greyish mark on the transparent acrylic, whereas if the pressure is lower the surface looks milky).

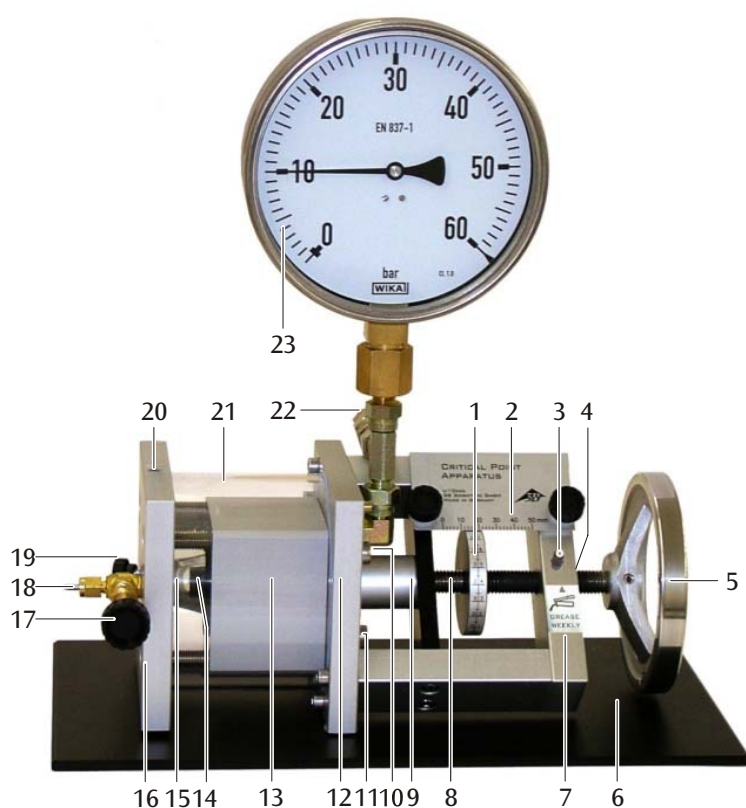
12.4 Recommissioning:

- Degas the hydraulic fluid and pour the oil into the equipment (see chapter 10).
- Position the safety valve (see chapter 10).
- Conduct a fresh volume calibration (see chapter 6).

Appareil d'analyse du point critique 1002670

Instructions d'utilisation

01/13 MH/JS



- 1 Echelle graduée mobile (vernier)
- 2 Echelle graduée fixe
- 3 Embout de graissage
- 4 Douille taraudée
- 5 Roue à main
- 6 Plaque de montage
- 7 Étrier
- 8 Tige filetée avec piston
- 9 Boîtier de piston
- 10 Sortie pour fluide thermique
- 11 Entrée pour fluide thermique
- 12 Plaque de base
- 13 Cylindre
- 14 Joint calotte
- 15 Cellule de mesure
- 16 Plaque porte-soupape
- 17 Robinet de réglage
- 18 Embout de raccord à gaz 1/8" (pour bouteille de gaz comprimé Minican®)
- 19 Soupape de vidange
- 20 Orifice pour sonde de température
- 21 Enveloppe thermique
- 22 Soupape de sûreté
- 23 Manomètre (affichage de surpression)

1. Contenu des instructions d'utilisation

L'appareil d'analyse du point critique est livré rempli d'huile hydraulique mais ne contient pas de gaz d'essai.

Avant de le remplir de gaz d'essai, il faut procéder à un calibrage du volume selon les instructions fournies au chapitre 6 en utilisant l'air comme gaz idéal.

La procédure de remplissage avec du gaz d'essai est décrite au chapitre 7.

Les expériences à réaliser sont expliquées au chapitre 8.

Les instructions concernant le stockage de longue durée de l'appareil se trouvent au chapitre 9.

En raison de la diffusion inévitable de gaz d'essai à travers le joint calotte, il est nécessaire de dégazer

l'huile hydraulique contenue dans l'appareil selon les instructions fournies au chapitre 10. Procéder au dégazage après une durée de service prolongée et avant un stockage de l'appareil (vidé au préalable de son gaz d'essai).

La douille taraudée se trouvant dans l'étrier doit être régulièrement graissée et contrôlée à intervalles plus ou moins réguliers. Vous en trouverez une description détaillée au Chapitre 11.

Les travaux de maintenance décrits au chapitre 12 ne sont nécessaires que lorsque les pièces en caoutchouc sont usées et doivent être remplacées.

2. Consignes de sécurité

L'appareil d'analyse du point critique ne présente aucun danger s'il est utilisé conformément à sa destination, étant donné que la personne qui réalise l'expérience et l'appareil lui-même sont protégés par une soupape de sûreté. Il est cependant absolument nécessaire d'observer certaines règles de sécurité :

- Lire attentivement et suivre à la lettre les instructions d'utilisation.
- Ne pas dépasser les valeurs maxima admissibles pour la pression et la température (60 bars et 10–60°C).
- N'utiliser l'appareil que sous la surveillance d'une personne qualifiée.
- Porter des lunettes de protection.

N'augmenter la température qu'à basse pression et, si possible, au cours d'une phase gazeuse pure dans la cellule de mesure.

- Desserrer la roue à main jusqu'à l'obtention d'un volume maximum dans le cylindre avant de procéder à une augmentation de la température.

Pendant le réglage, ne pas orienter la soupape de sûreté en direction de personnes susceptibles d'être blessées ou d'objets susceptibles d'être détruits par une brusque éjection du couvercle de soupape. Lors d'expérimentations standard, veiller également à ce que la soupape de sûreté soit orientée correctement :

- Toujours poser l'appareil de manière à ce que la soupape de sûreté ne soit pas orientée vers des personnes ou des objets qu'il convient de protéger.
- Pour régler la soupape de sûreté, passer les bras autour de l'appareil pour atteindre la soupape située à l'arrière.

Le joint calotte peut être détruit par une surcharge :

- Ne jamais régler la pression à plus de 5 bars lorsque le robinet de réglage ou la soupape de vidange sont ouverts, c'est-à-dire lorsqu'il n'y a aucune contre-pression exercée par le gaz dans la cellule de mesure.
- Ne jamais produire de dépression en desserrant la roue à main lorsque les soupapes sont fermées.

La douille taraudée qui se trouve dans l'étrier est considérée comme un élément relevant des consignes de sécurité (voir au Chapitre 9).

- Lubrifier la douille taraudée au bout de 100 cycles de travail.
- Contrôler la douille taraudée une fois par an.

Afin d'éviter que l'appareil ne subisse des dommages de corrosion,

- utiliser un fluide de thermorégulation, constitué d'un mélange d'eau et de liquide de refroidissement en respectant le rapport de mélange deux volumes d'eau pour un volume de liquide de refroidissement.

Uniquement pour SF₆ en tant que gaz réel et azote en tant que gaz parfait.

3. Description

L'appareil d'analyse du point critique permet d'analyser la compressibilité et la liquéfaction d'un gaz, de calculer le point critique et d'enregistrer les isothermes du diagramme p-V (diagramme de Clapeyron). Le gaz d'essai utilisé est de l'hexafluorure de soufre (SF₆) ; avec une température critique de 318,6 K (45,5°C) et une pression critique de 3,76 MPa (37,6 bars), ce dernier permet un montage simple.

L'appareil est équipé d'une cellule de mesure transparente particulièrement épaisse et résistante à la pression. Le volume dans la cellule de mesure peut être modifié à l'aide d'une roue à main qui permet un réglage de précision, la variation de volume étant indiquée sur une échelle graduée fixe et une échelle graduée mobile avec une précision équivalant au 1/1000 du volume maximum. La pression est établie par le biais d'un système hydraulique contenant de l'huile de ricin, homologuée pour les applications médicales. La cellule de mesure et le système hydraulique sont séparés par un joint calotte qui s'enroule lorsque le volume augmente. Cette conception rend la différence de pression entre la cellule de mesure et le bain d'huile quasiment négligeable. Un manomètre mesure non pas la pression du gaz mais celle de l'huile, ce qui permet d'éviter tout espace mort dans la cellule de mesure. L'observation des passages de la phase gazeuse à la phase liquide, et inversement, permet donc de voir aussi bien la naissance de la première goutte de liquide que la disparition de la dernière bulle de gaz.

La cellule de mesure est enveloppée dans une enceinte transparente. Un thermostat de circulation permettra d'y maintenir, avec une grande précision, une température constante qu'il est possible de lire et de contrôler au moyen d'un thermomètre.

Les lectures du volume, de la pression et de la température sont simplifiées et permettent l'enregistrement aisé de diagrammes p-V- ou pV-p, avec des résultats qualitatifs corrects. On peut également obtenir des résultats quantitatifs corrects, tout à fait comparables aux valeurs de référence, à l'aide d'une correction du volume en fonction de la pression et de la température.

4. Fournitures

- 1 Appareil d'analyse du point critique, rempli d'huile hydraulique (huile de ricin) mais sans gaz d'essai (SF₆), équipé d'un embout de raccord à gaz déjà monté pour bouteilles de gaz comprimé Minican® et d'une protection pour raccord à gaz
- 1 Dispositif de remplissage d'huile
- 1 Clé mâle coudée pour vis à six pans 1,3 mm (pour les vis sans tête de l'échelle graduée mobile)
- 1 Tuyau flexible en plastique, 3 mm de diamètre intérieur
- 1 Raccord vissé pour 1/8" (SW 11)
- 1 Pompe à graisse

5. Caractéristiques techniques

Hexafluorure de soufre :

Température critique :	318,6 K (45,5°C)
Pression critique :	3,76 MPa (37,6 bars)
Volume critique :	197,4 cm ³ /Mol
Densité critique :	0,74 g/Mol

Valeurs maxima :

Plage de température :	10–60°C
Pression maximum :	6,0 MPa (60 bars)
Valeur seuil de la soupape de sûreté :	6,3 MPa (63 bars)
Résistance limite de fatigue :	7,0 MPa (70 bars)
Pression de déflagration théorique :	>20,0 MPa (200 bars)

Matériaux :

Gaz étalon :	hexafluorure de soufre
Huile hydraulique :	huile de ricin
Cellule de mesure :	acrylique
Enveloppe thermique :	acrylique
Fluide thermique recommandé :	mélange d'eau et de liquide de refroidissement au rapport de mélange 2/1

Détermination du volume :

Diamètre du piston :	20,0 mm
Surface du piston :	3,14 cm ²
Volume déplacé :	3,14 cm ² × course du piston
Volume maximum :	15,7 cm ³
Graduation d'échelle pour course :	0,05 mm
Course maximum :	50 mm

Détermination de la pression :

Manomètre :	classe 1.0 (max. 1% d'écart par rapport à la valeur finale de l'échelle)
-------------	--

Grandeur de mesure :	surpression
Affichage :	jusqu'à 60 bars
Diamètre du manomètre :	160 mm

Raccords :

Orifice pour sonde de température :	6 mm Ø
Raccords pour fluide thermique :	7 mm Ø
Raccord de la soupape du détendeur :	1/8 pouce Ø
Raccord à gaz :	1/8 pouce (3,17 mm) Ø (à la livraison)

Données générales :

Dimensions :	380 x 200 x 400 mm ³
Poids :	env. 7 kg

6. Calibrage du volume

6.1 Remarque préliminaire :

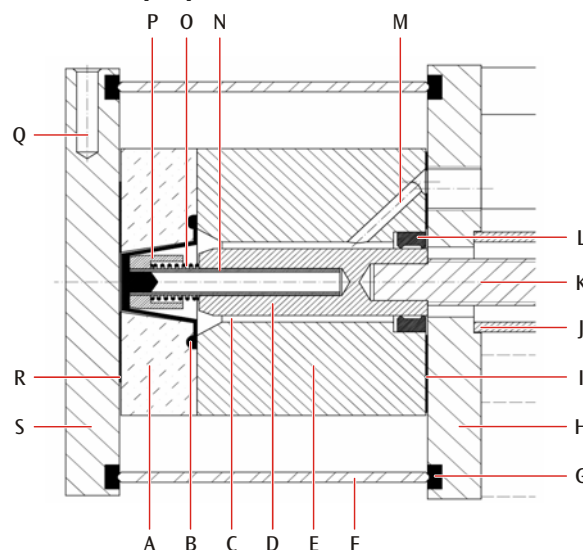


Fig. 1: Coupe de l'appareil avec cellule de mesure (A), joint calotte (B), bain d'huile (C), piston (D), cylindre (E), enveloppe thermique (F), joint en silicone (G), plaque de base (H), joint en caoutchouc carré (I), boîtier de piston (J), tige filetée (K), bague d'étanchéité (L), raccord de manomètre (M), tube conducteur (N), ressort (O), douille (P), orifice pour sonde de température (Q), joint en caoutchouc rond (R) et plaque porte-soupape (S)

On peut faire sortir ou rentrer le piston dans le cylindre via la tige filetée en actionnant la roue à main, ce qui permet de modifier le volume dans le bain d'huile (cf. Fig. 1). Etant donné que l'huile est pratiquement incompressible et que, à l'exception du joint calotte, toutes les autres pièces sont quasiment rigides, la variation de volume dans le bain d'huile provoque une déformation du joint calotte accompagnée d'une variation de volume quasiment identique ΔV_G dans la cellule de mesure. Pour ΔV_G , on a donc en première approximation :

$$\Delta V_G = A \cdot \Delta s \quad (1)$$

avec $A = 3,14 \text{ cm}^2$ et Δs = course du piston.

La course du piston est affichée par pas de 2 mm sur l'échelle graduée fixe, les valeurs intermédiaires pouvant être lues sur l'échelle graduée mobile par pas de 0,05 mm.

L'échelle fixe et l'échelle mobile peuvent être déplacées, la première en dévissant les deux vis moletées, la seconde en dévissant la vis sans tête (située entre les positions 0 9 et 1 0 sur l'échelle), ce qui permet également de la tourner autour de la tige filetée.

6.2 Calibrage du point zéro :

Le point zéro de l'échelle graduée pour le volume doit être défini par un calibrage.

On part à cet effet du principe que l'air, dans une plage de pression de 1–50 bars et dans une plage de température de 270–340 K, se comporte comme un gaz idéal (l'écart du facteur de gaz réel par rapport à 1 est inférieur à 1%). On obtient donc à température constante (par ex. à température ambiante), pour deux courses de piston s_0 et s_1 et pour les pressions correspondantes p_0 et p_1 , de l'air enfermé :

$$p_0 \cdot s_0 = p_1 \cdot s_1 \quad (2)$$

Pour $s_0 = s_1 + \Delta s$, il en résulte après conversion :

$$s_1 = \frac{p_0}{p_1 - p_0} \cdot \Delta s \quad (3)$$

Ajustage grossier des échelles :

- Ouvrir complètement le robinet de réglage.
- Dévisser la vis sans tête de l'échelle graduée mobile d'un demi-tour (l'échelle tourne à présent légèrement sur la tige filetée, sans qu'il soit nécessaire d'actionner la roue à main ; une pièce à ressort exerce toutefois une contre-pression pour empêcher que l'échelle ne tourne par elle-même).
- Desserrer la roue à main jusqu'à ce que vous sentiez une forte résistance.
- Tourner l'échelle mobile sur la tige filetée sans actionner la roue à main, jusqu'à ce que la graduation 0,0 arrive en haut et que l'échelle fixe indique environ 48 mm.
- Dévisser les vis moletées de l'échelle fixe et la déplacer sur le côté jusqu'à ce que le trait à 48 mm soit exactement positionné sur la ligne médiane de l'échelle mobile (cf. Fig. 2).
- Revisser les vis moletées en veillant à ce que l'échelle fixe n'appuie pas sur l'échelle mobile.

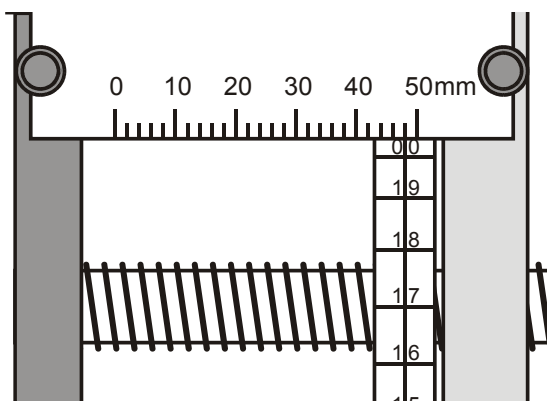


Fig. 2 : Affichage de la position du piston à 48,0 mm

Correction du point zéro :

- Fermer le robinet de réglage (la pression dans la cellule de mesure correspond à présent à la pression ambiante $p_0 = 1$ bar ; dans le cadre de la précision de mesure le manomètre doit indiquer une surpression de 0 bar).

- Resserrer la roue à main jusqu'à ce qu'une surpression de 15 bars s'affiche (pression absolue $p_1 = 16$ bars).
- Lire la position du piston s_1 et calculer la course du piston $\Delta s = s_0 - s_1$ à partir de cette dernière.
- Calculer la position du piston au point zéro $s_{1,corr}$ corrigé selon l'équation 3.
- Régler l'échelle mobile sur la valeur corrigée et déplacer une nouvelle fois l'échelle fixe, si nécessaire.
- Desserrer éventuellement la roue à main et fixer l'échelle mobile avec la vis sans tête.

Exemples de mesure :

$p_0 = 1$ bar, $p_1 = 16$ bars, $p_1 - p_0 = 15$ bars
 $s_0 = 48,0$ mm, $s_1 = 3,5$ mm, $\Delta s = 44,5$ mm
ce qui donne $s_{1,corr} = 2,97$ mm.

Il faut donc régler l'échelle mobile de façon à afficher 2,97 mm au lieu de 3,50 mm.

Remarque :

Ce calibrage du point zéro permet déjà d'obtenir des mesures qualitatives correctes. En ce qui concerne T et p , on peut également obtenir des mesures d'isothermes quantitativement correctes dans la zone à deux phases proche du point critique. Cependant, l'écart entre les isothermes mesurées est un peu trop important, en particulier dans la phase liquide.

6.3 Calibrage détaillé

Le rapport exact entre le volume V_c dans la cellule de mesure et la valeur affichée sur l'échelle s dépend de la quantité d'huile présente dans le bain d'huile. Par ailleurs, le bain d'huile se dilate proportionnellement à la pression, en raison de la présence du tube-ressort dans le manomètre. La dilatation de l'huile de ricin est d'autre part supérieure à celle de l'appareil lorsque la température augmente, ce qui entraîne une augmentation de la pression légèrement supérieure à celle de la température. Tous ces phénomènes peuvent être calculés en effectuant un calibrage adéquat avec de l'air utilisé comme gaz idéal.

L'équation idéale du gaz est la suivante :

$$\frac{p \cdot V}{T} = n \cdot R \quad (4)$$

$$R = 8,314 \frac{\text{J}}{\text{K mol}}$$

avec

La pression absolue peut être calculée selon la formule

$$p = p_e + 1 \text{ bar} \quad (6)$$

à partir de la surpression relevée p_e . La température absolue est obtenue de la manière suivante :

$$T = \vartheta + \vartheta_0 \text{ avec } \vartheta_0 = 273,15^\circ\text{C} \quad (7)$$

Le volume est calculé selon :

$$V_G = A \cdot s \quad (8)$$

avec $A = 3,14 \text{ cm}^2$ et s étant la course « effective » du piston.

La course effective du piston est calculée à partir de la lecture de la course s_e comme suit :

$$s = s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_\vartheta \cdot \vartheta \quad (9)$$

En opérant une substitution dans l'équation 4, on obtient :

$$\frac{p \cdot (s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_\vartheta \cdot \vartheta) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R = 0 \quad (10)$$

Si l'on effectue plusieurs mesures à différentes températures et pressions, le terme se calcule de la manière suivante :

$$Q = \sum_{i=1}^n \left(\frac{p_i \cdot (s_i + s_0 + \beta_p \cdot p_i - \beta_\vartheta \cdot \vartheta_i) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R \right)^2 \quad (11)$$

et les paramètres libres s_0 , β_p , β_ϑ et n doivent être sélectionnés de façon à obtenir une valeur minimum pour Q .

Equipements supplémentaires requis (cf. Chapitre 8) :

- 1 compresseur ou pompe à bicyclette et valve
- 1 Thermostat d'immersion / de circulation
1008653/1008654
- 1 Thermomètre numérique de poche instantané
1002803
- 1 Sonde d'immersion NiCr-Ni type K, de -65°C à 550°C
1002804
- 2 Tuyau flexible en silicone, 1 m
1002622
- 1 litre de liquide de refroidissement avec additifs anticorrosifs pour moteurs en aluminium (Glystantin® G30 des établissements BASF, par exemple)

Réalisation du calibrage :

- Brancher le thermostat suivant les instructions fournies au chapitre 8 et le remplir d'un mélange d'eau et de liquide de refroidissement.
- Relier le tuyau flexible en plastique de diamètre intérieur de 3 mm à l'embout du raccord à gaz 1/8".
- Ouvrir le robinet de réglage.
- Desserrer le piston en utilisant la roue à main jusqu'à ce qu'il atteigne par exemple la position 46,0 mm.
- Produire une surpression d'environ 3 à 8 bars dans la cellule de mesure avec un compresseur ou une pompe à bicyclette.
- Fermer le robinet de réglage.

- Faire varier le volume dans la cellule de mesure ou la température sur le thermostat pour prendre quelques mesures, attendre l'établissement d'un équilibre stationnaire avant de lire la pression.
- A l'aide d'un logiciel d'adaptation adéquat, définir les paramètres s_0 , β_p , β_ϑ et n de manière à obtenir une valeur minimum pour la somme au carré des erreurs Q (cf. équation 11).
- Si vous le souhaitez, vous pouvez tourner l'échelle mobile sur la valeur approximative s_0 , ce qui rend cette correction superflue.

Avec les paramètres ainsi définis, calculer la position « effective » du piston s à partir de la position relevée s_e conformément à l'équation 9 et le volume de la cellule de mesure calibré en fonction de l'équation 8.

Exemples de mesure :

Tabl. 1: Valeurs de mesure pour le calibrage

i	s_e / mm	ϑ	p / bar
1	40,0	20,0°C	6,6
2	20,0	20,0°C	12,4
3	10,0	20,0°C	23,3
4	5,0	20,0°C	41,8
5	3,5	20,0°C	53,9
6	5,0	20,0°C	41,8
7	5,0	10,0°C	38,9
8	5,0	30,0°C	45,3
9	5,0	40,0°C	49,0
10	5,0	50,0°C	53,5

On obtient les valeurs de paramètres suivantes :

$$s_0 = 0,19 \text{ mm}, \quad \beta_p = 0,023 \frac{\text{mm}}{\text{bar}}, \quad \beta_\vartheta = 0,034 \frac{\text{mm}}{\text{grd}} \quad \text{et } n = 0,00288 \text{ mol.}$$

7. Remplissage avec du gaz d'essai

7.1 Maniement de l'hexafluorure de soufre :

L'hexafluorure de soufre (SF_6) n'est pas toxique et est complètement inoffensif pour les individus. La valeur MAC de danger d'étouffement par raréfaction de l'oxygène est de 1000 ppm. Ceci correspond environ à 6 cellules de mesure remplies pour 1 m³ d'air.

Le SF_6 est toutefois très nuisible à l'environnement et produit un effet de serre 24 000 fois plus important que le CO_2 . Il est donc vivement déconseillé d'en évacuer de grandes quantités dans l'environnement.

7.2 Raccordement au gaz par le biais d'une tuyauterie fixe :

Equipements supplémentaires requis :

1 bouteille de gaz SF₆ équipée d'une robinetterie à gaz recommandée par le producteur de gaz ou le distributeur, par ex. bouteille de gaz SH ILB et robinet de réglage Y11 L215DLB180 de la société Airgas (www.airgas.com)

1 conduite possédant un diamètre extérieur de 1/8" et, si nécessaire des raccords de réduction, par ex. de la société Swagelok (www.swagelok.com)

1 clé plate SW 13, 1 clé plate SW 11

Conformément aux principes fondamentaux de « bonne pratique en laboratoire », il est recommandé d'utiliser une conduite fixe d'alimentation en gaz, surtout si l'appareil d'analyse du point critique est utilisé régulièrement.

Avant de remplir l'appareil, il convient d'effectuer plusieurs vidanges pour évacuer l'air contenu dans la tuyauterie. Le nombre des vidanges à effectuer dépend de la longueur de la tuyauterie (plus exactement du rapport entre le volume de la tuyauterie et le volume de la cellule de mesure). Ce faisant, veiller à réduire au minimum la quantité de gaz SF₆ à effet de serre libérée dans l'atmosphère.

Raccord de la tuyauterie fixe :

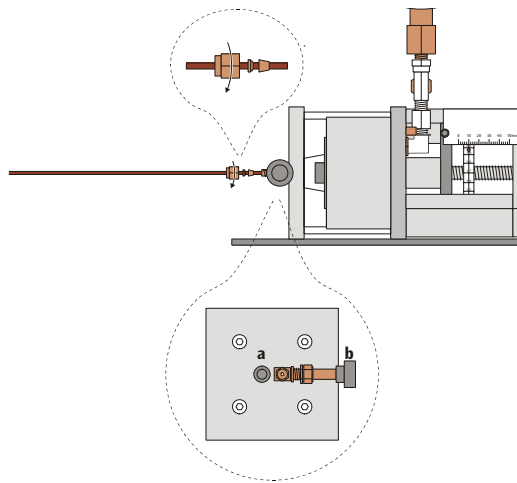


Fig. 3 : Raccord de la tuyauterie fixe

(a) soupape de vidange, (b) robinet de réglage

- Si nécessaire, enlever la protection du raccord à gaz et retirer l'embout de 1/8" de ce dernier en dévissant l'écrou d'accouplement (SW 11).
- Raccorder la tuyauterie (si nécessaire, avec les raccords de réduction) à la robinetterie à gaz.
- Glisser les raccords vissés fournis sur la tuyauterie en commençant par l'écrou d'accouplement (cf. Fig. 3, ordre et orientation comme indiqués avec l'attache-câbles !).
- Placer la tuyauterie sur le robinet de réglage et serrer l'écrou d'accouplement de manière à fixer la tuyauterie jusqu'à ce qu'il soit impossible de la dévisser avec les doigts.

- Bloquer le robinet de réglage à l'aide d'une clé plate (SW 13) et serrer l'écrou d'accouplement du robinet en tournant de 270° supplémentaires.

Le raccord est à présent étanche au gaz. Lorsque vous dévissez plus tard l'écrou d'accouplement, il faudra bloquer le robinet avec une clé plate.

Vidange de l'air :

- Régler le piston avec la roue à main sur la position 10 mm.
- Ouvrir lentement le robinet de réglage pour laisser entrer le gaz SF₆ jusqu'à ce qu'une pression d'env. 10 bars soit atteinte.
- Fermer le robinet de réglage.
- Ouvrir légèrement la soupape de vidange jusqu'à ce que la pression soit presque retombée à 0 bar.
- Fermer la soupape de vidange.

Remplissage avec du gaz d'essai :

- Après avoir effectué au moins quatre vidanges, ouvrir le robinet de réglage jusqu'à ce qu'une pression de 10 bars soit atteinte.
- Fermer le robinet de réglage.
- Régler le piston avec la roue à main, par ex. sur 46 mm.
- Ouvrir lentement le robinet de réglage et le refermer lorsqu'une pression de 10 bars est atteinte.

7.3 Remplissage de gaz à partir d'une bouteille de gaz comprimé MINICAN® :

Equipements supplémentaires requis :

1 bouteille de gaz MINICAN® contenant du SF₆, par exemple de la société Westfalen (www.westfalen-ag.de)

Si l'appareil n'est utilisé qu'occasionnellement, il est plus avantageux d'utiliser du gaz d'essai provenant d'une bouteille de gaz comprimé MINICAN®. Le raccord à gaz d'une bouteille MINICAN® est similaire à la valve des aérosols vendus dans le commerce et s'ouvre donc lorsque la MINICAN® est directement pressée sur l'embout du raccord à gaz.

Avant d'effectuer le remplissage, procéder ici aussi à plusieurs vidanges pour évacuer l'air.

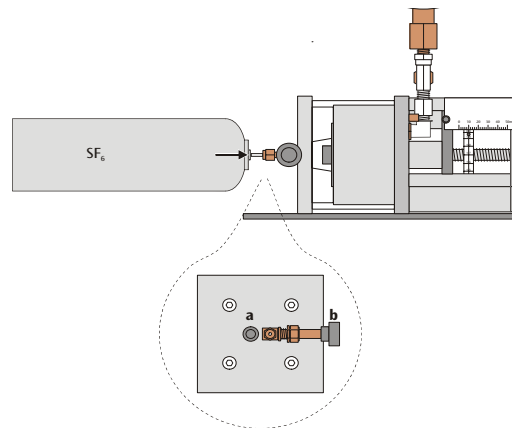


Fig. 4 : Remplissage de gaz au moyen d'une bouteille de gaz comprimé MINICAN® (a) soupape de vidange, (b) soupape de régulation

Vidange de l'air :

- Si nécessaire, enlever la protection du raccord à gaz.
- Positionner le piston sur 10 mm au moyen de la roue à main.
- Raccorder la bouteille MINICAN® contenant le SF₆ à l'embout du raccord à gaz après avoir enlevé le couvercle de protection.
- Presser la bouteille MINICAN® contre l'embout, ouvrir lentement le robinet de réglage (b) et remplir de SF₆, jusqu'à obtenir une pression d'environ 10 bars.
- Fermer la soupape de réglage.
- Ouvrir légèrement la soupape de vidange jusqu'à ce que la pression affichée soit pratiquement redescendue à 0 bar.
- Fermer la soupape de vidange.

Remplissage avec du gaz d'essai :

- Après avoir effectué au moins quatre vidanges, presser la bouteille MINICAN® sur l'embout, ouvrir lentement le robinet de réglage et remplir de SF₆, jusqu'à obtenir une pression d'environ 10 bars.
- Fermer le robinet de réglage.
- Faire revenir le piston, à 46 mm par exemple, en utilisant la roue à main.
- Presser la MINICAN®, ouvrir lentement le robinet de réglage et la refermer lorsqu'une pression de 10 bars est atteinte.

7.4 Conseil pour un stockage de courte durée :

Le gaz peut séjourner quelques jours dans la cellule de mesure.

Si aucune expérience n'est réalisée, il est recommandé de remettre le piston dans une position où il ne subit qu'une très faible pression - par exemple à 46 mm - en utilisant la roue à main.

Dans la mesure du possible, l'appareillage devrait toujours rester rempli du fluide de thermorégulation.

8. Expériences

8.1 Montage expérimental :

Equipements supplémentaires requis :

- | | | |
|---|---|-----------------|
| 1 | Thermostat d'immersion / de circulation | 1008653/1008654 |
| 1 | Thermomètre numérique de poche instantané | 1002803 |
| 1 | Sonde d'immersion NiCr-Ni type K, de -65°C à 550°C | 1002804 |
| 2 | Tuyau flexible en silicone, 1 m | 1002622 |
| 1 | litre de liquide de refroidissement avec additifs anticorrosifs pour moteurs en aluminium | |

(Glysantin® G30 des établissements BASF, par exemple)

- Placer l'appareil à une hauteur appropriée pour permettre une observation de la cellule de mesure et l'orienter de telle sorte que la soupape de sécurité ne soit pas dirigée vers des personnes susceptibles d'être blessées ou des objets risquant un endommagement.
- Raccorder les tuyaux flexibles en silicone de la sortie du thermostat de circulation vers l'entrée de l'enveloppe thermique, et de la sortie de l'enveloppe thermique à l'entrée du thermostat de circulation.
- Préparer un fluide de thermorégulation à partir de 2 volumes d'eau et de 1 volume de liquide de refroidissement.
- Emplir le thermostat d'immersion et de circulation.

8.2 Observations qualitatives :

Etat liquide et gazeux, état dynamique pendant la transition entre les phases, formation de points de transition à différentes températures.

- Faire varier le volume en tournant la roue à main et la température affichée sur le thermostat en respectant les consignes de sécurité.
- Incliner puis secouer délicatement le montage pour permettre une observation plus aisée de la surface de séparation entre le liquide et le gaz.

A proximité du point critique, on peut également observer une opalescence critique : un passage constant de l'état liquide à l'état gazeux, et vice-versa, dans de petites zones de la cellule de mesure donne naissance à une sorte de « brouillard » et l'hexafluorure de soufre paraît trouble.

8.3 Mesure des isothermes dans le diagramme p-V :

- Régler la température requise sur le thermostat de circulation pour un volume maximum.
- Diminuer progressivement le volume dans la cellule de mesure jusqu'à ce que le piston ait atteint la position de 10 mm, attendre l'établissement d'un équilibre stationnaire et relever la pression.
- Augmenter ensuite progressivement le volume - en commençant avec un volume le plus petit possible - jusqu'à ce que le piston ait atteint la position de 10 mm, attendre l'établissement d'un équilibre stationnaire et relever la pression.
- Convertir les surpressions en pressions absolues et les positions du piston en volumes, suivant les instructions du chapitre 6.

Dans la zone des petits volumes, l'équilibre stationnaire est atteint plus rapidement lors du passage de hautes à basses pressions – donc d'un petit volume à un volume plus important, étant

donné que la surface de séparation entre les phases de passage de l'état liquide à l'état gazeux est formée par des bulles de vapeur présentes dans tout le liquide. L'équilibre stationnaire s'installe alors au bout d'environ 1 à 5 minutes, sachant que les points de mesure au bord de la zone où sont situées les deux phases sont ceux qui nécessitent le plus de temps.

La valeur limite conseillée de 10 mm se rapporte à une pression de remplissage de 10 bars. Dans la plage de température admissible, il n'existe aucune phase liquide au-delà de cette valeur. La valeur limite se déplace vers la « droite » lorsque les pressions de remplissage sont plus élevées.

8.4 Mesure des isochores dans le diagramme $p-T$:

- Régler la température de sortie requise et, dans un deuxième temps, le volume souhaité.
- Diminuer progressivement la température.
- Attendre l'établissement de l'équilibre stationnaire et lire la pression.

Dans la zone où se trouvent les deux phases, les points de mesure relevés forment la courbe de pression de la vapeur.

L'équilibre stationnaire met jusqu'à 20 minutes à s'établir à chaque variation de température, étant donné que le bain d'eau et la cellule de mesure doivent d'abord atteindre la température souhaitée.

8.5 Calcul de la masse gazeuse :

Expulsion par soufflage du gaz hors de la cellule de mesure dans un sac plastique étanche et pesage :

- Enlever si nécessaire le tuyau et monter l'embout du raccord à gaz.
- Desserrer complètement la roue à main, par ex. à 46 mm.
- Ouvrir légèrement le robinet de réglage et évacuer le gaz dans le sac en plastique à travers l'embout du raccord à gaz.
- Fermer le robinet de réglage.
- Calculer la masse du gaz évacué en tenant compte du poids à vide du sac en plastique et de la force ascensionnelle de l'air.
- Diminuer le volume dans la cellule de mesure jusqu'à ce que la pression dans la cellule ait à nouveau atteint sa valeur d'origine.
- A partir de la différence de volume avant et après la vidange et en tenant compte du volume encore présent dans la cellule de mesure, calculer la masse gazeuse disponible à l'origine.

Comparaison avec les valeurs officielles de référence :

Il est également possible de calculer la masse gazeuse présente dans la cellule de mesure à partir des valeurs de ϑ , p et V que l'on trouvera dans les informations fournies par des industriels ou organismes officiels

8.6 Evaluation :

Sur la fig. 5, on constate que cet appareil relativement simple permet d'obtenir des valeurs de mesure tout à fait comparables aux valeurs de référence qui figurent également sur le diagramme.

8.7 Bibliographie :

- [1,2] Sulphur Hexafluoride, Firmenschrift S.27[1],30[2] und Solvay Fluor und Derivate GmbH, Hannover, Germany, 2000
- [3] Otto und Thomas, in: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971
- [4] Clegg et al., in: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971
- [5] Din, F.: Thermodynamic Functions of Gases, Vol. 2, Butterworths Scientific Publications, London, 1956
- [6] Vargaftik, N. B.: Handbook of Physical Properties of Liquids and Gases, 2nd ed., Hemisphere Publishing Corporation, Washington, 1983
- [7] Nelder, J. und Mead, R.: Comp. J., Vol. 7, S. 308, 1965

9. Stockage prolongé de l'appareil non utilisé

Si aucune expérience n'est prévue durant une période prolongée, vidanger le gaz d'essai et placer le piston sur la « position repos » en le tournant ; dans cette position, la partie conique du joint calotte n'est que très légèrement bosselée et n'appuie pas sur la cellule de mesure.

- Si nécessaire, laisser refroidir l'appareil et placer le piston dans une position où il ne subit qu'une pression minimum, au moyen de la roue à main.
- Vidanger le gaz d'essai via la soupape de vidange.
- Placer le piston dans la « position repos », à environ 5 mm, en utilisant la roue à main.
- Refermer la soupape de vidange.
- Avant de procéder au stockage définitif, veiller absolument à dégazer l'huile hydraulique suivant les instructions contenues au chapitre 10 si l'appareil a auparavant été utilisé sur une longue période.
- Eviter d'exposer l'appareil aux rayons directs du soleil durant son stockage.
- Le fluide de thermorégulation restera de préférence dans l'appareillage, car les additifs permettent d'éviter des phénomènes de corrosion ou la formation d'efflorescences résultant de tensions électrochimiques entre les différents matériaux. Il sera également possible de rincer l'appareillage à l'eau désionisée, puis de le sécher en utilisant de l'air comprimé (exempt d'huile, pression maximale de 1,1 bars).

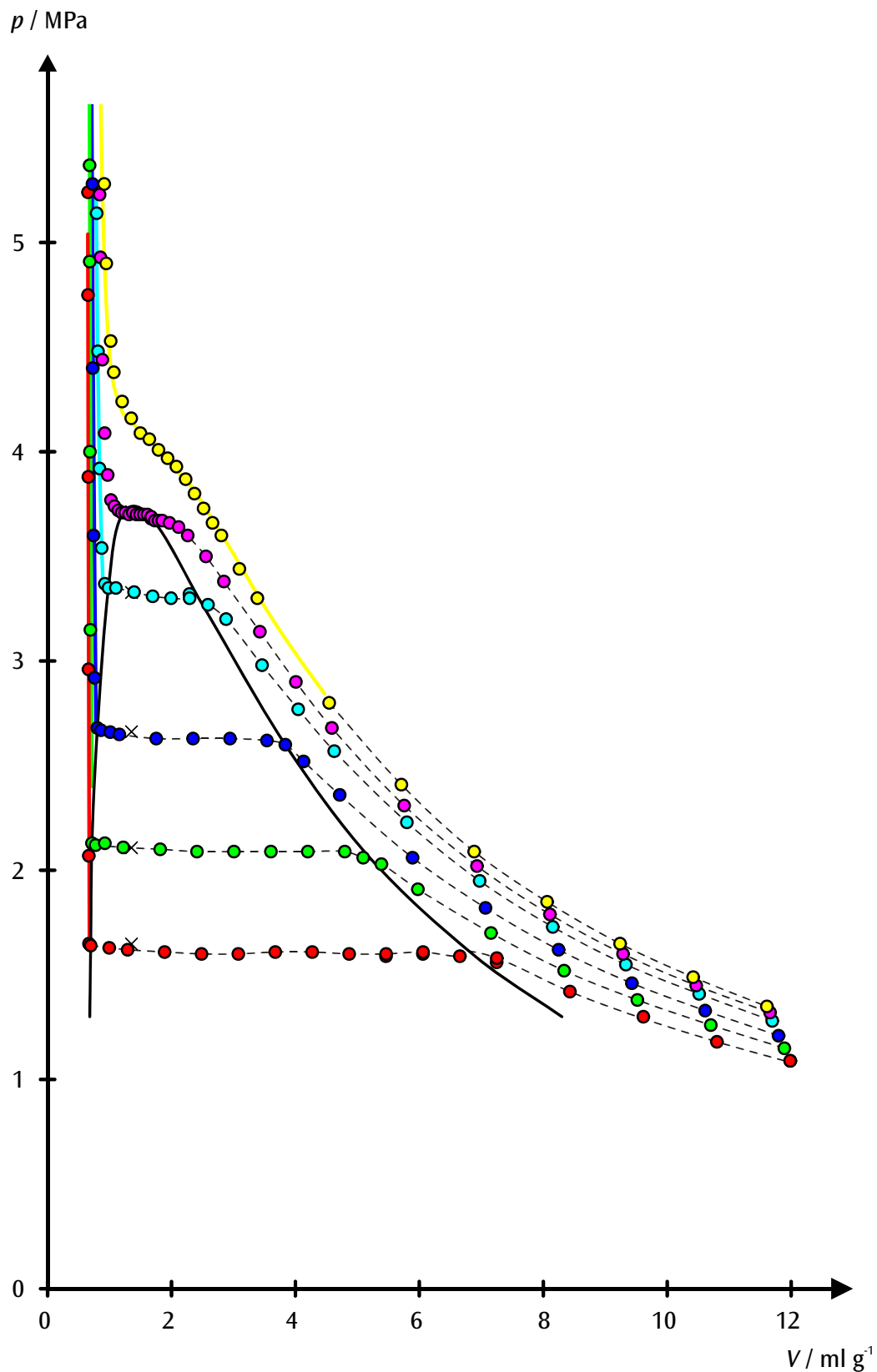


Fig. 5 Diagramme pV de SF_6 , mesuré avec l'appareil d'analyse du point critique
valeurs mesurées à 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) et 50°C (●),
(—) Ligne de séparation du mélange liquide-gaz, (x) valeurs de référence tirées de [1] pour la pression de la
vapeur,
Valeurs de référence tirées de [2] pour la pression du liquide à 10°C (—), 20°C (—), 30°C (—), 40°C
(—)
et 50°C (—)

10. Dégazage de l'huile hydraulique

La diffusion inévitable du gaz d'essai à travers le joint calotte provoque une diminution progressive de la pression dans la cellule de mesure sur une période prolongée. Le gaz diffusé à travers le joint calotte se dissout dans un premier temps dans l'huile hydraulique mais n'exerce pas d'influence notable sur les mesures.

Par contre, lorsque le gaz d'essai est vidangé avant stockage de l'appareil et que la pression de l'huile hydraulique retombe au niveau de la pression ambiante, le gaz d'essai s'échappe de l'huile hydraulique selon la loi d'Henry et provoque une augmentation progressive de la pression dans le bain d'huile, ce qu'il faut éviter à tout prix en l'absence d'une contre-pression exercée par le gaz dans la cellule de mesure. Il convient donc de dégazer l'huile hydraulique avant de stocker l'appareil.

Pour le dégazage, porter l'huile hydraulique sous vide à ébullition. Comme il ne faut pas que la différence de pression entre les deux côtés du joint calotte soit trop importante, il est nécessaire de veiller à conserver si possible une dépression constante du côté du gaz.

Equipements supplémentaires requis :

- 1 huile de ricin de qualité homologuée pour usage médical par ex. 1002671
- 1 tuyau souple sous vide de 6 mm de diamètre intérieur
- 1 robinet de retenue (ou un robinet à trois voies)
- 1 pompe à vide rotative
- 1 clé plate SW 14, 1 pincette, du papier absorbant, une boîte

Stockage de l'appareil :

- Si nécessaire, laisser refroidir l'appareil et placer le piston, au moyen de la roue à main, dans une position subissant la pression la plus faible possible.
- Evacuer le gaz d'essai via la soupape de vidange et fermer cette dernière.
- Si nécessaire, démonter la conduite de gaz et monter l'embout du raccord à gaz.
- Dévisser l'échelle mobile.
- Ouvrir le robinet de réglage.
- Resserrer le piston avec la roue à main jusqu'à atteindre une surpression de 1 bar.
- Fermer le robinet de réglage.
- Desserrer à nouveau la roue à main de deux tours.
- Poser l'appareil sur le poste de travail, avec le cadran de manomètre positionné vers le bas. Ce faisant, il est conseillé de poser le manomètre sur un support d'environ 6 cm d'épaisseur (cf. Fig. 6).

Attention : Ne pas desserrer le piston de plus de 25 mm, sinon le tube conducteur pourrait glisser hors du piston au cours des opérations suivantes.

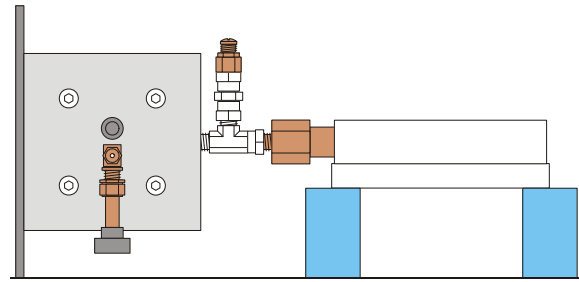


Fig. 6 : Stockage de l'appareil pour le remplissage de l'huile

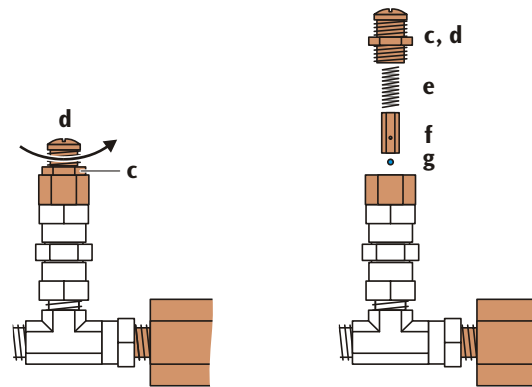


Fig. 7 : Démontage de la soupape de sûreté.

(c) contre-écrou, (d) capuchon de valve, (e) ressort à pression, (f) piston hexagonal, (g) bille d'acier

Démontage de la soupape de sûreté :

- Dévisser le contre-écrou (SW 14) de la soupape de sûreté et enlever le capuchon de valve en le dévissant à l'aide d'un tournevis (cf. Fig. 7).
- Enlever successivement le ressort à pression, le piston hexagonal et la bille d'acier à l'aide d'une pincette et les déposer dans une boîte par exemple.

Montage du dispositif de remplissage d'huile :

- Dévisser l'écrou-raccord du dispositif de remplissage d'huile, enlever la garniture et placer l'écrou-raccord au-dessus de la soupape de sûreté (cf. Fig. 8).
- Ne pas serrer trop fort le réservoir d'huile (le joint torique ne doit pas être écrasé).
- Ouvrir le robinet de réglage.
- Dans un premier temps, resserrer la roue à main jusqu'à la butée de l'étrier (si nécessaire, dévisser l'échelle mobile) et la desserrer ensuite de trois tours.
- Placer du papier absorbant en dessous et remplir le réservoir avec de l'huile de ricin, jusqu'à la moitié au maximum.
- Visser la garniture du dispositif de remplissage d'huile avec l'écrou-raccord.

Raccord de la pompe à vide :

- Emboîter le tuyau flexible de 3 mm de diamètre intérieur sur l'embout du raccord à gaz de l'appareil et sur l'embout le plus petit du dispositif de remplissage d'huile.
- Pour raccorder la pompe à vide, utiliser un tuyau souple sous vide de 6 mm de diamètre intérieur et le raccorder à l'embout le plus grand du dispositif de remplissage d'huile par le biais d'un robinet de retenue ou, mieux encore, d'un robinet à trois voies.

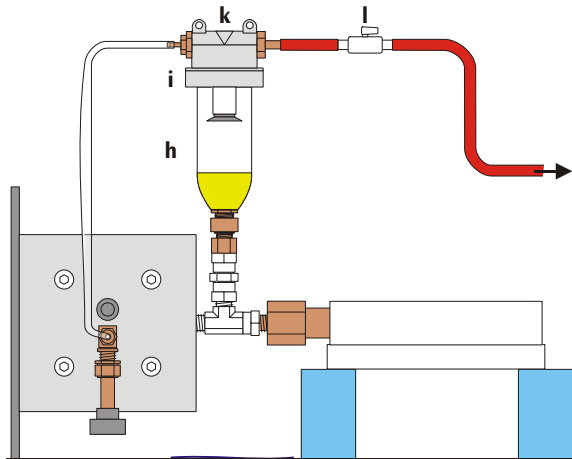


Fig. 8 : Montage du dispositif de remplissage d'huile et branchement de la pompe à vide (h) réservoir d'huile, (i) écrou-raccord, (k) garniture, (l) robinet de retenue (ou robinet à trois voies)

Dégazage :

- Vérifier si le robinet de réglage est ouvert et si la soupape de vidange est fermée.
- Mettre la pompe à vide en marche, ouvrir légèrement le robinet de retenue et observer la formation de mousse dans l'huile de ricin.

Interrompre le pompage en fermant le robinet de retenue si la formation de mousse est trop importante et qu'elle atteint le filtre monté sur la garniture. Ouvrir à nouveau le robinet de retenue une fois que la mousse a disparu.

Au bout de quelques minutes (ce laps de temps dépend du débit volumétrique de la pompe à vide raccordée), la pression de la vapeur de l'huile de ricin est atteinte et l'huile se met à bouillir. On peut reconnaître ce phénomène au fait que des bulles de vapeur, « sorties de nulle part », apparaissent brusquement et que leur taille augmente rapidement alors qu'elles se déplacent dans l'huile.

L'huile est à présent suffisamment dégazée.

- Fermer le robinet de réglage et le robinet de retenue.

Démontage :

- Retirer le tuyau souple sous vide du robinet de retenue (laisser encore le flexible avec le robinet sur le dispositif de remplissage d'huile).
- Pour éviter un coup de bélier, ouvrir lentement le robinet de retenue et attendre que la pression s'équilibre.
- Retirer les tuyaux flexibles des deux embouts du dispositif de remplissage d'huile.
- Dévisser le réservoir de la soupape de sûreté.

Etant donné que l'huile de ricin est relativement épaisse, elle ne s'écoule que très lentement du réservoir et cette opération peut être réalisée très facilement. Placer un chiffon (ou du sopalin) sous le réservoir après l'avoir dévissé pour empêcher que celui-ci ne goutte.

- Avec un chiffon, éliminer l'excès d'huile de la soupape de sûreté et resserrer ensuite la roue à main jusqu'à ce que le niveau d'huile de la soupape coïncide exactement avec celui du bord d'appui de la bille d'acier.
- Placer la bille d'acier à l'intérieur, positionner le piston hexagonal avec le petit alésage sur la bille (pincette) et insérer le ressort à pression dans le plus grand alésage.
- Visser avec précaution le capuchon de valve (pas trop fort) jusqu'à la butée et effectuer deux tours pour la desserrer.

Réglage de la soupape de sûreté :

- Redresser l'appareil et le positionner de telle sorte que la soupape de sûreté ne soit pas dirigée vers des personnes susceptibles d'être blessées ou des objets pouvant être endommagés.
- Ouvrir le robinet de réglage, desserrer complètement la roue à main et refermer le robinet de réglage.
- Resserrer la roue à main pour atteindre une surpression d'environ 65 bars.
- Placer les bras de chaque côté de l'appareil pour atteindre la soupape de sûreté placée à l'arrière et dévisser lentement le capuchon de valve de cette dernière jusqu'à ce que la pression tombe à environ 63 bars.
- Visser à fond le contre-écrou (SW 14).

Position de repos

- Desserrer la roue à main jusqu'à ce que la pression soit retombée à 10 bars maximum.
- Ouvrir le robinet de réglage et tourner la roue à main pour la mettre en « position repos » à env. 5 mm.
- Fermer le robinet de réglage.

Après avoir effectué ces opérations, l'appareil peut être stocké ou à nouveau rempli de gaz d'essai.

11. Entretien et maintenance de la douille taraudée

11.1 Graissage de la douille taraudée

Dans le but de prévenir l'usure, il est conseillé de graisser la douille taraudée se trouvant dans l'étrier tous les 100 cycles environ (chaque cycle comprenant une augmentation de la pression de 10 à 60 bars et la détente ultérieure à 10 bars) ou une fois par semaine. Ce graissage prend environ une minute et permet de prolonger considérablement la vie de la douille ! Pour la lubrification, nous recommandons une graisse claire multi-usages sans graphite ou additifs similaires.

Procédure à suivre :

- Pressez toute la graisse contenue dans la course du piston d'une pompe à graisse (de type usuel) par l'embout de graissage de l'étrier se trouvant dans la douille taraudée.
- Essuyez l'excédent de graisse sortant de la douille.

Cette graisse sortant contient également des particules de matière plastique qui seront ainsi éliminées.

11.2 Contrôle de la douille taraudée.

La douille taraudée se trouvant dans l'étrier étant soumise à une usure lente, mais continue, il est donc essentiel de contrôler son jeu axial une fois par an :

- Évacuez la pression de la cellule de mesure, puis réglez le piston à la position de 10 mm.
- Déterminez les distances minimale et maximale entre la bride de la roue à main et l'étrier en utilisant un pied à coulisse ; ce qui se fera en appuyant contre la roue à main, puis en la retirant.

Si la différence entre les deux distances dépasse 0,3 mm, il est alors indispensable d'échanger la douille taraudée.

11.3 Échange de la douille taraudée

Accessoires supplémentaires requis :

1 douille taraudée du jeu de garnitures d'étanchéité (1002672)

La douille taraudée devra en tout cas être échangée au bout de dix ans, même si la limite d'usure n'est pas encore atteinte (aux bancs d'essais, aucune usure mesurable [$<0,05$ mm] n'a pu être constatée après 1 000 cycles), car nous ne disposons pas encore de données fiables concernant la stabilité dans le temps de la matière plastique (POM-C) mise en œuvre.

- Évacuez la pression de la cellule de mesure.
- Dévissez l'échelle graduée fixe.
- Desserrez la tige filetée se trouvant dans la bride de la roue à main, et retirez cette roue.
- Détachez les quatre vis situées dans la barre transversale de l'étrier et détachez la barre

transversale avec sa douille taraudée de la tige filetée.

- Dévissez l'embout de graissage (SW 7) et, à l'aide d'une clé Allen de 3 mm, desserrez de 4 tours, la vis sans tête vissée en travers de la douille taraudée.
- Faites sortir la douille taraudée du côté de la roue à main en utilisant un mandrin adéquat. Une autre alternative est d'enfoncer, sans trop serrer, une vis M14 dans la douille qui sera alors faite sortir par des coups légers sur la tête de vis.
- Insérez la nouvelle douille taraudée afin que l'alésage transversal s'aligne sur l'embout de graissage.
- Enfoncez la douille dans l'étau à vis (en utilisant des mâchoires planes ou un outil approprié).
- Vissez la vis sans tête (enfoncée d'au moins 6 mm) et vissez l'embout de graissage.

Matériau de la douille taraudée : POM-C = polyacétal naturel (copolymère)

Surdimensionnement (ajustage serré) : 0,05 – 0,1 mm.

12. Remplacement des garnitures d'étanchéité

Equipements supplémentaires requis :

1 clé mâle coudée pour vis à six pans (SW 6)

1 jeu de garnitures d'étanchéité pour 1002670

1002672

composé de

- 1 joint calotte en caoutchouc,
- 1 joint en caoutchouc rond,
- 1 joint en caoutchouc 78x78 mm²,
- 4 rondelles d'étanchéité en cuivre
- 1 douille taraudée

Il peut être nécessaire de remplacer le joint calotte ou d'autres joints d'étanchéité au bout de quelque temps, en particulier si l'appareil a été stocké sous exposition directe aux rayons du soleil.

12.1 Démontage de l'appareil :

- Si nécessaire, laisser refroidir l'appareil et placer le piston dans une position où il n'est soumis qu'à une très faible pression, au moyen de la roue à main.
- Evacuer le gaz d'essai via la soupape de vidange et fermer cette dernière.
- Si nécessaire, démonter la conduite d'alimentation en gaz.
- Ouvrir le robinet de réglage.
- Desserrez la roue à main pour atteindre la position 25 mm.
- Incliner l'appareil vers la droite et le placer à la verticale sur un support adéquat en l'appuyant sur la roue à main et sur le bord de la plaque de montage.

- A l'aide d'une clé mâle coudée pour vis à six pans (SW 6), dévisser les quatre vis de la plaque porte-soupape, uniformément et en diagonale, de 1/8 de tour jusqu'à ce que la tension ait disparu.
- Dévisser complètement les vis et les enlever.
- Enlever également les rondelles d'étanchéité en cuivre.
- Tourner la plaque porte-soupape de droite à gauche et inversement en augmentant progressivement la force exercée, jusqu'à ce que les joints d'étanchéité se désolidarisent. Ce faisant, éviter de faire tourner le robinet de réglage.
- Enlever la plaque porte-soupape (la cellule de mesure adhère éventuellement encore à la plaque).
- En effectuant à nouveau un mouvement de rotation dans les deux sens, libérer le joint restant entre la cellule de mesure et le cylindre ou entre la cellule de mesure et la plaque porte-soupape.
- Désolidariser le tube conducteur du joint calotte en le faisant tourner.

12.2 Nettoyage de l'appareil démonté :

L'huile de ricin s'élimine assez facilement avec de l'alcool à brûler. L'alcool éthylique attaque toutefois l'enveloppe et la cellule de mesure, toutes deux en matière acrylique. Les traces de doigt et autres saletés peuvent être nettoyées avec une solution (douce) contenant du liquide vaisselle. Il est également conseillé de nettoyer les nouvelles garnitures d'étanchéité avec de l'alcool à brûler et du liquide vaisselle.

12.3 Assemblage de l'appareil :

Si vous avez déjà vidangé l'huile de ricin:

- Remplir le cylindre avec de l'huile de ricin fraîche - jusqu'à environ 5 mm sous le bord supérieur de ce dernier (début de la dépression).
- Mettre en place les deux joints en silicone.
- Rabattre le joint calotte et humidifier le tourillon avec un peu d'huile de ricin avant de l'insérer, en le tournant, dans le tube conducteur.
- Remettre le joint calotte dans sa position initiale, placer le ressort sur le piston et insérer le tube conducteur dans le piston.
- Positionner la cellule de mesure et l'ajuster exactement aux bords du cylindre.
- Placer l'enveloppe thermique sur le joint en silicone inférieur et la centrer.
- Placer le joint en caoutchouc rond et le positionner parallèlement au cylindre à l'aide d'une règle posée sur l'enveloppe thermique (cf. Fig. 9, les trous en forme de demi-lune devront se

trouver plus tard sous les ouvertures de la soupape).

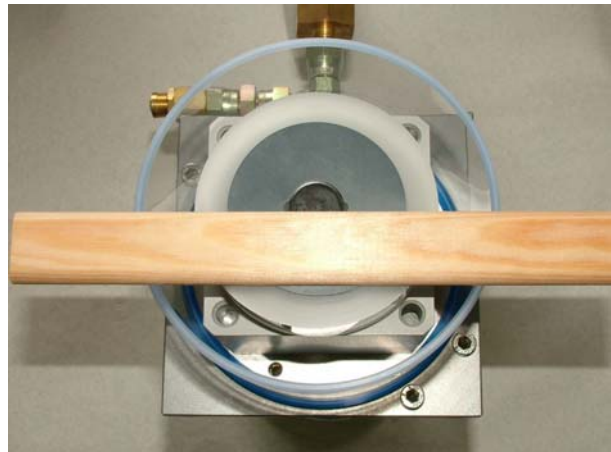


Fig. 9 : Positionnement du joint en caoutchouc rond

- Placer la plaque porte-soupape, la centrer et la positionner parallèlement à la plaque de montage.
- Doter les vis M8×40 de nouvelles rondelles d'étanchéité en cuivre et les visser légèrement.
- Fixer les vis en diagonale tout en vérifiant que la pression exercée sur le joint en caoutchouc rond soit homogène (si la pression exercée est trop élevée, le joint en caoutchouc laisse une marque grise sur la matière acrylique de la cellule de mesure, tandis que des marques d'apparence laiteuse apparaissent lorsque la pression exercée est faible).

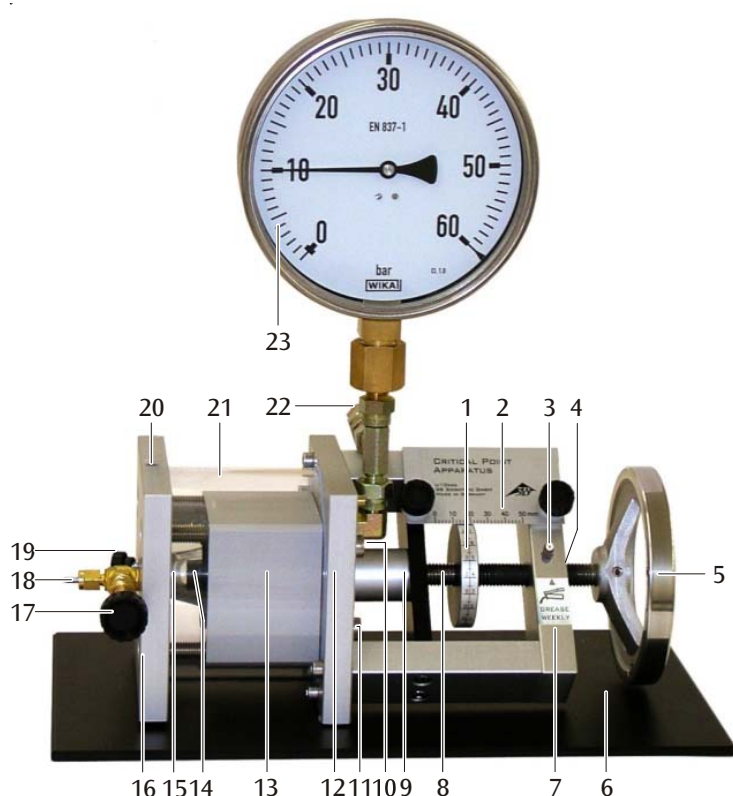
12.4 Remise en service :

- Dégazer l'huile hydraulique et remplir le réservoir d'huile (voir chapitre 10).
- Régler la soupape de sûreté (voir chapitre 10).
- Réaliser un nouveau calibrage de volume (voir chapitre 6).

Apparecchio per il punto critico 1002670

Istruzioni per l'uso

01/13 MH/JS



- 1 Scala rotante
- 2 Scala fissa
- 3 Nipplo di lubrificazione
- 4 Manicotto filettato
- 5 Volantino
- 6 Piastra di appoggio
- 7 Staffa
- 8 Asta filettata con pistone
- 9 Copripistone
- 10 Uscita per mezzo termico
- 11 Ingresso per mezzo termico
- 12 Piastra di base
- 13 Cilindro
- 14 Guarnizione a cappello
- 15 Cella di misura
- 16 Piastra della valvola
- 17 Valvola di regolazione
- 18 Raccordo per gas 1/8" (per bombole di gas Minican®)
- 19 Valvola di lavaggio
- 20 Foro per sensore di temperatura
- 21 Rivestimento termico
- 22 Valvola di sicurezza
- 23 Manometro (indicatore di sovrappressione)

1. Contenuto delle istruzioni per l'uso

Al momento della consegna l'apparecchio per il punto critico è riempito con olio idraulico ma non con il gas di prova.

Prima del riempimento con il gas di prova, è necessario eseguire una calibrazione del volume come descritto al paragrafo 6 utilizzando l'aria come gas ideale.

Il riempimento con il gas di prova è descritto nel paragrafo 7.

Le indagini sperimentali sono illustrate nel paragrafo 8.

Per le istruzioni di immagazzinamento in caso di pause prolungate, consultare il paragrafo 9.

A causa dell'inevitabile diffusione del gas di prova attraverso la guarnizione a cappello, dopo periodi di inutilizzo prolungati e prima di un immagazzinamento programmato dell'apparecchio senza gas di prova è necessario degassare l'olio idraulico come descritto nel paragrafo 10.

Il manicotto filettato nella staffa deve essere ingrassato regolarmente e verificato a distanze superiori. Ciò è descritto nel paragrafo 11.

Gli interventi di manutenzione descritti nel paragrafo 12 sono necessari solo in caso di compromissione della funzione delle parti in gomma dovuta a invecchiamento.

2. Norme di sicurezza

Se utilizzato in modo conforme, l'apparecchio per il punto critico non comporta alcun pericolo poiché lo sperimentatore e l'apparecchio stesso sono protetti da una valvola di sicurezza. Tuttavia è assolutamente necessario osservare alcune misure precauzionali:

- Leggere attentamente il manuale delle istruzioni per l'uso in ogni sua parte ed attenersi ad esso.
- Non superare i valori massimi consentiti per la pressione e la temperatura (60 bar e 10–60°C).
- Azionare l'apparecchio solo sotto sorveglianza.
- Indossare occhiali di protezione.

Un aumento della temperatura deve essere eseguito solo in caso di pressione ridotta e possibilmente durante la fase gassosa pura nella cella di misura.

- Prima di aumentare la temperatura, se possibile svitare il volantino fino al volume massimo.

Durante la regolazione, la valvola di sicurezza non deve essere rivolta verso persone o oggetti, i quali potrebbero subire lesioni o danni in seguito all'espulsione del cappuccio della valvola. Anche durante un normale esperimento, prestare attenzione all'orientamento della valvola di sicurezza:

- In linea di massima, posizionare l'apparecchio in modo tale che la valvola di sicurezza non sia rivolta verso persone o oggetti che necessitano di protezione.
- Per regolare la valvola di sicurezza, avvolgere da davanti le braccia attorno all'apparecchio in modo tale da raggiungere la valvola di sicurezza posizionata sul retro.

In caso di sovraccarico la guarnizione a cappello viene distrutta:

- Non impostare mai una pressione superiore ai 5 bar in caso di valvola di regolazione o valvola di lavaggio aperta, ovvero in assenza di contropressione gassosa nella cella di misura.
- Non creare mai una condizione di depressione girando il volantino in senso opposto in caso di valvole chiuse.

Nella staffa si trova un manicotto filettato che va considerato un componente importante per la sicurezza (vedere paragrafo 9).

- Lubrificare il manicotto filettato ogni 100 cicli,
- Controllare il manicotto filettato una volta all'anno.

Per evitare danni all'apparecchio dovuti a corrosione:

- Utilizzare una miscela di acqua e liquido refrigerante in rapporto 2:1 come mezzo termico.

Solo per SF₆ come gas reale e azoto come gas ideale.

3. Descrizione

L'apparecchio per il punto critico consente di esaminare la comprimibilità e la liquefazione di un gas, di determinare il punto critico e di registrare le isoterme del diagramma p-V (diagramma di Clapeyron). Come gas di prova si utilizza esafluoruro di zolfo (SF₆), che con una temperatura critica di 318,6 K (45,5°C) e una pressione critica di 3,76 MPa (37,6 bar) consente di creare una struttura semplice.

L'apparecchio contiene una cella di misura trasparente particolarmente ermetica e resistente alla pressione. Il volume all'interno della cella di misura viene modificato ruotando un volantino a regolazione fine consentendo di leggere la variazione di volume su una scala fissa e su una scala rotante con una precisione di 1/1000 del volume massimo. La pressione viene creata da un sistema idraulico con olio di ricino di qualità idonea per applicazioni medicali. La cella di misura e il sistema idraulico sono separati da una guarnizione a cappello che si arrotola in caso di aumento del volume. Grazie a questa costruzione, la differenza di pressione tra la cella di misura e la camera dell'olio è praticamente irrilevante. Un manometro misura la pressione dell'olio invece della pressione del gas senza richiedere un volume morto nella cella di misura. L'osservazione delle transizioni dalla fase gassosa a quella liquida e viceversa consente quindi di esaminare sia la formazione della prima goccia di liquido che la scomparsa dell'ultima bolla di gas.

La cella di misura è avvolta da una camera d'acqua trasparente. Tramite un termostato a circolazione è quindi possibile impostare una temperatura costante in modo molto preciso leggendo e controllando la temperatura con un termometro. Le buone possibilità di lettura di volume, pressione e temperatura consentono di registrare diagrammi p-V o pV-p senza particolare fatica con risultati qualitativamente validi. Una correzione del volume in funzione della pressione e della temperatura consente di ottenere inoltre risultati quantitativamente validi in grado di reggere un confronto con i valori della letteratura.

4. Fornitura

- 1 Apparecchio per il punto critico, riempito con olio idraulico (olio di ricino) ma senza gas di prova (SF₆), con raccordo del gas montato per bombolette di gas Minican® e protezione per il tubo di allacciamento del gas
- 1 Dispositivo di riempimento dell'olio
- 1 Chiave a brugola 1,3 mm (per la vite senza testa della scala rotante)
- 1 Tubo flessibile in plastica, diametro interno 3 mm
- 1 Raccordo filettato per tubi per 1/8" (apertura chiave 11)
- 1 Ingrassatore

5. Dati tecnici

Esafluoruro di zolfo:

Temperatura critica:	318,6 K (45,5°C)
Pressione critica:	3,76 MPa (37,6 bar)
Volume critico:	197,4 cm ³ /mol
Densità critica:	0,74 g/mol

Valori massimi:

Range di temperatura:	10–60°C
Pressione massima:	6,0 MPa (60 bar)
Valore di soglia della valvola di sicurezza:	6,3 MPa (63 bar)
Limite di fatica teorico:	7,0 MPa (70 bar)
Pressione di scoppio teorica:	>20,0 MPa (200 bar)

Materiali:

Gas di prova:	esafluoruro di zolfo
Olio idraulico:	olio di ricino
Cella di misura:	vetro acrilico
Rivestimento termico:	vetro acrilico
Mezzo termico consigliato:	miscela di acqua e liquido refrigerante in rapporto 2:1

Determinazione del volume:

Diametro pistone:	20,0 mm
Superficie pistone:	3,14 cm ²
Volume impostato:	3,14 cm ² × corsa di regolazione
Volume massimo:	15,7 cm ³
Divisione scala per corsa di regolazione:	0,05 mm
Corsa di regolazione massima:	50 mm

Determinazione della pressione:

Manometro:	classe 1.0 (max. 1% di deviazione dal valore finale di scala)
Grandezza di misura:	sovrappressione
Display:	fino a 60 bar
Diametro manometro:	160 mm

Attacchi:

Foro per sensore di temperatura:	6 mm Ø
Attacchi per mezzo termico:	7 mm Ø
Attacco della valvola riduttrice:	1/8" Ø
Tubo di allacciamento del gas:	1/8" (3,17 mm) Ø (in dotazione)

Dati generali:

Dimensioni:	380 x 200 x 400 mm ³
Peso:	ca. 7 kg

6. Calibrazione del volume

6.1 Premessa:

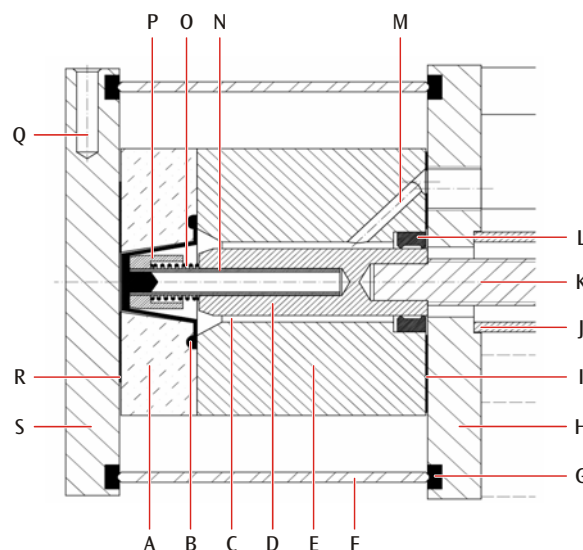


Fig. 1: Sezione dell'apparecchio con cella di misura (A), guarnizione a cappello (B), camera dell'olio (C), pistone (D), cilindro (E), rivestimento termico (F), guarnizione in silicone (G), piastra di base (H), guarnizione in gomma quadrata (I), copripistone (J), asta filettata (K), anello di tenuta (L), raccordo per manometro (M), tubo di guida (N), molla (O), manicotto (P), foro per sensore di temperatura (Q), guarnizione in gomma tonda (R) e piastra della valvola (S)

La rotazione del volantino comporta l'avvitamento o lo svitamento del pistone tramite l'asta filettata con conseguente variazione del volume nella camera dell'olio (ved. Fig. 1). Poiché l'olio è praticamente incompressibile e tutti gli altri componenti, ad eccezione della guarnizione a cappello, sono pressoché rigidi, la variazione di volume nella camera dell'olio produce una deformazione della guarnizione a cappello e di conseguenza una variazione di volume ΔV_G pressoché identica nella cella di misura. Nella prima approssimazione per ΔV_G vale quindi la seguente equazione:

$$\Delta V_G = A \cdot \Delta s \quad (1)$$

con $A=3,14 \text{ cm}^2$ e Δs = corsa di regolazione del pistone.

La corsa del pistone viene indicata in passi di 2 mm sulla scala fissa. I valori intermedi possono essere letti sulla scala rotante in passi di 0,05 mm.

Per spostare la scala fissa è necessario allentare prima le due viti a testa zigrinata, mentre la scala rotante può essere spostata e ruotata sull'asta filettata dopo aver allentato la vite senza testa (situata tra le posizioni di scala 0 9 e 1 0).

6.2 Calibrazione del punto zero:

Il punto zero della scala del volume deve essere determinato mediante una calibrazione.

A tale scopo ci si avvale del fatto che in un range di pressione di 1–50 bar e nel range di temperatura di 270–340 K l'aria si comporta come un gas ideale (il fattore di gas reale differisce da 1 di meno dell'1%). Pertanto, con una temperatura costante (ad es. a temperatura ambiente), per due corse del pistone s_0 e s_1 e per le relative pressioni p_0 e p_1 dell'aria racchiusa vale la seguente equazione:

$$p_0 \cdot s_0 = p_1 \cdot s_1 \quad (2)$$

Con $s_0 = s_1 + \Delta s$ dopo l'inversione si ottiene:

$$s_1 = \frac{p_0}{p_1 - p_0} \cdot \Delta s \quad (3)$$

Regolazione grossolana delle scale:

- Aprire completamente la valvola di regolazione.
- Allentare la vite senza testa della scala rotante di mezzo giro (ora la scala può essere facilmente ruotata sull'asta filettata senza muovere il volantino; la rotazione libera viene però ostacolata da un pezzo di pressione elastico).
- Svitare il volantino fino a quando non si avverte una resistenza notevole.
- Senza muovere il volantino, ruotare la scala rotante sull'asta filettata fino a quando la tacca 0,0 non si trova in alto e la scala fissa non indica circa 48 mm.
- Allentare le viti a testa zigrinata della scala fissa e spostare la scala lateralmente fino a quando la linea in corrispondenza di 48 mm non si trova esattamente sulla linea centrale della scala rotante (ved. Fig. 2).
- Serrare di nuovo le viti a testa zigrinata facendo attenzione a che la scala fissa non prema sulla scala rotante.

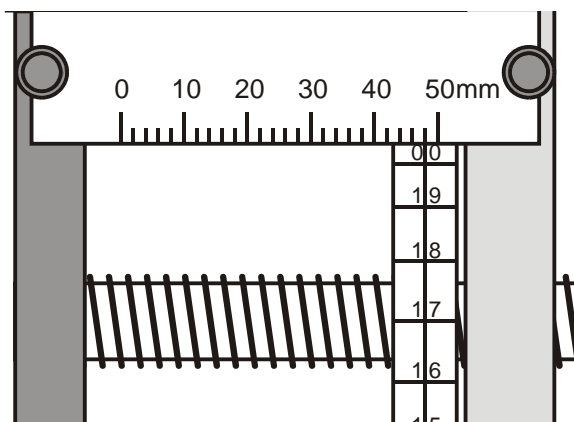


Fig. 2: Indicazione della posizione di pistone 48,0 mm

Correzione del punto zero:

- Chiudere la valvola di regolazione (la pressione nella cella di misura corrisponde ora alla pressione ambiente $p_0 = 1$ bar; il manometro indica in termini di precisione della misura una sovrappressione di 0 bar).
- Avvitare il volantino fino a quando non viene indicata una sovrappressione di 15 bar (pressione assoluta $p_1 = 16$ bar).
- Leggere la posizione del pistone s_1 e in base ad essa calcolare la corsa di regolazione $\Delta s = s_0 - s_1$.
- Calcolare la posizione del pistone corretta nel punto zero $s_{1,corr}$ secondo l'equazione 3.
- Impostare la scala rotante sul valore corretto e, se necessario, spostare ancora volta la scala fissa.
- Se necessario, svitare leggermente il volantino e fissare la scala rotante con la vite senza testa.

Esempio di misurazione:

$p_0 = 1$ bar, $p_1 = 16$ bar, $p_1 - p_0 = 15$ bar
 $s_0 = 48,0$ mm, $s_1 = 3,5$ mm, $\Delta s = 44,5$ mm
 da questo si ottiene $s_{1,corr} = 2,97$ mm.

Pertanto la scala rotante deve essere regolata in modo tale che anziché 3,50 mm venga ora indicato il valore 2,97 mm.

Nota:

Dopo aver eseguito la calibrazione del punto zero si ottengono già valori di misurazione qualitativamente validi. Per quanto riguarda T e p , la registrazione delle isoterme nella regione bifasica fino al punto critico risulta anche quantitativamente valida. Tuttavia, soprattutto nella fase liquida, la distanza tra le isoterme misurate risulta un po' eccessiva.

6.3 Calibrazione dettagliata:

La correlazione precisa tra il volume V_c nella cella di misura e il valore della scala s dipende dalla quantità di olio versata nella camera dell'olio. Inoltre la camera dell'olio si dilata leggermente in proporzione alla pressione per effetto della molla tubolare situata nel manometro. In caso di aumento della temperatura, l'olio di ricino si dilata maggiormente rispetto al resto dell'apparecchio, per cui con l'aumentare della temperatura la pressione sale in modo leggermente eccessivo. Tutti questi effetti possono essere calcolati dopo un'adeguata calibrazione utilizzando l'aria come gas ideale.

L'equazione ideale per il gas è la seguente:

$$\frac{p \cdot V}{T} = n \cdot R \quad (4)$$

$$\text{con } R = 8,314 \frac{\text{J}}{\text{K mol}}$$

In questo modo è possibile calcolare la pressione assoluta secondo

$$p = p_e + 1 \text{ bar} \quad (6)$$

partendo dal valore di sovrappressione p_e ricavato dalla lettura. Per la temperatura assoluta vale la seguente equazione:

$$T = \vartheta + \vartheta_0 \text{ con } \vartheta_0 = 273,15^\circ\text{C} \quad (7)$$

Il volume si calcola secondo

$$V_G = A \cdot s \quad (8)$$

con $A=3,14 \text{ cm}^2$ e la corsa del pistone "efficace" s .

La corsa del pistone efficace si ottiene partendo dalla corsa del pistone s_e ricavata dalla lettura nel seguente modo:

$$s = s_e + s_0 + C_p \cdot p - C_\vartheta \cdot \vartheta \quad (9)$$

Con l'inserimento nell'equazione 4 si ottiene:

$$\frac{p \cdot (s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_\vartheta \cdot \vartheta) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R = 0 \quad (10)$$

Se si registrano più punti di misurazione con temperature e pressioni diverse, è necessario calcolare il termine

$$Q = \sum_{i=1}^n \left(\frac{p_i \cdot (s_i + s_0 + \beta_p \cdot p_i - \beta_\vartheta \cdot \vartheta_i) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R \right)^2 \quad (11)$$

e scegliere i parametri liberi s_0 , β_p , β_ϑ e n in modo tale che il valore Q sia ridotto al minimo.

Dotazione supplementare necessaria (cfr. paragrafo 8):

- 1 Compressore o pompa ad aria per bicicletta e valvola da bicicletta
- 1 Termostato a circolazione/immersione 1008653/1008654
- 1 Termometro tascabile digitale rapido 1002803
- 1 Sensore a immersione NiCr-Ni Tipo K, da -65°C a 550°C 1002804
- 2 Tubi di silicone, 1 m 1002622
- 1 l liquido refrigerante con additivi anticorrosione per motori in alluminio (ad es. Glysantin® G30 della ditta BASF)

Esecuzione della calibrazione:

- Collegare il termostato a circolazione come descritto nel paragrafo 8 e riempire con una miscela di acqua e liquido refrigerante.
- Inserire il tubo flessibile in plastica con diametro interno di 3 mm sul raccordo del gas 1/8".
- Aprire la valvola di regolazione.
- Svitare il pistone con il volantino, ad esempio fino alla posizione 46,0 mm.
- Creare nella cella di misura una sovrappressione di aria di circa 3–8 bar utilizzando il compressore o una pompa ad aria per bicicletta.
- Chiudere la valvola di regolazione.

- Per registrare alcuni valori di misurazione, variare il volume all'interno della cella di misura o la temperatura sui termostati, attendere l'impostazione dell'equilibrio stazionario e leggere la pressione.
- Con un software di adattamento adeguato, definire i parametri s_0 , β_p , β_ϑ e n in modo tale che l'equazione quadratica degli errori Q sia ridotta al minimo (cfr. equazione 11).
- Se lo si desidera, portare la scala rotante sul valore s_0 in modo tale che questa correzione non sia necessaria.

Esempio di misurazione:

Tab. 1: Valori di misurazione per la calibrazione

i	s_e/mm	ϑ	p/bar
1	40,0	20,0°C	6,6
2	20,0	20,0°C	12,4
3	10,0	20,0°C	23,3
4	5,0	20,0°C	41,8
5	3,5	20,0°C	53,9
6	5,0	20,0°C	41,8
7	5,0	10,0°C	38,9
8	5,0	30,0°C	45,3
9	5,0	40,0°C	49,0
10	5,0	50,0°C	53,5

Si ottengono i seguenti valori:

$$s_0 = 0,19 \text{ mm}, \beta_p = 0,023 \frac{\text{mm}}{\text{bar}}, \beta_\vartheta = 0,034 \frac{\text{mm}}{\text{grd}} \text{ e } n = 0,00288 \text{ mol.}$$

7. Riempimento con il gas di prova

7.1 Manipolazione dell'esafluoruro di zolfo:

L'esafluoruro di zolfo (SF_6) è tossico e assolutamente innocuo per l'uomo. Il valore MAK in presenza del quale vi è il rischio di asfissia per carenza di ossigeno è di 1000 ppm. Ciò corrisponde a circa 6 riempimenti della cella di misura per 1 m^3 di aria.

L' SF_6 è tuttavia altamente inquinante e presenta un effetto serra 24.000 volte maggiore rispetto alla CO_2 . Pertanto è opportuno non liberare tale sostanza nell'ambiente in quantità notevoli.

7.2 Allacciamento del gas mediante una tubazione rigida:

Dotazione supplementare necessaria:

1 bombola di gas SF_6 dotata di una valvola consigliata dal produttore o dal distributore del gas, ad es.

bombola di gas SH ILB e valvola di regolazione eY11 L215DLB180 della ditta Airgas (www.airgas.com)

1 tubazione con diametro esterno 1/8" ed eventualmente delle riduzioni, ad es. della ditta Swagelok (www.swagelok.com)

1 chiave a bocca n. 13, 1 chiave a bocca n. 11

Secondo i principi di "buona pratica di laboratorio", l'allacciamento del gas mediante una tubazione rigida è consigliato soprattutto in caso di utilizzo regolare dell'apparecchio per il punto critico.

Il riempimento ha inizio con una serie di lavaggi per espellere l'aria dalla tubazione. Il numero di lavaggi dipende dalla lunghezza della tubazione (più precisamente dal rapporto volume raccordo/volume cella di misura). Durante questa procedura il rilascio del gas a effetto serra SF₆ nell'ambiente deve essere ridotto al minimo.

Collegamento della tubazione rigida:

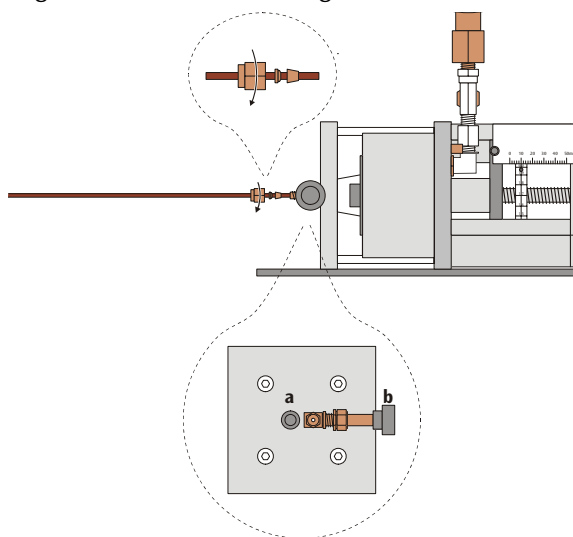


Fig. 3: Collegamento della tubazione rigida
(a) valvola di lavaggio, (b) valvola di regolazione

- Se necessario, estrarre la protezione per il tubo di allacciamento del gas e rimuovere il raccordo del gas 1/8" allentando il dado a risvolto (apertura chiave 11).
- Collegare la tubazione (se necessario con le riduzioni) alla valvola del gas.
- Infilare il raccordo filettato per tubi fornito in dotazione sulla tubazione partendo dal dado a risvolto (ved. Fig. 3, seguire la sequenza e l'allineamento come indicato per la fascetta fermacavi!).
- Inserire la tubazione nella valvola di regolazione e serrare il dado a risvolto fino a quando non sarà più possibile spostare la tubazione con le dita.
- Fissare la valvola di regolazione con una chiave a bocca (n. 13) e serrare il dado a risvolto di ulteriori 270°.

Ora il collegamento è a tenuta di gas. In caso di successivo

allentamento del dado a risvolto, fissare ugualmente la valvola di regolazione con una chiave a bocca.

Espulsione dell'aria:

- Portare il pistone sulla posizione 10 mm con il volantino.
- Aprire lentamente la valvola di regolazione e lasciare entrare l'SF₆ fino a quando non viene indicato il valore di circa 10 bar.
- Chiudere la valvola di regolazione.
- Aprire leggermente la valvola di lavaggio fino a quando il valore della pressione non scende quasi a 0 bar.
- Chiudere la valvola di lavaggio.

Riempimento con il gas di prova:

- Dopo aver eseguito almeno quattro lavaggi, aprire la valvola di regolazione fino a quando non viene indicato di nuovo il valore di 10 bar.
- Chiudere la valvola di regolazione.
- Riportare il pistone su 46 mm con il volantino.
- Aprire lentamente la valvola di regolazione e richiuderla una volta raggiunto il valore di 10 bar.

7.3 Riempimento con gas da una MINICAN®:

Dotazione supplementare necessaria:

1 bomboletta di gas MINICAN® con SF₆, ad es. della ditta Westfalen (www.westfalen-ag.de)

In caso di utilizzo occasionale dell'apparecchio, è consigliabile prelevare il gas di prova da una bomboletta di gas MINICAN®. Il tubo di allacciamento del gas di una MINICAN® ha una struttura simile a quella di una valvola su un comune spruzzatore, ovvero si apre quando la MINICAN® viene premuta direttamente sul raccordo del gas.

Anche in questo caso, il riempimento ha inizio con una serie di lavaggi per espellere l'aria.

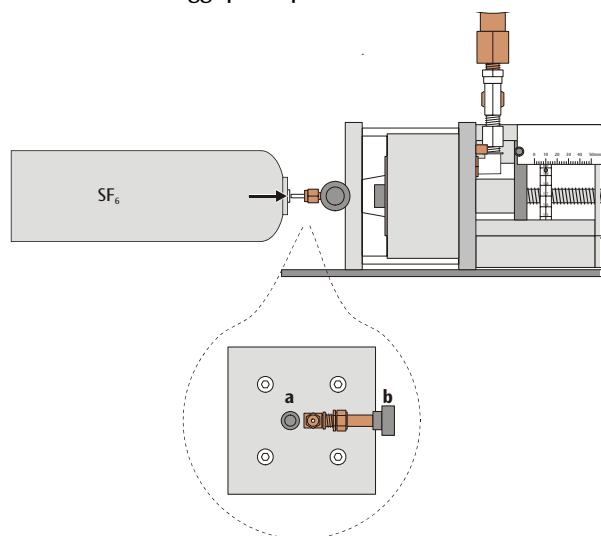


Fig. 4: Riempimento del gas di prova da una bomboletta di gas MINICAN® (a) valvola di lavaggio, (b) valvola di regolazione

Espulsione dell'aria:

- Se necessario, estrarre la protezione per il tubo di allacciamento del gas.
- Portare il pistone sulla posizione 10 mm con il volantino.
- Applicare la MINICAN® con l'SF₆ sul raccordo del gas dopo aver rimosso il cappuccio protettivo.
- Premere la MINICAN®, aprire lentamente la valvola di regolazione (b) e lasciare entrare l'SF₆ fino a quando non viene indicato il valore di circa 10 bar.
- Chiudere la valvola di regolazione.
- Aprire leggermente la valvola di lavaggio fino a quando il valore della pressione non scende quasi a 0 bar.
- Chiudere la valvola di lavaggio.

Riempimento con il gas di prova:

- Dopo aver eseguito almeno quattro lavaggi, premere la MINICAN®, aprire lentamente la valvola di regolazione e lasciare entrare l'SF₆ fino a quando non viene indicato il valore di circa 10 bar.
- Chiudere la valvola di regolazione.
- Riportare il pistone su 46 mm con il volantino.
- Premere la MINICAN®, aprire lentamente la valvola di regolazione e richiuderla una volta raggiunto il valore di 10 bar.

7.4 Consiglio per pause di breve durata:

Il gas può rimanere nella cella di misura per alcuni giorni.

Se non vengono eseguiti esperimenti, è opportuno riportare il pistone in una posizione con una pressione il più ridotta possibile utilizzando il volantino – ad esempio su 46 mm.

Quando possibile, l'apparecchio dovrebbe restare sempre riempito con il mezzo termico.

8. Esperimenti

8.1 Struttura sperimentale:

Dotazione supplementare necessaria:

- | | | |
|---|--|-----------------|
| 1 | Termostato a circolazione/immersione | 1008653/1008654 |
| 1 | Termometro tascabile digitale rapido | 1002803 |
| 1 | Sensore a immersione NiCr-Ni Tipo K, da -65° C a 550° C | 1002804 |
| 2 | Tubi di silicone, 1 m | 1002622 |
| 1 | l liquido refrigerante con additivi anticorrosione per motori in alluminio (ad es. Glystantin® G30 della ditta BASF) | |
- Posizionare l'apparecchio ad un'altezza adeguata per osservare la cella di misura e orientarlo in

modo tale che la valvola di sicurezza non sia rivolta verso persone o oggetti che necessitano di protezione.

- Collegare i tubi di silicone dall'uscita del termostato a circolazione all'ingresso del rivestimento termico e dall'uscita del rivestimento termico all'ingresso del termostato a circolazione.
- Preparare un mezzo termico con 2 parti d'acqua e 1 parte di refrigerante.
- Riempire il termostato a circolazione.

8.2 Osservazioni qualitative:

Stato liquido e gassoso, stato dinamico durante la transizione di fase, formazione dei punti di transizione a temperature diverse.

- Variare il volume ruotando il volantino e la temperatura sul termostato attenendosi alle norme di sicurezza.
- Per semplificare l'osservazione della superficie limite tra liquido e gas, scuotere la struttura con cautela.

In prossimità del punto critico è possibile osservare anche l'opalescenza critica. Un cambiamento costante tra stato liquido e gassoso in piccoli settori della cella di misura da origine ad una sorta di "nebulosa" e l'esafluoruro di zolfo appare torbido.

8.3 Misurazione delle isoterme nel diagramma p - V :

- Impostare la temperatura desiderata sul termostato a circolazione con il volume massimo.
- Ridurre gradualmente il volume nella cella di misura fino a raggiungere all'incirca la posizione di pistone 10 mm, attendere l'impostazione dell'equilibrio stazionario e leggere la pressione.
- Quindi aumentare gradualmente il volume partendo dal volume minimo fino a raggiungere all'incirca la posizione di pistone 10 mm, attendere l'impostazione dell'equilibrio stazionario e leggere la pressione.
- Convertire le sovrappressioni in pressioni assolute e le posizioni di pistone in volumi come descritto nel paragrafo 6.

Nella regione dei volumi ridotti l'equilibrio stazionario viene raggiunto più velocemente durante il passaggio da pressioni elevate a pressioni contenute, ovvero da volumi più piccoli a volumi più grandi, poiché la superficie limite per la transizione dalla fase liquida a quella gassosa viene creata dalle bolle di vapore presenti in tutto il liquido. L'impostazione dell'equilibrio dura circa 1–5 min.; i punti di misurazione ai margini della regione bifasica richiedono il tempo più lungo.

Il valore limite consigliato di 10 mm si riferisce ad una pressione di riempimento di 10 bar. Al di sopra di questo valore, nel range di temperatura consentito la fase liquida non sarà sicuramente presente. Con

pressioni di riempimento più elevate, il valore limite si sposta verso "destra".

8.4 Misurazione delle isocore nel diagramma p - T :

- Impostare la temperatura di partenza desiderata e successivamente il volume desiderato.
- Far scendere gradualmente la temperatura.
- Attendere l'impostazione dell'equilibrio stazionario e leggere la pressione.

Nella regione bifasica i punti di misurazione così rilevati formano la curva della pressione di vapore.

Dopo ogni variazione di temperatura, l'impostazione dell'equilibrio richiede fino a 20 min. poiché il bagno d'acqua e la cella di misura devono innanzitutto raggiungere la temperatura desiderata.

8.5 Determinazione della massa di gas:

Espulsione del gas dalla cella di misura in una busta di plastica a tenuta di gas e successiva pesatura:

- Se necessario, rimuovere la tubazione e montare il raccordo del gas.
- Svitare il volantino, ad esempio fino a 46 mm.
- Aprire leggermente la valvola di regolazione e rilasciare il gas nella busta di plastica attraverso l'apposito raccordo.
- Chiudere la valvola di regolazione.
- Determinare la massa del gas espulso considerando la tara della busta e la spinta statica dell'aria.
- Ridurre il volume della cella di misura fino a quando la pressione all'interno della cella di misura non ritorna al valore originario.
- Dalla differenza di volume prima e dopo lo svuotamento e dal volume ancora presente nella cella di misura, calcolare la massa di gas disponibile in origine.

Confronto con i valori della letteratura:

In alternativa, con l'aiuto delle tabelle, ad es. Clegg et al. [4], è possibile calcolare la massa di gas presente nella cella di misura partendo dai valori di misura ϑ , p e V .

8.6 Analisi:

Dalla Fig. 5 emerge che con un apparecchio relativamente semplice è possibile ottenere valori di misura che non temono un confronto con i valori della letteratura tracciati nel diagramma.

8.7 Letteratura:

[1,2] Sulphur Hexafluoride, pubblicazione interna pagg. 27[1],30[2], Solvay Fluor und Derivate GmbH, Hannover, Germany, 2000

[3] Otto e Thomas, in: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971

[4] Clegg et al., in: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971

[5] Din, F.: Thermodynamic Functions of Gases, Vol. 2, Butterworths Scientific Publications, London, 1956

[6] Vargaftik, N. B.: Handbook of Physical Properties of Liquids and Gases, 2nd ed., Hemisphere Publishing Corporation, Washington, 1983

[7] Nelder, J. e Mead, R.: Comp. J., Vol. 7, S. 308, 1965

9. Immagazzinamento per pause prolungate

Se non si prevedono esperimenti per un periodo di tempo prolungato, il gas di prova viene scaricato e il pistone viene ruotato nella "posizione di riposo", nella quale la parte conica della guarnizione a cappello è leggermente schiacciata e non preme contro la cella di misura.

- Se necessario, lasciare raffreddare l'apparecchio e con il volantino ruotare il pistone in una posizione con una pressione il più ridotta possibile.
- Scaricare il gas di prova attraverso la valvola di lavaggio.
- Ruotare il pistone con il volantino portandolo nella "posizione di riposo" a circa 5 mm.
- Chiudere di nuovo la valvola di lavaggio.
- Se in precedenza l'apparecchio è rimasto in funzione per lungo tempo, prima dell'immagazzinamento definitivo è assolutamente necessario degassare l'olio idraulico come descritto nel paragrafo 10.
- Durante l'immagazzinamento evitare l'esposizione diretta ai raggi solari.
- Il mezzo termico dovrebbe rimanere nell'apparecchio perché gli additivi evitano la corrosione e le efflorescenze tramite tensioni elettrochimiche tra i diversi materiali. In alternativa l'apparecchio può essere lavato con acqua deionizzata e poi asciugato con aria compressa (senza olio, max. 1,1 bar).

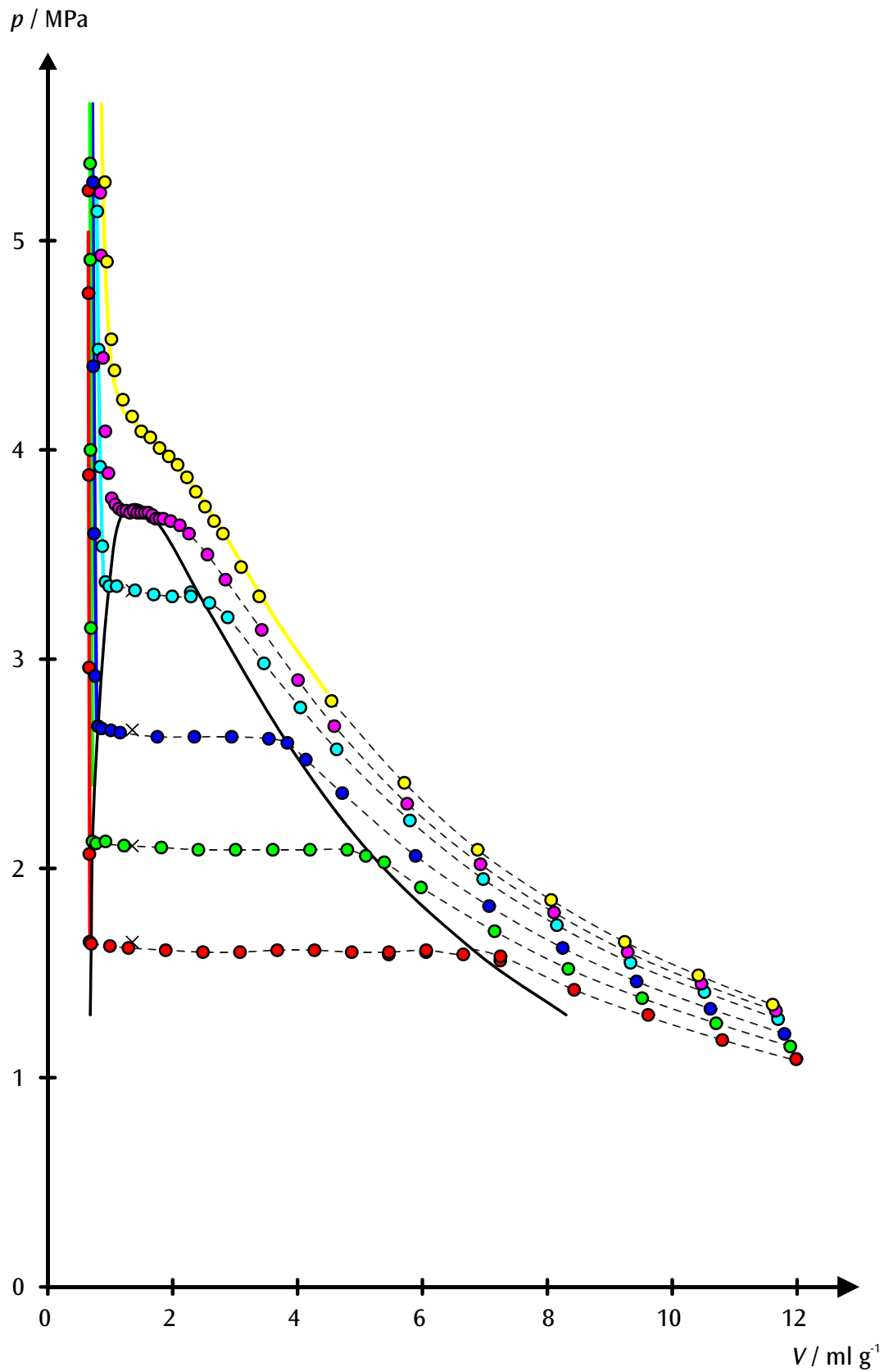


Fig. 5 Diagramma pV dell' SF_6 , misurato con l'apparecchio per il punto critico
 Valori di misura a 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) e 50°C (●),
 (—) limite della miscela di gas liquido, (×) valori della letteratura da [1] per la pressione di vapore,
 valori della letteratura da [2] per la pressione del liquido a 10°C (—), 20°C (—), 30°C (—), 40°C
 (—) e 50°C (—)

10. Degassamento dell'olio idraulico

A causa dell'inevitabile diffusione del gas di prova attraverso la guarnizione a cappello, nell'arco di un periodo di tempo prolungato la pressione all'interno della cella di misura diminuisce lentamente. Il gas che si diffonde attraverso la guarnizione a cappello viene per prima cosa disciolto nell'olio idraulico e non ha alcun influsso rilevante sulle misurazioni.

Se tuttavia il gas di prova viene scaricato per l'immagazzinamento dell'apparecchio e di conseguenza la pressione nell'olio idraulico scende alla pressione ambiente, il gas di prova fuoriesce dall'olio idraulico per la legge di Henry e comporta un lento aumento della pressione nella camera dell'olio. Tale condizione è assolutamente da evitare in assenza di contropressione gassosa nella cella di misura. Per tale motivo, prima dell'immagazzinamento è necessario degassare l'olio idraulico.

Per il degassamento l'olio idraulico viene portato ad ebollizione sotto vuoto. Poiché la differenza di pressione su entrambi i lati della guarnizione a cappello non deve diventare eccessiva, occorre far sì che sul lato del gas venga mantenuta il più possibile la stessa depressione.

Dotazione supplementare necessaria:

- 1 olio di ricino di qualità DAB ad es. 1002671
- 1 tubo flessibile del vuoto, diametro interno 6 mm
- 1 rubinetto di intercettazione
- 1 pompa rotativa a palette
- 1 chiave a bocca n. 14, 1 pinzetta
- carta assorbente, scatola

Immagazzinamento dell'apparecchio:

- Se necessario, lasciare raffreddare l'apparecchio e con il volantino ruotare il pistone in una posizione con una pressione il più ridotta possibile.
- Scaricare il gas di prova attraverso la valvola di lavaggio e chiudere la valvola di lavaggio.
- Se necessario, smontare la tubazione del gas e montare il raccordo del gas.
- Allentare la scala rotante.
- Aprire la valvola di regolazione.
- Avvitare il pistone con il volantino fino a quando non viene raggiunta una sovrappressione di 1 bar.
- Chiudere la valvola di regolazione.
- Riavvitare il volantino di due giri.
- Posizionare l'apparecchio sulla postazione di lavoro con la scala del manometro rivolta verso il basso, supportando il manometro con una base di appoggio spessa circa 6 cm (ved. Fig. 6).

Attenzione: Non svitare in alcun caso il pistone oltre i 25 mm poiché altrimenti il tubo di guida potrebbe

scivolare fuori dal pistone durante le successive operazioni.

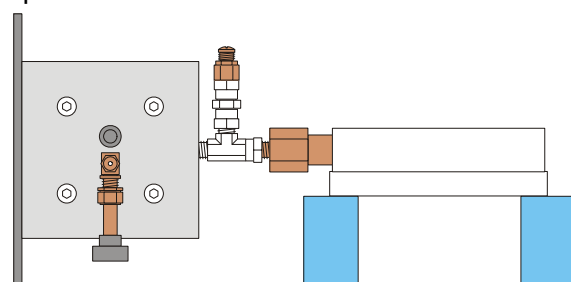


Fig. 6: Immagazzinamento dell'apparecchio per il riempimento dell'olio.

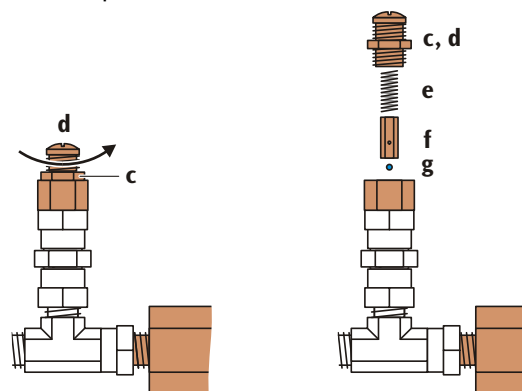


Fig. 7: Smontaggio della valvola di sicurezza.

(c) Controdamo, (d) cappuccio della valvola, (e) molla di compressione, (f) punzone esagonale, (g) sfera di acciaio

Smontaggio della valvola di sicurezza:

- Allentare il controdamo (apertura chiave 14) della valvola di sicurezza e svitare il cappuccio della valvola con un cacciavite (ved. Fig. 7).
- Rimuovere in successione la molla di compressione, il punzone esagonale e la sfera di acciaio utilizzando una pinzetta e riporli ad esempio in una scatola.

Montaggio del dispositivo di riempimento dell'olio:

- Allentare il dado a risvolto del dispositivo di riempimento dell'olio, rimuovere l'elemento superiore e posizionare il dado a risvolto sulla valvola di sicurezza (ved. Fig. 8).
- Non avvitare il contenitore dell'olio in modo eccessivo (l'O-ring non deve essere schiacciato fuori).
- Aprire la valvola di regolazione.
- Per prima cosa, avvitare completamente il volantino fino alla battuta sulla staffa (se necessario allentare la scala rotante) e successivamente svitare il volantino di 3 giri.
- Posizionare la carta assorbente e riempire il contenitore dell'olio con olio di ricino non oltre la metà.
- Avvitare l'elemento superiore del dispositivo di riempimento dell'olio con il dado a risvolto.

Collegamento della pompa per vuoto:

- Posizionare il tubo flessibile in plastica con diametro interno di 3 mm sul raccordo del gas dell'apparecchio e infilare l'attacco più piccolo del dispositivo di riempimento dell'olio.
- Per allacciare la pompa per il vuoto, collegare un tubo flessibile del vuoto con diametro interno di 6 mm all'attacco più grande del dispositivo di riempimento dell'olio mediante un rubinetto di intercettazione.

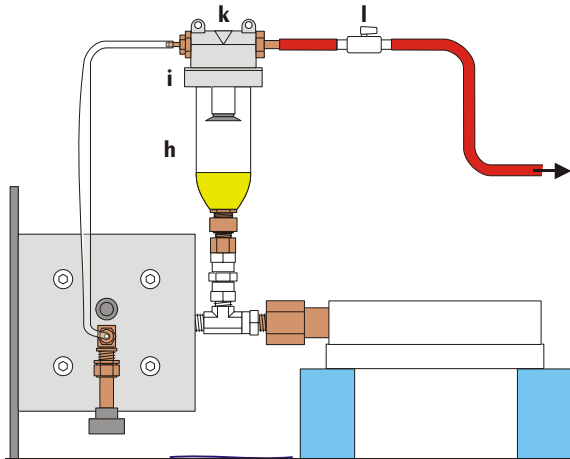


Fig. 8: Montaggio del dispositivo di riempimento dell'olio e collegamento della pompa per il vuoto (h) contenitore dell'olio, (i) dado a risvolto, (k) elemento superiore, (l) rubinetto di intercettazione

Degassamento:

- Verificare che la valvola di regolazione sia aperta e che la valvola di lavaggio sia chiusa.
- Accendere la pompa per il vuoto, aprire leggermente il rubinetto di intercettazione e osservare la formazione di schiuma nell'olio di ricino.

Se la formazione di schiuma è tale da raggiungere il filtro applicato sull'elemento superiore, interrompere la procedura di aspirazione chiudendo il rubinetto di intercettazione. Solo quando la schiuma si sarà dissolta, sarà possibile riaprire il rubinetto di intercettazione.

Dopo alcuni minuti (a seconda della capacità di aspirazione della pompa per il vuoto collegata) viene raggiunta la pressione di vapore dell'olio di ricino ed ha inizio l'ebollizione. Tale condizione viene segnalata dalla formazione di bolle di vapore "dal nulla" che diventano sempre più grosse man mano che attraversano l'olio.

Ora l'olio è sufficientemente degassato.

- Chiudere la valvola di regolazione e il rubinetto di intercettazione.

Smontaggio:

- Estrarre il tubo flessibile del vuoto dal rubinetto di intercettazione (la parte di tubo con il rubinetto rimane ancora sul dispositivo di riempimento dell'olio).

- Per evitare un colpo d'ariete, aprire lentamente il rubinetto di intercettazione e attendere la compensazione della pressione.
- Estrarre i tubi flessibili da entrambi gli attacchi del dispositivo di riempimento dell'olio.
- Svitare il contenitore dalla valvola di sicurezza.

Poiché l'olio di ricino è relativamente denso, esso fuoriesce dal contenitore molto lentamente. Pertanto questa procedura può essere eseguita senza difficoltà. Per evitare la caduta di gocce, posizionare un panno (carta da cucina) sotto il contenitore subito dopo averlo svitato.

- Rimuovere l'olio in eccesso dalla valvola di sicurezza con un panno e successivamente avvitare leggermente il volantino fino a quando il livello dell'olio nella valvola non si trova esattamente all'altezza del bordo di appoggio della sfera di acciaio.
- Inserire la sfera di acciaio, posizionare il punzone esagonale con il foro corto sulla sfera (pinzetta) e infilare la molla a compressione nel foro più lungo.
- Avvitare con cautela il cappuccio della valvola (non in modo eccessivo) fino alla battuta e allentare di 2 giri.

Regolazione della valvola di sicurezza:

- Orientare l'apparecchio e posizionarlo in modo tale che la valvola di sicurezza non sia rivolta verso persone o oggetti che necessitano di protezione.
- Aprire la valvola di regolazione, svitare completamente il volantino e richiudere la valvola di regolazione.
- Avvitare il volantino fino a raggiungere una sovrappressione di circa 65 bar.
- Avvolgere da davanti le braccia attorno all'apparecchio in modo tale da raggiungere la valvola di sicurezza posizionata sul retro e svitare lentamente il cappuccio della valvola di sicurezza fino a quando la pressione non scende a circa 63 bar.
- Serrare il controdamo (apertura chiave 14).

Posizione di riposo

- Riavvitare il volantino fino a quando la pressione non scende a massimo 10 bar.
- Aprire la valvola di regolazione e portare il volantino nella "posizione di riposo" a circa 5 mm.
- Chiudere la valvola di regolazione.

Dopo queste operazioni, è possibile immagazzinare l'apparecchio oppure riempirlo di nuovo con il gas di prova.

11. Cura e manutenzione del manicotto filettato

11.1 Ingrassare il manicotto filettato:

Ogni 100 cicli circa (costituiti ciascuno da un aumento di pressione da 10 a 60 bar e dalla successiva decompressione a 10 bar) o una volta alla settimana è necessario ingrassare il manicotto filettato nella staffa per ridurre l'usura. Il processo di lubrificazione dura circa 1 min e prolunga considerevolmente la durata del manicotto! Per la lubrificazione è adeguato un grasso multiuso senza grafite o altri additivi.

A questo scopo:

- Premere nel manicotto filettato in corrispondenza della staffa una corsa completa di grasso da un ingrassatore comunemente in commercio attraverso il nipplo di lubrificazione.
- Rimuovere il grasso in eccesso che fuoriesce dal manicotto.

Il grasso che fuoriesce contiene anche dei residui di sfregamento di plastica, che in tal modo vengono rimossi.

11.2 Controllare il manicotto filettato:

Il manicotto filettato nella staffa è sottoposto a un'usura lenta ma costante e pertanto è necessario verificare una volta all'anno l'eventuale gioco assiale:

- Scaricare la pressione dalla cella di misura e impostare il pistone sulla posizione 10 mm.
- Determinare le distanze minima e massima tra la flangia del volantino e la staffa; a tale scopo esercitare una pressione sul volantino e successivamente esercitare una trazione sul corrispondenza del volantino

Se la differenza delle due distanze è superiore a 0,3 mm, è necessario sostituire il manicotto.

11.3 Sostituire il manicotto filettato:

Dotazione supplementare necessaria:

1 Manicotto filettato di set di guarnizioni (1002672)

Dopo 10 anni il manicotto filettato deve essere sostituito in ogni caso anche se non è stato raggiunto il limite di usura (in esperimenti sul banco di prova dopo 1000 cicli non è stato possibile stabilire nessun usura misurabile [$<0,05$ mm]), in quanto finora non sono disponibili dati attendibili relativi alla stabilità di lunga durata della plastica utilizzata (POM-C).

- Scaricare la pressione dalla cella di misura.
- Svitare la scala fissa
- Allentare il perno filettato nella flangia del volantino ed estrarre il volantino.
- Allentare le quattro viti nel punzone trasversale della staffa e abbassarlo ruotando con il manicotto filettato dell'asta filettata.
- Svitare il manicotto filettato (SW 7) e con una chiave esagonale da 3 mm allentare di 4 giri il

perno filettato avvitato trasversalmente nella boccola filettata.

- Con un mandrino adatto rimuovere il manicotto filettato dal lato del volantino. Oppure, in alternativa, avvitare una vite M14 nel manicotto senza serrarla e spingere fuori il manicotto colpendo la testa della vite.
- Applicare il nuovo manicotto in modo che il foro trasversale sia allineato al nipplo di lubrificazione.
- Premere il manicotto nella morsa a vite (con ganasce piane o spessori adatti).
- Avvitare il perno filettato (inserirlo di almeno 6,0 mm) e il manicotto filettato.

Materiale del manicotto: POM-C = Copolimero di resina acetilica

Interferenza (accoppiamento bloccato alla pressa): 0,05 – 0,1 mm.

12. Sostituzione della guarnizione

Dotazione supplementare necessaria:

1 chiave a brugola (n. 6)

1 set di guarnizioni per 1002670 1002672
composto da

1 guarnizione in gomma a cappello,
1 guarnizione in gomma tonda,
1 guarnizione in gomma 78x78 mm²,
4 rondelle di tenuta in rame
1 Manicotto filettato

Soprattutto se l'apparecchio è esposto ai raggi solari diretti, è possibile che dopo un po' di tempo sia necessario sostituire la guarnizione a cappello o altre guarnizioni.

12.1 Smontaggio dell'apparecchio:

- Se necessario, lasciare raffreddare l'apparecchio e con il volantino ruotare il pistone in una posizione con una pressione il più ridotta possibile.
- Scaricare il gas di prova attraverso la valvola di lavaggio e chiudere la valvola di lavaggio.
- Se necessario, smontare la tubazione del gas.
- Aprire la valvola di regolazione.
- Svitare il volantino portandolo in posizione 25 mm.
- Ribaltare l'apparecchio verso destra e posizionarlo su un piano idoneo appoggiandolo sul volantino e sul bordo della piastra di appoggio.
- Con una chiave a brugola (n. 6) allentare in modo uniforme le quattro viti nella piastra della valvola ogni volta di 1/8 di giro seguendo la procedura a croce fino a ridurre il precarico.
- Svitare completamente le viti e rimuoverle.

- Rimuovere anche le rondelle di tenuta in rame.
- Ruotare la piastra della valvola a sinistra e a destra con una forza sempre maggiore, senza però ruotare la valvola di regolazione, fino a quando le guarnizioni non si allentano.
- Rimuovere la piastra della valvola (è possibile che la cella di misura rimanga ancora attaccata alla piastra).
- Sempre ruotando, allentare la guarnizione rimasta tra la cella di misura e il cilindro oppure tra la cella di misura e la piastra della valvola.
- Estrarre il tubo di guida dalla guarnizione a cappello ruotandolo.



Fig. 9: Allineamento della guarnizione in gomma tonda

12.2 Pulizia dell'apparecchio smontato:

L'olio di ricino può essere rimosso con relativa facilità con dell'alcol. Tuttavia il rivestimento e la cella di misura vengono attaccati dall'alcol. Le impronte della dita e altri segni di imbrattamento possono essere rimossi con una soluzione detergente (delicata). Anche le guarnizioni nuove devono essere pulite con alcol e con una soluzione detergente.

12.3 Assemblaggio dell'apparecchio:

Se l'olio di ricino è stato rimosso dalla camera dell'olio:

- Versare dell'olio di ricino nuovo fino a circa 5 mm al di sotto del bordo superiore del cilindro (inizio della svasatura).
- Inserire entrambe le guarnizioni di silicone.
- Rivoltare la guarnizione a cappello e avvitare il perno unto con un po' di olio di ricino nel tubo di guida.
- Rivoltare di nuovo la guarnizione a cappello, posizionare la molla sul pistone e inserire il tubo di guida nel pistone.
- Posizionare la cella di misura e allinearla in modo uniforme ai bordi del cilindro.
- Collocare il rivestimento termico sulla guarnizione in silicone inferiore e centrarlo.
- Posizionare la guarnizione in gomma tonda e con l'aiuto di una riga appoggiata sul rivestimento termico, allinearla parallelamente al cilindro (cfr. Fig. 9, i fori a mezza luna devono trovarsi successivamente sotto le aperture della valvola).

- Posizionare la piastra della valvola, centrarla e allinearla parallelamente alla piastra di base.
- Munire le viti M8×40 di rondelle di tenuta in rame nuove e avvitarle leggermente.
- Serrare le viti a croce assicurandosi che la pressione esercitata sulla guarnizione in gomma tonda sia uniforme (nei punti di maggior pressione la guarnizione in gomma appare grigia sul vetro acrilico della cella di misura, mentre nei punti di minor pressione è color latte).

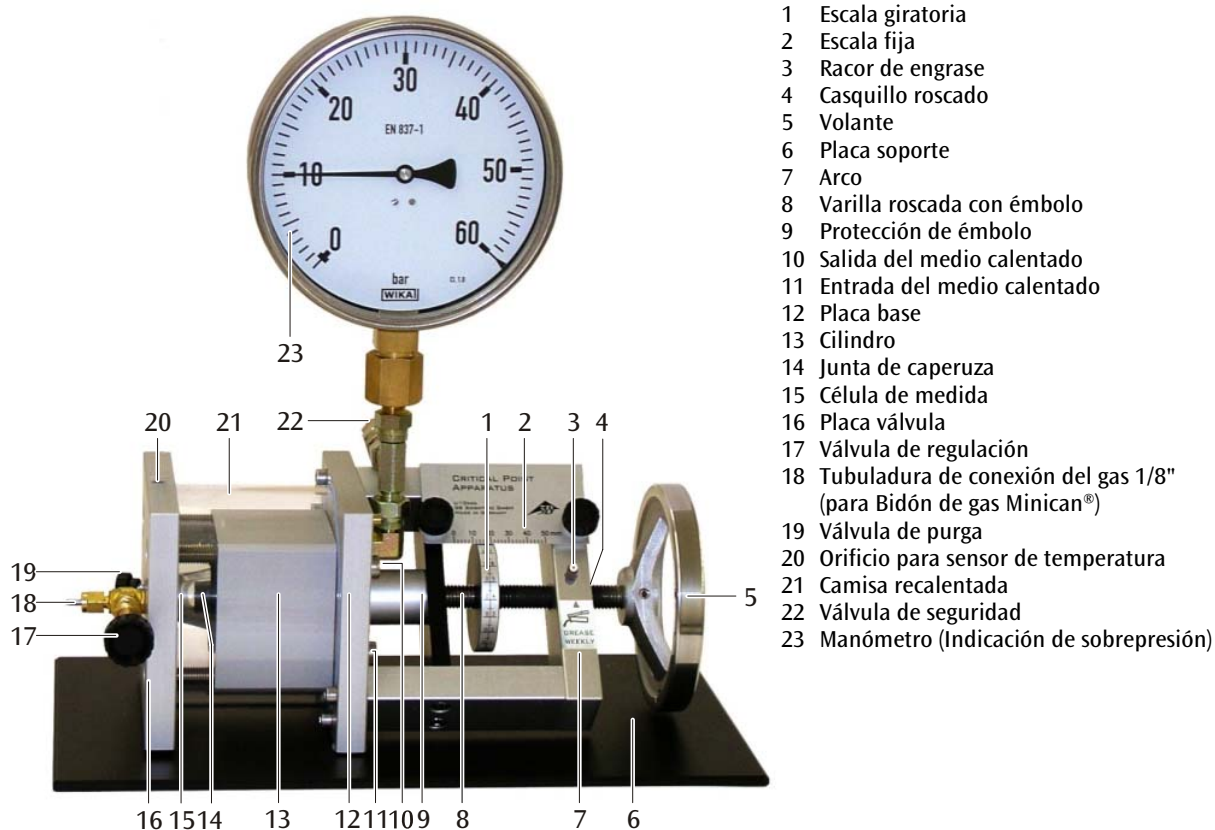
12.4 Nuova messa in funzione:

- Degassare l'olio idraulico e versare l'olio (ved. paragrafo 10).
- Regolare la valvola di sicurezza (ved. paragrafo 10).
- Eseguire una nuova procedura di calibrazione del volume (ved. paragrafo 6).

Aparato del punto crítico 1002670

Instrucciones de uso

01/13 MH/JS



- 1 Escala giratoria
- 2 Escala fija
- 3 Racor de engrase
- 4 Casquillo roscado
- 5 Volante
- 6 Placa soporte
- 7 Arco
- 8 Varilla roscada con émbolo
- 9 Protección de émbolo
- 10 Salida del medio calentado
- 11 Entrada del medio calentado
- 12 Placa base
- 13 Cilindro
- 14 Junta de caperuza
- 15 Célula de medida
- 16 Placa válvula
- 17 Válvula de regulación
- 18 Tubuladura de conexión del gas 1/8" (para Bidón de gas Minican®)
- 19 Válvula de purga
- 20 Orificio para sensor de temperatura
- 21 Camisa recalentada
- 22 Válvula de seguridad
- 23 Manómetro (Indicación de sobrepresión)

1. Contenido de las instrucciones de uso

En el momento de la entrega el aparato del punto crítico está cargado con el aceite hidráulico pero sin el gas de prueba.

Antes de cargar el gas de prueba se debe realizar una calibración del volumen tomando el aire como gas ideal, como se indica en el apartado 6.

El llenado con el propio gas de prueba se describe en el apartado 7.

Estudios experimentales se explican en el apartado 8.

Indicaciones en caso de almacenamiento por pausas de largo tiempo se dan en el apartado 9.

Debido a la difusión inevitable del gas de prueba por la junta de caperuza, es necesario desgasificar el aceite hidráulico después de un tiempo largo sin funcionamiento y antes de un almacenamiento sin gas de prueba, como se indica en el apartado 10.

El casquillo roscado en el arco se debe engrasar con regularidad y comprobar en intervalos de tiempo grandes. Esto se describe en el apartado 11.

Los trabajos de mantenimiento que se describen en el apartado 12 sólo son necesarios cuando las partes de goma están alteradas en su funcionamiento debido a envejecimiento.

2. Advertencias de seguridad

Durante el uso adecuado y específico del aparato del punto crítico no se está expuesto a ninguna clase de peligro, el experimentador y el aparato están protegidos por medio de una válvula de seguridad. Sin embargo, necesariamente se deben tener en cuenta algunas reglas de precaución:

- Es necesario leer y tener en cuenta todas las instrucciones de uso.
- No se deben sobrepasar los valores máximos para la presión (60 bar) y la temperatura (10 ... 60°C).
- La unidad se pone en función sólo bajo supervisión permanente.
- Se han de llevar siempre gafas de protección.

Un aumento de la temperatura se debe hacer sólo con presión baja y en una fase gaseosa lo más pura posible en la célula de medida.

- Antes de un aumento de la temperatura se rota el volante hasta la posición de máximo volumen posible.

Durante el ajuste la válvula de seguridad no se debe orientar ésta en dirección de personas que puedan ser lesionadas u objetos que pueden ser destruidos por un posible disparo de la tapa de la válvula. También durante la experimentación normal es necesario tener en cuenta la orientación de la válvula de seguridad:

- La unidad se debe montar siempre que la válvula de seguridad no esté orientada en dirección de personas o de objetos a proteger.
- Para el ajuste de la válvula de seguridad se coloca la persona frente a la unidad y rodea ésta con los brazos hacia atrás para agarrar la válvula de seguridad.

La junta de caperuza se destruye por sobrecarga:

- No se debe ajustar nunca una presión por encima de 5 bar teniendo la válvula de regulación o la de purgar abiertas, es decir sin registrar una contrapresión del gas en la célula de medida.
- Nunca produzca una depresión girando hacia atrás el volante estando las válvulas cerradas.

En el arco se encuentra un casquillo roscado que se debe considerar como componente importante para la seguridad (ver apartado 9).

- El casquillo roscado se engrasa después de cada 100 ciclos.
- Se comprueba el casquillo roscado una vez al año.

Para evitar daños de corrosión en el aparato:

- Se utiliza como medio temperado una mezcla de agua y líquido protector de radiador en relación de 2:1.

Sólo para SF₆ como gas real o nitrógeno como gas ideal.

3. Descripción

Aparato del punto crítico hace posible el estudio de la compresibilidad, la licuefacción de un gas, la determinación del punto crítico y el registro de las isothermas del diagrama p - V (Diagrama de Clapeyron). Como gas de prueba se aplica el hexafluoruro de azufre (SF₆), que tiene una temperatura crítica de 318,6 K (45,5°C) y una presión crítica de 3,76 MPa (37,6 bar) a así hace posible un montaje sencillo.

La unidad lleva una célula de medida de pared – transparente hermética y a prueba de presión. El volumen de la célula se varía girando finamente un volante; el cambio del volumen se puede leer con una exactitud de 1/1000 del volumen máximo por medio de dos escalas, una fija y otras que gira con el volante. La presión se establece por medio de un sistema hidráulico que lleva aceite de ricino de calidad permitida para aplicaciones medicinales. La célula de medida y el sistema hidráulico están separados por medio de una junta de caperuza, la cual se enrolla al aumentar el volumen. Por esta construcción la diferencia de presión entre la célula de medida y el espacio del aceite es despreciable. Un manómetro mide la presión del aceite en lugar de la presión del gas, evitando así ocupar un volumen muerto en la célula de medida. Al observar las transiciones de la fase gaseosa a la líquida y viceversa se puede observar la generación de la primera gota de líquido como la desaparición de la última burbuja de gas.

La célula de medida está rodeada de una cámara de agua transparente. Por medio de un termostato de agitación se puede así ajustar una temperatura con una exactitud extrema, la cual se puede leer y controlar por medio de un termómetro.

Las buenas posibilidades de lectura del volumen la temperatura y la presión permiten el registro de diagramas de p - V , o pV - p sin mucha complicación y con resultados correctos de alta calidad. Con una corrección del volumen independiente de la presión y de la temperatura se pueden lograr resultados correctos de alta calidad que permiten la comparación con los valores bibliográficos.

4. Volumen de entrega

- 1 Aparato del punto crítico lleno de aceite hidráulico (aceite de ricino), pero sin gas de prueba (SF₆), con tubuladuras de conexión para bidón de gas montadas MINICAN® y protección para conexión del gas
- 1 Dispositivo para el llenado del aceite
- 1 Destornillador angular hexagonal 1,3 mm (para tornillo prisionero sin cabeza de la escala giratoria)
- 1 Manguera de plástico, 3 mm de sección interna
- 1 Unión roscada de tubo para 1/8" (DN 11)
- 1 Pistola de engrasar

5. Datos técnicos

Hexafluoruro de azufre:

Temperatura crítica:	318,6 K (45,5°C)
Presión crítica:	3,76 MPa (37,6 bar)
Volumen crítico:	197,4 cm ³ /Mol
Densidad crítica:	0,74 g/Mol

Valores máximos:

Alcance de temperatura:	10–60°C
Presión máxima:	6,0 MPa (60 bar)
Valor umbral de la válvula de seguridad:	6,3 MPa (63 bar)
Resistencia permanente teórica:	7,0 MPa (70 bar)
Presión de estallido teórica:	>20,0 MPa (200 bar)

Materiales:

Gas de prueba:	Hexafluoruro de azufre
Aceite hidráulico:	Aceite de ricino
Célula de medida:	Vidrio acrílico
Camisa temperada:	Vidrio acrílico
Medio temperado recomendado:	Mezcla de agua y líquido protector de radiador en relación 2:1

Determinación del volumen:

Diámetro del émbolo:	20,0 mm
Superficie de émbolo:	3,14 cm ²
Volumen ajustado:	3,14 cm ² × Trayecto de ajuste
Volumen máximo:	15,7 cm ³
Graduación de escala para trayecto de ajuste:	0,05 mm
Trayecto de ajuste máximo:	50 mm

Determinación de la presión:

Manómetro:	Clase 1.0 (max. 1% de desviación del valor de escala)
Magnitud de medida:	Sobrepresión
Indicación:	hasta 60 bar
Diámetro de manómetro:	160 mm

Conexiones:

Agujero para el sensor de temperatura:	6 mm Ø
Conexiones para el medio temperado:	7 mm Ø
Conexión para la válvula reductora:	1/8 de pulgada Ø
Conexión para el gas:	1/8" (3,17 mm) Ø (a la entrega)

Datos generales:

Dimensiones:	380 x 200 x 400 mm ³
Masa:	aprox. 7 kg

6. Calibración del volumen

6.1 Preparación:

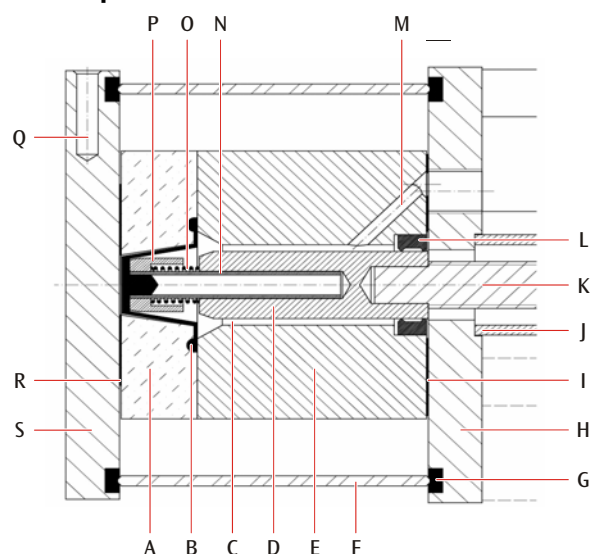


Fig. 1: Corte a través de la unidad con célula de medida (A), Junta de caperuza (B), Espacio del aceite (C), Émbolo (D), Cilindro (E), Camisa temperada (F), Junta de silicona (G), Placa base (H), Junta de goma cuadrada (I), Protección de émbolo (J), Varilla roscada (K), Anillo obturador (L), Conexión de manómetro (M), Tubo guía (N), Muelle (O), Casquillo (P), Agujero para un sensor de temperatura (Q), Junta de goma redonda (R) y Placa válvula (S)

Una rotación del volante hace que el émbolo entre o salga del cilindro, cambiando así el volumen en el recinto del aceite (ver Fig. 1). Como el aceite es casi incompresible y a excepción de la junta de caperuza todas las partes son rígidas, un cambio de volumen en el recinto del aceite produce una deformación de la junta de caperuza y así una variación de volumen ΔV_c casi igual en la célula de medida. Para ΔV_c se tiene en primera aproximación:

$$\Delta V_c = A \cdot \Delta s \quad (1)$$

con $A=3,14 \text{ cm}^2$ y $\Delta s =$ trayecto de cambio de posición del émbolo.

El trayecto de movimiento del émbolo se indica en la escala fija en pasos de 2 mm, valores intermedios se pueden leer en la escala giratoria en pasos de 0,05 mm.

La escala fija se puede desplazar después de aflojar ambos tornillos moleteados, correspondientemente se desplaza la escala giratoria aflojando los tornillos sin cabeza (entre las posiciones de escala 0° y 1°) y se puede girar alrededor de la varilla roscada.

6.2 Calibración del punto cero:

El punto cero de la escala de volúmenes se debe determinar por medio de una calibración.

En este caso se tiene en cuenta que en la gama de presiones 1 ... 50 bar y en la de temperaturas de 270 ... 340 K el aire se comporta como un gas ideal (el factor de gas real diverge de 1 en menos de 1%) Por ello se tiene que si se mantiene la temperatura constante (p. ej. temperatura ambiente) para dos trayectos de émbolo s_0 y s_1 así como las correspondientes presiones p_0 y p_1 del aire encerrado:

$$p_0 \cdot s_0 = p_1 \cdot s_1 \quad (2)$$

con $s_0 = s_1 + \Delta s$ resulta después de despejar:

$$s_1 = \frac{p_0}{p_1 - p_0} \cdot \Delta s \quad (3)$$

Ajuste burdo de las escalas:

- Se abre la válvula de regulación.
- Se afloja en media vuelta el tornillo sin cabeza de la escala giratoria (ahora es posible girar la escala giratoria en la varilla roscada sin mover el volante; contra el giro independiente se experimenta una pieza de presión elástica)
- El volante se gira hacia fuera hasta experimentar una resistencia notable.
- Sin mover el volante se gira la escala giratoria sobre la varilla roscada hasta que la marca 0,0 se encuentre arriba y en la escala fija se muestre 48 mm aprox.
- Se aflojan los tornillos de la escala fija y se desplaza la escala lateralmente hasta que la división de 48 mm se encuentre exactamente sobre la división central de la escala giratoria (ver Fig. 2).
- Se aprietan nuevamente los tornillos moleteados teniendo en cuenta que la escala fija no haga presión sobre la giratoria.

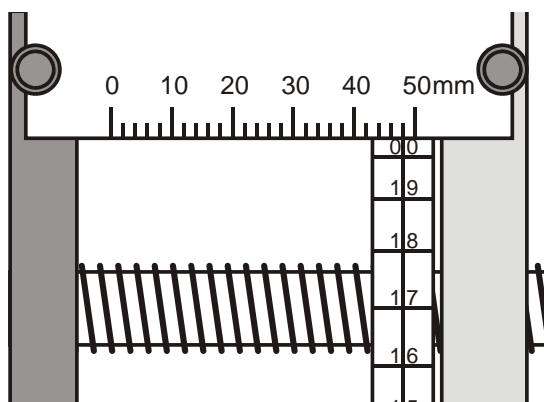


Fig. 2: Indicación de la posición 48 mm del émbolo

Corrección del punto cero:

- Se cierra la válvula de regulación (la presión en la célula corresponde a la presión ambiental de p_0

= 1,0 bar, dentro de la exactitud de medida, el manómetro indica ahora 0 bar).

- El volante se gira hacia adentro hasta que la presión indicada sea de 15 bar (presión absoluta $p_1 = 16$ bar).
- Se lee la posición del émbolo s_1 y se calcula el trayecto de cambio $\Delta s = s_0 - s_1$.
- Se calcula la posición del émbolo con corrección del punto cero $s_{1,korr}$ según la ecuación Eq (3).
- Se ajusta la escala giratoria en el valor corregido y si es necesario se vuelve a desplazar la escala fija.
- Si es necesario se gira el volante hacia fuera y se fija la escala giratoria con el tornillo sin cabeza.

Ejemplo de medida:

$p_0 = 1$ bar, $p_1 = 16$ bar, $p_1 - p_0 = 15$ bar
 $s_0 = 48,0$ mm, $s_1 = 3,5$ mm, $\Delta s = 44,5$ mm
 da como resultado $s_{1,korr} = 2,97$ mm.

Por lo tanto la escala giratoria se debe girar hasta que en lugar de indicar 3,5 indique 2,97.

Observación:

Después de esta calibración de punto cero se obtienen valores de medida cualitativos correctos. Con respecto a T y p se registran las isotermas correctamente en la gama de dos fases hasta llegar al punto crítico. No obstante, especialmente en la gama líquida, las isotermas medidas se encuentran in poco más separadas que lo normal.

6.3 Calibración detallada:

La relación exacta entre el volumen de la célula de medida V_G y la indicación de la escala s depende de la cantidad de aceite cargada en el recinto del aceite. Además el recinto del aceite se expande un poco proporcionalmente a la presión, esto se atribuye al muelle tubular en el manómetro. Además el aceite de ricino se expande más fuertemente que el resto del aparato y por ello la presión aumenta un poco más de lo normal al aumentar la temperatura. Todos estos efectos se pueden anular haciendo una correspondiente calibración tomando el aire como gas ideal.

La ecuación del gas ideal es:

$$\frac{p \cdot V}{T} = n \cdot R \quad (4)$$

$$\text{con } R = 8,314 \frac{\text{J}}{\text{K mol}}$$

La presión absoluta por su lado se puede calcular según

$$p = p_e + 1 \text{ bar} \quad (6)$$

Tomando como base la presión indicada p_e . Para la temperatura absoluta se tiene:

$$T = \vartheta + \vartheta_0 \text{ siendo } \vartheta_0 = 273,15^\circ\text{C} \quad (7)$$

El volumen se calcula de acuerdo a:

$$V_G = A \cdot s \quad (8)$$

con $A=3,14 \text{ cm}^2$ y el trayecto de émbolo “efectivo” s .

El trayecto de émbolo efectivo se obtiene a partir del trayecto de émbolo leído, como se indica a continuación:

$$s = s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_g \cdot \vartheta \quad (9)$$

Introduciendo en la ecuación (4):

$$\frac{p \cdot (s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_g \cdot \vartheta) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R = 0 \quad (10)$$

Si se toman varios puntos de medida con diferentes temperaturas y presiones se calcula la expresión

$$Q = \sum_{i=1}^n \left(\frac{p_i \cdot (s_i + s_0 + \beta_p \cdot p_i - \beta_g \cdot \vartheta_i) \cdot A}{\vartheta_i + \vartheta_0} - n \cdot R \right)^2 \quad (11)$$

los parámetros libres β_p , β_g y n se seleccionan de tal forma que Q sea mínima.

Se requiere adicionalmente (ver apartado 8):

- 1 Compresor o bomba de bicicleta y válvula de bicicleta o
- 1 Termostato de baño y agitación 1008653/1008654
- 1 Termómetro de bolsillo digital, de segundo 1002803
- 1 Sensor de inmersión NiCr-Ni Tipo K, de -65°C hasta 550°C 1002804
- 2 Manguera de silicona, 1 m 1002622
- 1 Líquido protector de radiador con aditivo de protección de corrosión para motores de aluminio (p. ej. Glysantin® G30 de la BAS)

Realización de la calibración:

- Se conecta el termostato de circulación como se indica en el apartado 8 y se llena de con la mezcla de agua y líquido protector de radiador.
- Se insertan las mangueras de plástico con diámetro interno de 3 mm en los racores de empalme para gas de 1/8“.
- Se abre la válvula de regulación.
- Se saca el émbolo girando el volante, p.ej. hasta la posición 46 mm.
- Se produce en la célula de medida una sobrepresión de aire de aprox. 3 a 8 bar con un compresor o con una bomba de bicicleta.
- Se cierra la válvula de regulación.
- Para tomar algunos valores de medida se varía el volumen en la célula de medida o la temperatura en el termostato. Se espera hasta que se establezca un equilibrio estable y se lee la presión.
- Se determinan los valores de los parámetros s_0 , β_p , β_g y n utilizando el software de adaptación

adecuado para la condición de que la suma los valores al cuadrado Q tenga un mínimo. (comparar Eq. 11).

- Si lo desea se gira la escala giratoria en el valor de s_0 , así se evita hacer esta corrección.

Con los parámetros determinados en esta forma se calcula la posición “efectiva” del émbolo s teniendo la posición leída del émbolo se según la Eq. 9, a partir de allí, y según la Eq. 8 el volumen de la célula de medida calibrado.

Ejemplo de medida:

Tab. 1: Valores de medida para la calibración

i	s_e / mm	ϑ	p / bar
1	40,0	20,0°C	6,6
2	20,0	20,0°C	12,4
3	10,0	20,0°C	23,3
4	5,0	20,0°C	41,8
5	3,5	20,0°C	53,9
6	5,0	20,0°C	41,8
7	5,0	10,0°C	38,9
8	5,0	30,0°C	45,3
9	5,0	40,0°C	49,0
10	5,0	50,0°C	53,5

Se obtienen los siguientes valores:

$$s_0 = 0,19 \text{ mm}, \beta_p = 0,023 \frac{\text{mm}}{\text{bar}}, \beta_g = 0,034 \frac{\text{mm}}{\text{grd}} \text{ y } n = 0,00288 \text{ mol.}$$

7. Llenado del gas de prueba

7.1 Manejo del hexafluoruro de azufre:

El hexafluoruro de azufre (SF_6) es totalmente no tóxico para las personas. El valor MAK (Concentración máxima permitida en el puesto de trabajo), que indica la concentración se tiene peligro de asfixia por desplazamiento del oxígeno es de 1000 ppm. Esto corresponde a una carga de 6 células de medida por 1 m³ de aire.

Sin embargo, el SF_6 es extremadamente contaminante el medio ambiente y contribuye 24000 veces más al efecto invernadero que el CO_2 . Por lo mismo no se deben liberar grandes cantidades en el medio ambiente.

7.2 Conexión del gas por medio de un gasoducto fijo:

se requiere adicionalmente:

- 1 Botella de gas SF_6 con robinería recomendada por el

productor o el representante, p.ej. Botella de gas SH ILB válvula reguladora Y11 L215DLB180 de la empresa Airgas (www.airgas.com)

1 Tubo conductor con diámetro externo 1/8" y si es necesario piezas reductoras, p. ej. de la empresa. Swagelok (www.swagelok.com)

1 Llave de boca DN 13, 1 Llave de boca 11

De acuerdo con las bases fundamentales para una buena "práctica de laboratorio", especialmente en la utilización frecuente del aparato del punto crítico, se recomienda una conexión de gas por medio de una tubería fija.

Una carga o llenado del sistema se inicia con varios procesos de purga para extraer todo el aire de la tubería. El número de purgas depende de las longitudes de los conductores de la tubería (exactamente de la relación entre el volumen de los conductores y el volumen de la célula de medida) De este gas de efecto invernadero se debe liberar lo mínimo en el medio ambiente.

Conexión de la tubería fija:

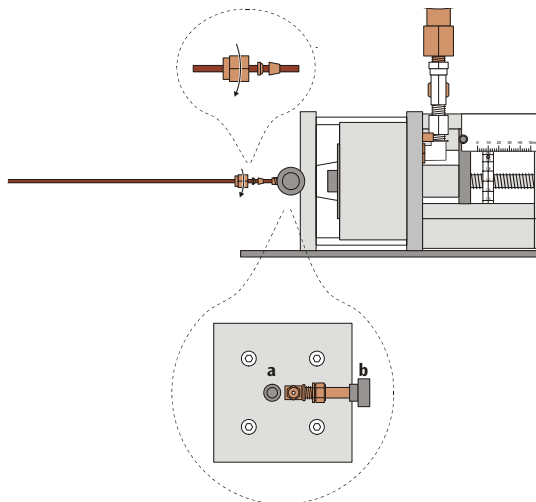


Fig. 3: Conexión de la tubería fija
(a) Válvula de purga, (b) Válvula de regulación

- Si es necesario se retira la protección de la conexión del gas. Si es necesario se retira la protección de empalme para gas y se quita el empalme de racor para gases de 1/8" aflojando la tuerca para racores (DN 11).
- Se conecta la tubería de gases (si es necesario con piezas reductoras) en los accesorios de racores para gases.
- Los racores para tubería se insertan en el tubo, empezando con la tuerca para racores (ver Fig. 3 entregados (ver Fig. 3, la secuencia y la orientación como se tiene prevista en la unión de cables).
- El tubo se inserta en la válvula reguladora y se aprieta la tuerca para racores hasta que el tubo no se pueda desplazar con los dedos.

- Se fija la válvula de regulación con la llave de boca (DN 13) y se fija la tuerca de racor girando 270° adicionalmente.

Ahora la unión debe estar hermética a gases. Si se vuelve a aflojar la tuerca para racores es necesario fijar la válvula de regulación con una llave de boca.

La purga del aire:

- Con el volante se ajusta el émbolo en la posición 10.
- Se abre lentamente la válvula de regulación y se deja que fluya SF₆ hacia adentro hasta que se indique una presión de 10 bar aprox.
- Se cierra la válvula de regulación.
- Se abre un poco la válvula de purga hasta que la indicación de presión llegue a 0 bar.

Llenado del gas de prueba:

- Después de realizar por lo menos cuatro procesos de purga se abre la válvula de regulación hasta que se vuelva a indicar 10 bar.
- Se cierra la válvula de regulación.
- Con el volante se retorna el émbolo p. ej. a la posición 46 mm.
- Se abre lentamente la válvula de regulación y al llegar a 10 bar se vuelve a cerrar.

7.3 Llenado del gas desde un MINICAN®:

se requiere adicionalmente:

1 Bidón de gas de MINICAN® con SF₆, p. ej. de la empresa Westfalen (www.westfalen-ag.de)

En caso de un uso irregular de la unidad es más conveniente tomar el gas de prueba de un bidón de gas MINICAN®. El empalme de gas de una MINICAN® está construido similarmente a una válvula en un bote de spray habitual, es decir: se abre cuando el MINICAN® se presiona directamente sobre la tubuladura de empalme del gas.

También aquí se inicia el llenado del gas con varios procesos de purga para la extracción del aire.

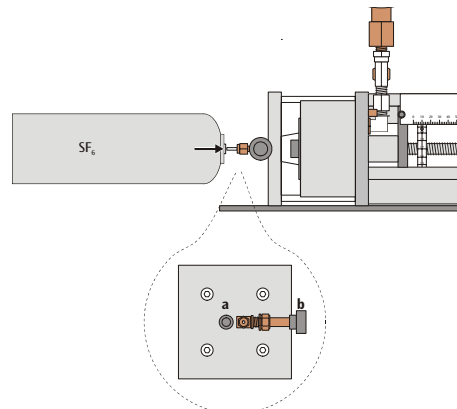


Fig. 4: Llenado del gas de prueba desde un bidón de gas MINICAN® (a) Válvula de purga, (b) Válvula de regulación

Extracción del aire por purga:

- Si es necesario se retira la protección del empalme de gas.
- Se ajusta el émbolo en la posición 10 por medio del volante.
- Después de quitar la tapa de protección se empalma el MINICAN® con SF₆ en el punto de empalme de gas.
- Se presiona el MINICAN® en este punto, se abre lentamente la válvula de regulación (b) y se deja fluir el SF₆, hasta que se indique una presión de aprox. 10 bar.
- Se cierra la válvula de regulación.
- Se abre un poco la válvula de purga hasta que la indicación de presión haya bajado casi a 0 bar.
- Se cierra la válvula de purga.

Llenado con gas de prueba:

- Después de por lo menos cuatro procesos de purga se presiona el MINICAN® en el punto de empalme, se abre lentamente la válvula de regulación y se deja fluir el SF₆ hasta que se indique 10 bar aprox.
- Se cierra la válvula de regulación.
- Se retorna el émbolo a la posición 46 por medio del volante.
- Se presiona el MINICAN® en la posición de empalme, se abre lentamente la válvula de regulación hasta que se indique 10 bar y se vuelve a cerrar.

7.4 Recomendaciones en caso de interrupciones cortas:

El llenado de gas puede permanecer varios días en la célula de medida.

En caso de que no se realicen experimentos, el émbolo se debe retornar con el volante a una posición de mínima presión – p. ej. a 46 mm.

En lo posible el aparato se debe mantener siempre lleno del medio temperato.

8. Experimentos

8.1 Montaje experimental:

se requiere adicionalmente:

- | | | |
|-----|---|---------|
| 1 | Termostato de baño y agitación 1008653/1008654 | |
| 1 | Termómetro de bolsillo digital, de segundo | 1002803 |
| 1 | Sensor de inmersión NiCr-Ni Tipo K, de -65°C hasta 550°C | 1002804 |
| 2 | Manguera de silicona, 1 m | 1002622 |
| 1 l | Líquido protector de radiador con aditivo de protección de corrosión para motores de aluminio (p. ej. Glystantin® G30 de la BASF) | |

- La unidad se coloca en la altura más apropiada para poder observar bien la célula de medida y se orienta de tal forma que la válvula de seguridad no esté dirigida hacia personas o piezas de protección.
- Se conectan las mangueras de silicona del flujo de salida del termostato de agitación, del flujo de entrada de la camisa temperada, y del flujo de salida de la camisa temperada y además del flujo de entrada del termostato de agitación.
- Se produce el medio temperado tomando 2 partes volumétricas de agua y una parte volumétrica de líquido de protección de radiador.
- Se llena el termostato de recirculación.

8.2 Observaciones cualitativas:

Estados líquido, gaseoso y estado dinámico durante la transición de fase, formación de puntos de transición en diferentes temperaturas.

- Se varía el volumen girando el volante y a su vez la temperatura en el termostato teniendo en cuenta las advertencias de seguridad.
- Se menea un poco con cuidado el montaje para observar con más facilidad la superficie límite entre la fase líquida y la gaseosa.

En la cercanía del punto crítico también se puede observar la llamada opalescencia crítica. Debido a un cambio continuo entre la fase líquida y la gaseosa en algunos sectores pequeños dentro de la célula se origina una especie de “niebla” en el hexafluoruro de azufre y éste se observa turbio.

8.3 Medición de isotermas en un diagrama p-V:

- Teniendo el máximo volumen se ajusta en el termostato la temperatura deseada.
- Se reduce paso a paso el volumen de la célula de medida hasta llegar aproximadamente a la posición 10 mm del émbolo. Se espera hasta que se establezca un equilibrio estacionario y se lee la presión.
- A continuación, empezando con un volumen mucho menor se retorna paso a paso a la posición inicial del émbolo de 10 mm, en cada paso se anota la presión y se espera a que se establezca la condición de equilibrio estable.
- Se convierten las sobrepresiones en presiones absolutas y las posiciones del émbolo en volúmenes, como se indica en el apartado 6.

En la gama de pequeños volúmenes se establece el equilibrio estacionario más rápidamente al pasar de una presión alta a una baja, es decir, de un volumen pequeño a uno grande, porque la superficie límite entre las fases de la transmisión de líquido a gas también se logra por medio de burbujas de gas dentro del líquido. El ajuste del equilibrio dura entre 1 y 5 minutos siendo que los puntos de medida al

margen de la región de dos fases necesitan un tiempo más largo.

El valor límite recomendado de 10 mm se refiere a una presión de llenado de 10 bar. Dentro de la gama temperaturas permitida; con seguridad por encima de este valor todavía no se tiene ninguna fase líquida. Con presiones de llenado mayores este valor límite se desplaza hacia la “derecha”.

8.4 Medición de isocoras en un diagrama p - T :

- Se ajusta la temperatura de salida deseada y luego el volumen deseado.
- Se deja que la temperatura baje paso a paso.
- Se espera que se establezca el equilibrio estacionario y se lee la presión.

En la gama de dos fases los puntos así medidos conforman la llamada curva de presión de vapor.

Después de cada cambio de la temperatura el ajuste del equilibrio demora hasta 20 minutos, porque primero el baño de agua llega a la temperatura deseada y luego la célula de medida.

8.5 Determinación de la masa del gas:

Se sopla el gas de la célula de medida en una bolsa de plástico hermética y a continuación se pesa:

- Si es necesario se retira la tubería y se montan los empalmes de gas.
- Se gira el volante hacia fuera, hasta aprox. 46 mm.
- Se abre un poco la válvula de regulación y se deja que fluya el gas en la bolsa de plástico a través del empalme de gas.
- Se cierra la válvula de regulación.
- Se determina la masa del gas soplado, teniendo en cuenta el peso de la bolsa vacía y el empuje ascensional.
- Se vuelve a reducir el volumen de la célula de medida hasta que la presión en ella llegue al valor original.
- A partir de la diferencia de volúmenes antes y después del vaciado y del volumen residual en la célula de medida se calcula la masa del gas existente originalmente.

Comparación con valores bibliográficos:

Con valores de tablas bibliográficas, p.ej. Clegg et al. [4], y partiendo de valores de medida para ϑ , p y V se calcula la masa de gas en la célula de medida.

8.6 Evaluación:

En la Fig. 5 se puede reconocer que a pesar de la sencillez de la unidad se pueden lograr valores de medida comparables con los valores bibliográficos dibujados en el diagrama.

8.7 Bibliografía:

1,2] Sulphur Hexafluoride, Nota interna de fábrica S.27[1],30[2] y Solvay Fluor y derivados S.L., Hannover, Germany, 2000

[3] Otto y Thomas, en: Landolt-Börnstein – Valores bibliográficos y Funciones, Tomo II, Parte 1, Springer-Verlag, Berlin, 1971

[4] Clegg et al., en: Landolt-Börnstein - Valores bibliográficos y Funciones, Tomo II, 1. Parte, Springer-Verlag, Berlin, 1971

[5] Din, F.: Thermodynamic Functions of Gases, Vol. 2, Butterworths Scientific Publications, London, 1956

[6] Vargaftik, N. B.: Handbook of Physical Properties of Liquids and Gases, 2nd ed., Hemisphere Publishing Corporation, Washington, 1983

[7] Nelder, J. y Mead, R.: Comp. J., Vol. 7, S. 308, 1965

9. Almacenamiento para pausas largas

Cuando no se han de realizar experimentos por largos plazos, se ha de vaciar el gas de prueba de la célula y llevar el émbolo a la "posición de reposo" en la cual la junta de caperuza está abollada mínimamente y no hace presión sobre la célula de medida.

- Si es necesario se deja enfriar la unidad y por medio del volante se lleva el émbolo a una posición de más mínima presión.
- Se vacía el gas por medio de la válvula de purga.
- Con el volante se lleva el émbolo a la "posición de reposo" de 5 mm.
- Se vuelve a cerrar la válvula de purga.
- Antes de un almacenamiento definitivo es necesario desgasificar el aceite hidráulico, según apartado 10 si la unidad ha estado largo tiempo en servicio.
- Se evita la entrada de radiación solar directa durante el almacenamiento.
- El medio temperado debe permanecer en el aparato porque los aditivos evitan corrosión y sedimentaciones por tensiones electroquímicas entre los diferentes materiales. Alternativamente se puede lavar el aparato con agua desionizada y a continuación ser secado con aire a presión (libre de aceite, max. 1,1 bar).

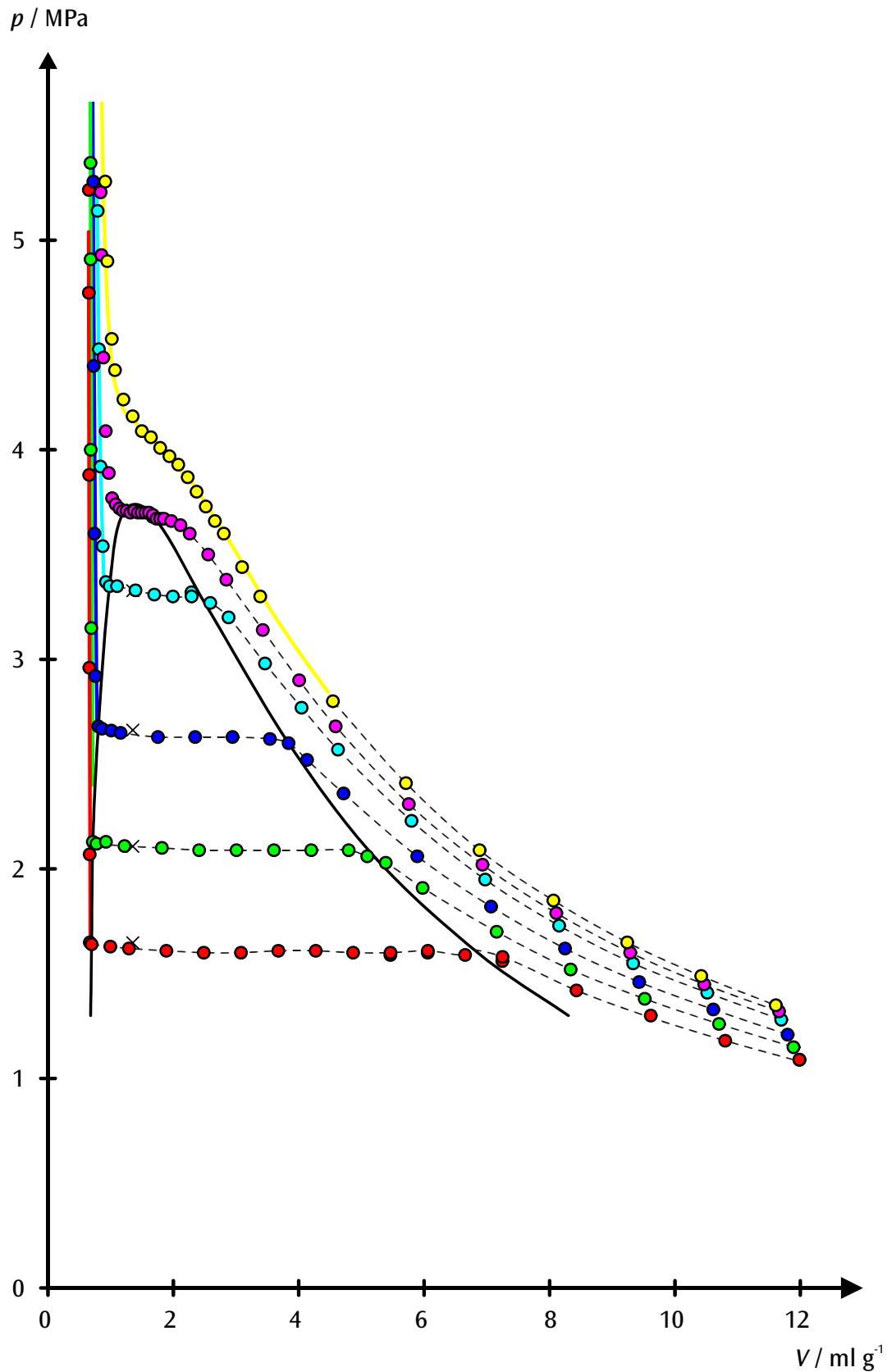


Fig. 5 Diagrama pV del SF₆, medido con el aparato del punto crítico
 Valores de medida con 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) y 50°C (●),
 (—) Línea de separación de la mezcla Líquido-gas, (X) Valores bibliográficos de [1] para presión de vapor,
 Valores bibliográficos de [2] para presión de líquido con 10°C (—), 20°C (—), 30°C (—), 40°C
 (—) y 50°C (—)

10. Desgasificar el aceite hidráulico

Debido a la difusión inevitable del gas de prueba a través de la junta de caperuza, la presión en la célula disminuye lentamente en un espacio de tiempo largo. El gas que se difunde por medio de la junta de caperuza se diluye primeramente en el aceite hidráulico y no tiene una influencia mayor en las mediciones.

Pero sin embargo, cuando el gas se prueba se vacía de la unidad por razones de almacenamiento y la presión en el aceite hidráulico se reduce a la presión ambiental, se escapa del aceite hidráulico de acuerdo con la ley de Henry referente a la solubilidad y conduce a un aumento de la presión en el recinto del aceite y que se debe evitar por no haber contrapresión en la célula de medida. Por esta razón es necesario desgasificar el aceite hidráulico antes de un almacenamiento largo.

Para desgasificar el aceite hidráulico se lleva a ebullición en vacío. Como la diferencia de presión a uno y otro lado de la junta de caperuza no debe ser muy grande, es necesario hacer que del lado del gas la depresión sea igual.

Se requiere adicionalmente:

- 1 Aceite de ricino de calidad farmacéutica p.ej. 1002671
- 1 Manguera de vacío, 6 mm diámetro interno
- 1 Llave de cierre o válvula de dosificación
- 1 Bomba rotativa de paletas
- 1 Llave de boca DN 14, 1 Pinza
- papel absorbente, Caja

Almacenamiento de la unidad:

- Si es necesario se deja enfriar la unidad y por medio del volante se lleva el émbolo a una posición de mínima presión.
- Se vacía el gas de prueba por medio de la válvula de purga y se vuelve a cerrar ésta.
- Si es necesario se desmonta la tubería de gas y se montan los empalmes de gas.
- Se afloja la escala giratoria.
- Se abre la válvula de regulación.
- El émbolo se gira hacia adentro con el volante hasta que se logre una sobrepresión de 1 bar.
- Se cierra la válvula de regulación.
- Se gira el volante dos vueltas hacia afuera.
- Se coloca la unidad sobre la mesa de trabajo orientando la escala manométrica hacia abajo. El manómetro se hace descansar sobre una base de un espesor de 6 cm aprox. (ver Fig. 6).

¡Cuidado! El émbolo no se debe dejar salir más de 25 mm, porque de lo contrario en los siguientes trabajos el tubo guía se puede salir del émbolo.

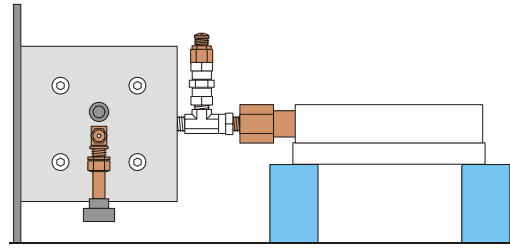


Fig. 6: Colocación de la unidad para el llenado con aceite.

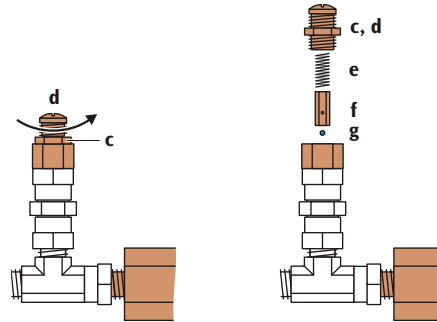


Fig. 7: Desmontaje de la válvula de seguridad. (c) Tuerca de fijación, (d) Tapa de válvula, (e) Muelle de presión, (f) Pistón hexagonal, (g) Bola de acero

Desmontaje de la válvula de seguridad:

- Se afloja la tuerca de fijación (DN 14) de la válvula de seguridad y se saca la tapa de la válvula con un destornillador (Fig. 7).
- Secuencialmente se retiran el muelle de presión, el pistón hexagonal y la bola de acero con una pinza y se colocan en una caja.

Montaje del dispositivo de llenado de aceite:

- Se afloja la tuerca de racor del dispositivo de llenado de aceite, se retira la caperuza y se coloca la tuerca de racor sobre la válvula de seguridad. (ver Fig. 8).
- El bidón de aceite no se debe enroscar muy fuertemente (el anillo de O no se debe aplastar).
- Se abre la válvula de regulación.
- Primero se gira el volante hacia adentro hasta el extremo en el arco (si es necesario se afloja la escala giratoria) y luego se gira el volante 3 revoluciones hacia afuera.
- Se coloca el papel absorbente sobre la superficie se llena el recipiente de aceite hasta la mitad con aceite de ricino.
- La tapa del dispositivo de llenado de aceite se atornilla con la tuerca de racores.

Conexión de la bomba de vacío:

- Se inserta la manguera de plástico con diámetro interno de 3mm en el empalme de gas de la unidad y en el empalme menor del dispositivo de llenado de aceite.

- Para conectar la bomba de vacío se conecta una manguera de vacío de 6 mm de diámetro interno en el empalme mayor del dispositivo de llenado de aceite pasando a través de una llave de cierre o mejor por una válvula de dosificación.

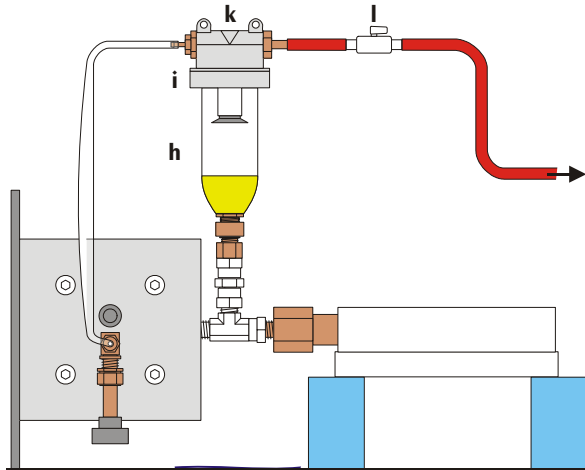


Fig. 8: Montaje del dispositivo de llenado de aceite y conexión de la bomba de vacío (h) Recipiente de aceite, (i) Tuerca de racores, (k) Tapa (l) Llave de cierre o válvula de dosificación

Desgasificar:

- Se controla si la válvula de regulación esté abierta y la de purga esté cerrada.
- Se pone en marcha la bomba de vacío, se abre un poco la llave de cierre y se observa la producción de espuma en el aceite de ricino.

El proceso de evacuación se interrumpe por medio de la llave de cierre cuando la producción de espuma es tan fuerte que ésta llega hasta el filtro integrado en la tapa. Sólo después de que se ha deshecho la espuma se vuelve a abrir la llave de cierre.

Después de unos minutos (dependiendo de capacidad de aspiración de la bomba conectada) se logra la presión de vapor del aceite de ricino y éste empieza a ebullicir. Esto se reconoce porque “de repente” se originan burbujas de vapor, que en su paso por el aceite aumentan su tamaño rápidamente.

Así se ha retirado suficiente gas del aceite.

- Se cierran la válvula de regulación y la llave de cierre.

Desmontaje:

- Se retira la manguera de vacío con él la llave de cierre (la parte de manguera con la llave de cierre permanece todavía en el dispositivo de llenado de aceite).
- Para evitar un golpe de presión se abre lentamente la llave de cierre se espera una compensación de la presión.
- Se retiran las mangueras de los empalmes del dispositivo de llenado de aceite.

- El recipiente se separa de la válvula de seguridad. Como el aceite de ricino es relativamente espeso, éste sale muy lentamente del recipiente así que este paso se puede realizar sin ningún problema. Un trapo (papel de cocina) se puede colocar debajo del recipiente para evitar cualquier formación de gotas.

- Se limpia con un trapo el aceite sobrante en la válvula de seguridad y luego se gira levemente el volante hasta que el nivel de aceite en la válvula se encuentre al borde de contacto de la bola de acero.
- Se coloca la bola de acero, se pone la bola en el orificio corto (pinza) y el muelle de presión se inserta en el orificio más largo.
- La tapa de la válvula se enrosca con cuidado (no muy fuertemente) hasta el final y se retrocede dos vueltas.

Ajuste de la válvula de seguridad:

- Se levanta la unidad y se coloca de tal forma que la válvula de seguridad no quede orientada hacia personas u objetos de protección.
- Se abre la válvula de regulación, se gira el volante totalmente hacia fuera se vuelve a cerrar la válvula de regulación.
- Se gira hacia adentro al volante hasta lograr una sobrepresión de 65 bar.
- Colocado frente a la unidad se rodea ésta con los brazos hacia la válvula de seguridad, que se encuentra en la parte de atrás. Se desenrosca lentamente la tapa de la válvula de seguridad hasta que la presión se reduzca a 63 bar.
- Se aprieta la tuerca de fijación (DN 14).

Posición de reposo:

- Se gira el volante hacia atrás hasta que la presión se reduzca como máximo a 10 bar.
- Se abre la válvula de regulación y se gira el volante a la “posición de reposo” 5 mm.
- Se cierra la válvula de regulación.

Después de estos trabajos se puede almacenar o volver a llenar con gas de prueba.

11. Cuidado y mantenimiento del casquillo roscado

11.1 Engrasar el casquillo roscado

Aprox. cada 100 ciclos (correspondiendo a un aumento de presión de 10 a 60 bar y a su distensión nuevamente a 10 bar) resp. una vez por semana se debe engrasar el casquillo roscado en el arco para reducir su desgaste. ¡El engrase demora aprox. 1 min y aumenta considerablemente la vida media del casquillo! Para engrasar es apropiada una grasa de uso común libre de grafito o aditivos similares.

Para ello:

- Una pistolada completa de grasa, de una pistola de engrasar del comercio se inyecta a presión en el casquillo roscado por medio del racor de engrase.
- Se limpia el exceso de grasa que sale del casquillo.

La grasa que sale lleva algo de la brasión de plástico, la cual en esta forma se puede eliminar.

11.2 Comprobar el casquillo roscado.

El casquillo roscado en el arco está bajo un desgaste lento pero permanente y por ello se debe comprobar una vez al año con respecto al juego del eje:

- Bajar la presión en la célula de medida y se ajusta el émbolo en la posición 10 mm.
- Con un pie de rey se determinan la mínima y la máxima distancia entre la brida del volante y el arco; para ello se presiona sobre el volante y luego se tira del mismo.

Cuando la diferencia entre las dos distancias es mayor que 0,3 mm, se debe cambiar el casquillo.

11.3 Cambio del casquillo roscado

Se requiere adicionalmente:

1 Casquillo roscado del juego de juntas (1002672)

Después de 10 años de trabajo se debe cambiar necesariamente el casquillo roscado, aunque no se haya llegado al límite de desgaste (después de 1000 ciclos de experimentos del puesto de prueba no se pudieron determinar desgastes medibles [$<0,05$ mm]), porque hasta ahora no se tienen datos fiables de la estabilidad del plástico aplicado (POM-C).

- Bajar la presión en la célula de medida.
- Se desatornilla la escala fija.
- La espiga roscada en la brida del volante se suelta y se retira el volante.
- Se sueltan los cuatro tornillos en el travesaño del arco y se desatornilla el mismo de la varilla roscada junto con el casquillo casquillo roscado en el travesaño.
- Se desenrosca el racor de engrase (SW 7) y utilizando una llave allen de 3 mm se afloja en 4 mm la espiga roscada atornillada transversalmente en el casquillo roscado.

- Con una espiga adecuada se extrae de un golpe el casquillo roscado del lado del volante. O alternativamente se atornilla un tornillo M14 en el casquillo y se expulsa dando golpes sobre la cabeza del tornillo.
- Se incrusta un nuevo casquillo de tal forma que el orificio transversal esté alineado con el racor de engrase.
- El casquillo se prensa en un tornillo de banco (con mordazas planas o con postizos adecuados).
- Se atornillan la espiga roscada y el racor de engrase (min. 6,0 de profundidad).

Material del casquillo: POM-C = Poliformaldeido copolimerizado

Sobremedida (Ajuste prensado): 0,05 – 0,1 mm.

12. Cambio de las juntas

Se requiere adicionalmente:

- 1 Destornillador hexagonal angular (DN 6)
 - 1 Juego de juntas para 1002670 1002672
- compuesto de:
- 1 Junta de goma de forma de caperuza,
 - 1 Junta de goma redonda,
 - 1 Junta de goma 78x78 mm²,
 - 4 Juntas redondas de cobre
 - 1 Casquillo roscado

Especialmente cuando la unidad esté expuesta directamente a la radiación solar, puede ser necesario después de un tiempo cambiar la junta de caperuza u otras juntas.

12.1 Desarme de la unidad:

- Si es necesario se deja enfriar la unidad y con el volante se lleva el émbolo a una posición de la más mínima presión.
- Se vacía el gas por medio de la válvula de purga y luego se cierra la misma.
- Si es necesario se desmonta la tubería.
- Se abre la válvula de regulación.
- Se gira el volante hasta la posición 25 mm
- Se vuelca la unidad hacia la derecha y se coloca el volante en el borde de la placa.
- Con un destornillador hexagonal angular (DN 6) se aflojan los cuatro tornillos en la placa válvula regularmente y en cruz, cada vez haciendo 1/8 de vuelta hasta que la tensión previa se ha descargado.
- Se destornillan totalmente los tornillos y se retiran.
- También se retiran las juntas redondas de cobre.
- La placa válvula se rota fuertemente hacia la derecha y la izquierda hasta que se aflojen las

juntas, teniendo en cuenta de no girar la válvula de regulación.

- Se retira la placa válvula (posiblemente la célula de medida está todavía pegada a la placa).
- Girando nuevamente se libera la junta que aun quede entre la célula y el cilindro o entre la célula y la placa válvula.
- Girando se separa el tubo guía de la junta de caperuza.

12.2 Limpieza de la unidad desmontada:

El aceite de ricino se deja limpiar relativamente bien con alcohol etílico. Sin embargo, la camisa y la célula de medida de vidrio acrílico son atacadas por el alcohol. Huella dactilares u otra clase de contaminaciones se pueden limpiar con una solución jabonosa muy diluida. Las nuevas juntas se deben limpiar con alcohol etílico y solución jabonosa diluida.

12.3 Montaje de la unidad:

Sí se ha retirado el aceite de ricino del recinto del aceite:

- Se llena aceite de ricino nuevo hasta 5 mm por debajo del borde superior del cilindro (inicio de la bajada).
- Se colocan ambas juntas de silicona.
- Se invierte la junta de caperuza y el se humedece el perno con aceite de ricino y se enrosca en el tubo guía.
- Se endereza la junta de caperuza, se coloca el muelle sobre el émbolo y se inserta el tubo guía en el embolo.
- Se depone la célula de medida y se orienta regularmente en los bordes del cilindro.
- Se coloca la camisa temperada sobre la junta de silicona y se centra.
- Se coloca sobre una superficie la junta de goma redonda y se orienta paralela al cilindro por medio de una regla colocada sobre la camisa temperada. (ver Fig. 9; los orificios semicirculares se deben encontrar luego debajo de las aperturas de la válvula).
- Se coloca la placa válvula sobre una superficie y se centra y se orienta paralelamente a la placa base.
- Tornillos M8×40 se dotan de juntas redondas de cobre y se enrosca dejándolos flojos.
- Se aprietan los tornillos secuencialmente en cruz controlando siempre la presión sobre la junta de goma redonda (cuando la presión es muy fuerte la junta de goma se ve gris en el vidrio acrílico, si es más baja se observa lechosa).

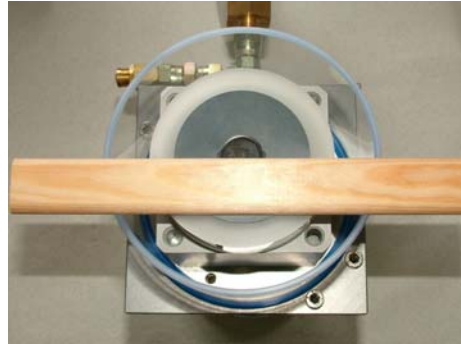


Fig. 9: Orientación de la junta de goma redonda

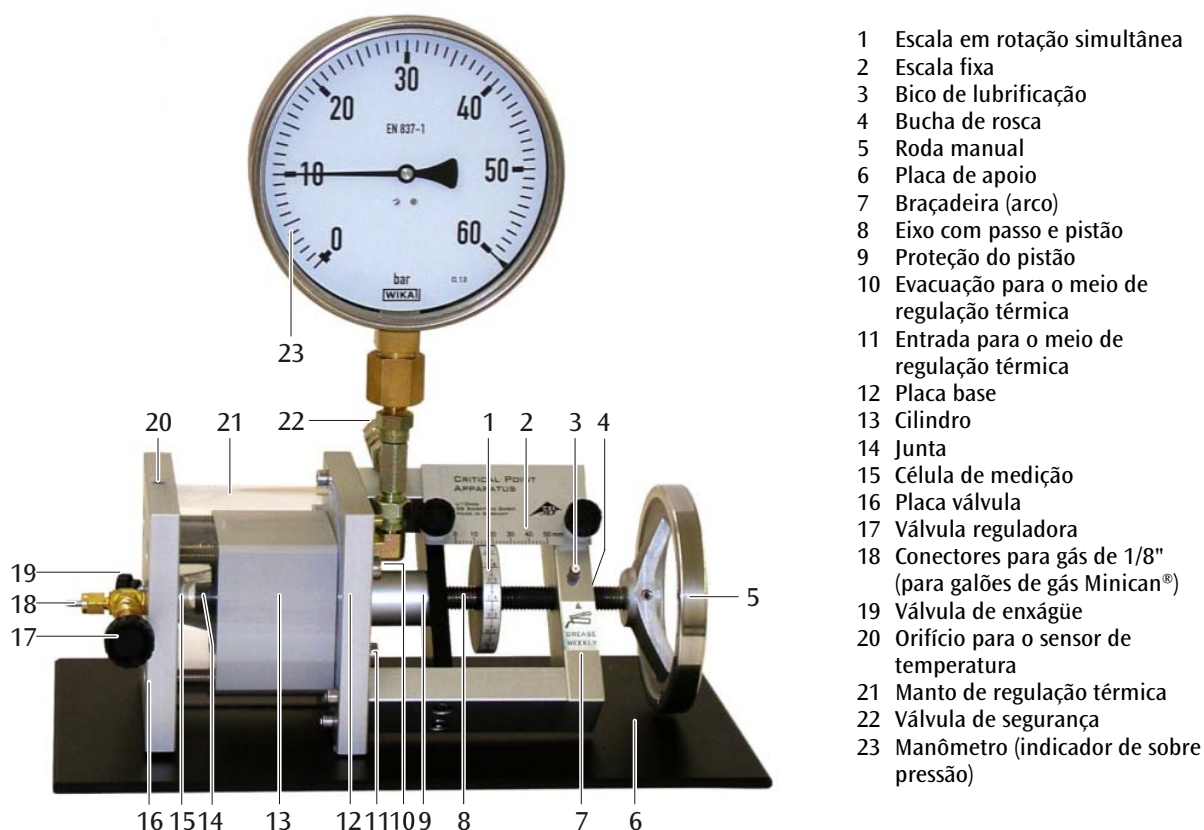
12.4 Nueva puesta en servicio:

- Se desgasifica el aceite hidráulico, y se vierte el aceite (ver. Apartado 10).
- Se ajusta la válvula de seguridad (ver apartado 10).
- Se repita la calibración del volumen (ver apartado 6).

Aparelhagem para o ponto crítico 1002670

Instruções para o uso

01/13 MH/JS



- 1 Escala em rotação simultânea
- 2 Escala fixa
- 3 Bico de lubrificação
- 4 Bucha de rosca
- 5 Roda manual
- 6 Placa de apoio
- 7 Braçadeira (arco)
- 8 Eixo com passo e pistão
- 9 Proteção do pistão
- 10 Evacuação para o meio de regulação térmica
- 11 Entrada para o meio de regulação térmica
- 12 Placa base
- 13 Cilindro
- 14 Junta
- 15 Célula de medição
- 16 Placa válvula
- 17 Válvula reguladora
- 18 Conectores para gás de 1/8" (para galões de gás Minican®)
- 19 Válvula de enxágüe
- 20 Orifício para o sensor de temperatura
- 21 Manto de regulação térmica
- 22 Válvula de segurança
- 23 Manômetro (indicador de sobre pressão)

1. Conteúdo do manual de instruções

O aparelho para o ponto crítico é fornecido com óleo hidráulico, porém, sem estar preenchido com gás de teste.

Antes de preencher com gás de teste deve ser efetuada uma calibragem do volume, com ar como gás ideal, conforme o parágrafo 6.

O próprio preenchimento com gás de teste está descrito no parágrafo 7.

Pesquisas experimentais estão explicadas no parágrafo 8.

O parágrafo 9 fornece indicações para o armazenamento por períodos mais longos.

Por causa da inevitável difusão de gás de teste pela junta chapéu, deve-se conseqüentemente liberar o gás da hidráulica, conforme o parágrafo 10, após um longo armazenamento ou vai-se armazenar o aparelho sem gás de teste.

A bucha de rosca na braçadeira tem que ser lubrificada regularmente com graxa e verificada em períodos maiores. Isto está descrito no parágrafo 11.

Os trabalhos de manutenção descritos no parágrafo 12 só são necessários quando as partes de borracha não estejam mais cumprindo a sua função por causa do envelhecimento.

2. Indicações de segurança

Se for utilizada para os fins previstos, a operação do aparelho para o ponto crítico não representa perigo, já que o experimentador e o aparelho estão protegidos por uma válvula de segurança. No entanto, existem algumas regras de segurança a serem observadas:

- Ler cuidadosamente o manual na sua totalidade.
- Não ultrapassar o valor máximo permitido para a pressão e a temperatura (60 bar e 10–60°C).
- Só operar o aparelho sob custódia.
- Usar os óculos de proteção.

Um aumento da temperatura só pode ser efetuado com pouca pressão e sempre que possível numa fase puramente gasosa na célula de medição.

- Antes de aumentar a temperatura, girar a roda manual até o volume máximo.

Durante o ajuste, a válvula de segurança não deve apontar para pessoas ou para objetos que possam ser danificados ou destruídos por um estouro da tampa de segurança. Mesmo no caso de uma experiência comum, a direção da válvula deve ser levada em conta:

- Instalar sistematicamente o aparelho de modo que a válvula de segurança não aponte para pessoas ou para objetos que possam ser danificados ou destruídos.
- Para o ajuste da válvula de segurança abraçar o aparelho pela frente para pegar na válvula atrás.

A junta será destruída em caso de sobrecarga:

- Nunca ajustar uma pressão acima de 5 bar se a válvula de regulação ou a válvula de enxágüe estiverem abertas, ou seja, sem que haja pressão contrária do gás na célula de medição.
- Nunca criar uma pressão negativa com as válvulas fechadas girando para trás a roda manual.

Na braçadeira (arco) encontra-se uma bucha de rosca, que tem que ser classificada como sendo uma peça relevante para a segurança. (ver parágrafo 9).

- Lubrificar a bucha de rosca a cada 100 ciclos.
- Verificar a bucha de rosca uma vez por ano.

Para evitar danos por corrosão no aparelho,

- Utilizar uma mistura de água com um agente de proteção para refrigeração na relação de 2:1 como meio temperador.

Somente para SF₆ como gás real e nitrogênio como gás ideal.

3. Descrição

O aparelho de ponto crítico permite a pesquisa da compressibilidade e capacidade de liquefação de um gás, a determinação do ponto crítico e o registro das isotérmicas do diagrama p-V (diagrama de Clapeyron). Como gás de testes é utilizado o hexa-fluorido sulfúrico (SF₆), que com uma temperatura crítica de 318,6 K (45,5°C) e uma pressão crítica de 3,76 MPa (37,6 bar) permite uma experiência simples.

O aparelho contém uma célula de medição transparente de fabricação particularmente densa e resistente à pressão. O volume na célula de medição é alterado por giro da roda manual com possibilidade de dosagem fina, sendo que a mudança do volume pode ser lida com uma precisão de 1/1000 do volume máximo numa escala fixa e outra giratória. A pressão é produzida por um sistema hidráulico á óleo de rícino, numa qualidade correspondente ao padrão de material médico. A célula de medição e o sistema hidráulico estão separados por uma junta que se enrola em caso de aumento do volume. Por meio dessa construção a diferença de pressão entre a célula de medição e o local do óleo é praticamente desprezível. Um manômetro mede a pressão do óleo em vez da do gás, sem, porém ocupar um volume perdido na célula de medição. Ao se observar as passagens da fase gasosa para a fase líquida e vice-versa, pode ser observado como surge a primeira gotinha de água como também o desaparecimento da última bolha de gás.

A célula de medição está envolta por uma câmara de água transparente. Graças a um termostato de circulação pode ser ajustada uma temperatura constante com grande precisão, sendo que a temperatura pode ser lida e controlada por meio de um termômetro.

As boas qualidades na leitura do volume, da pressão e da temperatura permitem o registro de diagramas p-V ou diagramas pV-p sem grande esforço e com resultados qualitativos corretos. Com uma correção do volume em função da pressão e da temperatura podem ser também obtidos resultados quantitativos corretos, que suportam uma comparação com os valores encontrados na literatura.

4. Fornecimento

- 1 aparelho de ponto crítico, preenchido com óleo hidráulico (óleo de rícino), porém sem gás de teste (SF₆), com conectores para o gás já montados para a conexão com o galão de gás MINICAN[®], assim como a proteção para o conector de gás.
- 1 dispositivo de abastecimento com gás
- 1 chave para parafusos hexagonal de 1,3 mm (para o parafuso da escala rotativa)
- 1 mangueira de plástico de 3 mm de diâmetro interno
- 1 Aparafusamento para tubo de 1/8" (SW 11)
- 1 Bomba de graxa

5. Dados técnicos

Hexafluorido sulfúrico:

Temperatura crítica:	318,6 K (45,5°C)
Pressão crítica:	3,76 MPa (37,6 bar)
Volume crítico:	197,4 cm ³ /Mol
Densidade crítica:	0,74 g/Mol

Valores máximos:

Faixa de temperatura:	10–60°C
Pressão máxima:	6,0 MPa (60 bar)
Valor limite da válvula de segurança:	6,3 MPa (63 bar)
Solidez permanente teórica:	7,0 MPa (70 bar)
Pressão de rompimento teórica:	>20,0 MPa (200 bar)

Materiais:

Gás experimental:	hexafluorido sulfúrico
Óleo da hidráulica:	óleo de rícino
Célula de medição:	acrílico transparente
Manto de regulação:	acrílico transparente
Meio para temperatura recomendado:	mistura de água e agente de proteção de refrigeração na relação de 2:1

Determinação do volume:

Diâmetro do pistão:	20,0 mm
Superfície do pistão:	3,14 cm ²
Volume deslocado:	3,14 cm ² × percurso de ajuste
Volume máximo:	15,7 cm ³
Divisão de escala para distância de deslocam.:	0,05 mm
Distância máxima de deslocamento:	50 mm

Determinação da pressão:

Manômetro:	classe 1.0 (máx. 1% de desvio do valor final da escala)
Grandeza de medição:	sobre pressão
Indicação:	até 60 bar
Diâmetro do manômetro:	160 mm

Conexões:

Perfuração para sensor de temperatura:	6 mm Ø
Conexões para regulador térmico:	7 mm Ø
Conexão da válvula de redução:	1/8 pol. Ø
Conexão gás:	1/8" (3,17 mm) Ø (conforme versão)

Dados gerais:

Dimensões:	380 x 200 x 400 mm ³
Massa:	aprox. 7 kg

6. Calibragem do volume

6.1 Nota prévia:

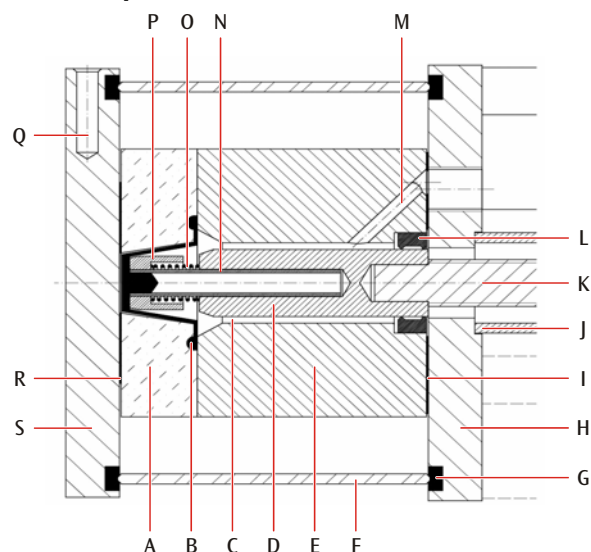


Fig. 1: Corte do aparelho com célula de medição (A), junta chapéu (B), reservatório de óleo (C), pistão (D), cilindro (E), manto de regulação térmica (F), junta de silicone (G), placa base (H), junta de borracha quadrada (I), proteção do pistão (J), barra de passo (K), junta em anel (L), conexão do manômetro (M), tubo de introdução (N), mola (O), casquilho (P), perfuração para o sensor de temperatura (Q), junta de borracha redonda (R) e placa de válvula (S)

Um giro na roda de mão gira o pistão sobre a barra de passo no cilindro, para dentro ou para fora, pelo que o volume no reservatório de óleo se altera (veja fig. 1). Sendo que óleo é praticamente incompressível e que com exceção da junta chapéu todas as partes são rígidas, a alteração no volume do reservatório de óleo produz uma deformação na junta chapéu e com isto uma alteração quase igual do volume ΔV_c na célula de medição. Para ΔV_c vale então a primeira vista:

$$\Delta V_G = A \cdot \Delta s \quad (1)$$

com $A=3,14 \text{ cm}^2$ e Δs = distância de deslocamento do pistão.

O percurso do pistão é mostrado a passos de 2 mm na escala fixa, os valores intermediários podem ser lidos na escala rotativa a passos de 0,05 mm.

A escala fixa pode ser deslocada após soltar os dois parafusos de fixação, a escala rotativa pode ser deslocada e girada entorno da barra de passo ao soltar os parafusos tubulares (localizados entre as posições 0 9 e 1 0 da escala).

6.2 Calibragem no ponto zero:

O ponto zero da escala de volume tem que ser determinado através de uma calibragem.

Para isto aproveita-se o fato que o ar, na faixa de pressão de 1 a 50 bar e a uma faixa de temperatura de 270 a 340 K, se comporta como um gás ideal (o fator gás real desvia-se em menos de 1% de 1). Por isso, à temperatura constante (por exemplo, a temperatura ambiente) é válido para dois percursos de pistão s_0 e s_1 assim como para as pressões correspondentes p_0 e p_1 do ar preso no interior

$$p_0 \cdot s_0 = p_1 \cdot s_1 \quad (2)$$

Com $s_0 = s_1 + \Delta s$ resulta após uma alteração:

$$s_1 = \frac{p_0}{p_1 - p_0} \cdot \Delta s \quad (3)$$

Ajuste grosseiro das escalas:

- Abrir totalmente as válvulas.
- Soltar o parafuso tubular da escala rotativa com um meio giro (a escala fica fácil de mover na barra de passo sem ter que mexer a roda de mão; ao giro autônomo se adiciona ainda a ação de um elemento de pressão amortecedora em contra.).
- Girar a roda de mão até chegar a uma resistência sensível.
- Sem mover a roda de mão, girar a escala rotativa na barra de passo até que a marca 0,0 se encontre acima e na escala fixa esteja indicado aprox. 48 mm.
- Soltar os parafusos estriados da escala fixa e movê-la para o lado, até que o traço a 48 mm se encontre exatamente sobre a linha mediana da escala rotativa (veja fig. 2).
- Apertar novamente os parafusos estriados, prestando atenção para que a escala fixa não faça pressão sobre a escala rotativa.

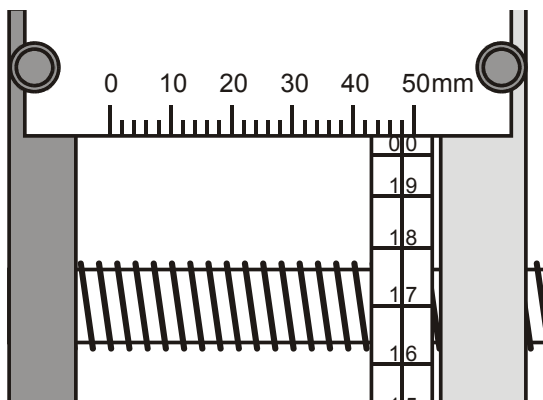


Fig. 2: indicação da posição do pistão 48,0 mm

Correção de ponto zero:

- Fechar a válvula reguladora (a pressão na célula de medição corresponde agora à pressão ambiente $p_0 = 1$ bar; o barômetro mostra, nos limites de precisão da medição, a sobrepressão de 0 bar).
- Girar a roda de mão para dentro, até que seja indicado 15 bar de sobrepressão (pressão absoluta $p_1 = 16$ bar).
- Ler a posição s_1 do pistão e calcular a partir dela o percurso de deslocamento $\Delta s = s_0 - s_1$.
- Calcular a posição zero corrigida $s_{1,corr}$ do pistão conforme Eq. 3.
- Ajustar a escala rotativa no valor corrigido e caso necessário deslocar novamente a escala fixa.
- Caso necessário soltar um pouco a roda de mão e fixar a escala rotativa com o parafuso tubular.

Exemplo de medição:

$p_0 = 1$ bar, $p_1 = 16$ bar, $p_1 - p_0 = 15$ bar
 $s_0 = 48,0$ mm, $s_1 = 3,5$ mm, $\Delta s = 44,5$ mm
 o que resulta em $s_{1,corr} = 2,97$ mm.

A escala rotativa deve, portanto ser deslocada de modo que em vez de 3,50 mm, agora sejam indicados 2,97 mm.

Observação:

Após esta calibragem de ponto zero já se obtêm resultados de medição qualitativamente corretos. Em relação a T e p , as isotermas são também registradas de forma quantitativamente correta na faixa bifásica até o ponto crítico. Não obstante, principalmente no campo líquido, as isotermas medidas se encontram algo aberta demais.

6.3 Calibragem completa:

A relação exata entre o volume V_G na célula de medição e a indicação s na escala depende da quantidade óleo no reservatório de óleo. Além disso, o reservatório de óleo se expande proporcionalmente à pressão, o que se deve aos tubos mola no manômetro. Adicionalmente, o óleo de rícino se dilata mais do que o resto do aparelho com um aumento de temperatura, pelo que com o aumento da temperatura a pressão sobe de modo algo excessivo. Todos esses efeitos podem ser eliminados do cálculo com a correspondente calibragem com ar como gás ideal.

A equação ideal expressa:

$$\frac{p \cdot V}{T} = n \cdot R \quad (4)$$

$$\text{com } R = 8,314 \frac{\text{J}}{\text{K mol}}$$

Com isto, pode-se calcular a pressão absoluta conforme

$$p = p_e + 1 \text{ bar} \quad (6)$$

a partir da sobre pressão medida p_e . Para a temperatura absoluta vale:

$$T = \vartheta + \vartheta_0 \text{ com } \vartheta_0 = 273,15^\circ\text{C} \quad (7)$$

O volume calcula-se segundo

$$V_G = A \cdot s \quad (8)$$

com $A=3,14 \text{ cm}^2$ e o percurso "efetivo" s do pistão.

O percurso efetivo do pistão resulta do percurso s_e medido do pistão, como segue:

$$s = s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_\vartheta \cdot \vartheta \quad (9)$$

A inserção na eq. 4 resulta em:

$$\frac{p \cdot (s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_\vartheta \cdot \vartheta) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R = 0 \quad (10)$$

Se forem considerados vários pontos de medição com diferentes temperaturas e pressões, assim calcula-se o termo

$$Q = \sum_{i=1}^n \left(\frac{p_i \cdot (s_i + s_0 + \beta_p \cdot p_i - \beta_\vartheta \cdot \vartheta_i) \cdot A}{\vartheta_i + \vartheta_0} - n \cdot R \right)^2 \quad (11)$$

e escolhem-se os parâmetros livres s_0 , β_p , β_ϑ e n para que Q seja mínimo.

Exigência complementar (comp. parágr. 8):

- 1 Compressor ou bomba de bicicleta e válvula de bicicleta
- 1 Termostato de águas/de circulação 1008653/1008654
- 1 Termômetro digital de segundo de bolso 1002803
- 1 Sensor de imersão NiCr-Ni tipo K, -65°C a 550°C 1002804
- 2 Mangueiras de silicone, 1 m 1002622
- 1 | Agente de proteção de refrigeração com aditivos contra a corrosão de alumínio (por exemplo, Glystantin® G30 da Fa. BASF)

Execução da calibragem:

- Conectar o termostato de circulação como descrito no parágrafo 8 e encher com água - agente protetor para refrigeração.
- Inserir a mangueira de plástico com o diâmetro de 3 mm na conexão para o gás de 1/8".
- Abrir a válvula de regulagem.
- Girar a roda de mão para fora até, por exemplo, a posição de 46,0 mm.
- Criar uma sobrepressão do ar de aproximadamente 3 a 8 bar na célula de medição com um compressor ou com uma bomba de bicicleta.
- Fechar a válvula de regulagem.
- Para o registro de alguns valores de medição, variar o volume na célula de medição ou a

temperatura no termostato, esperar o equilíbrio estacionário e reduzir a pressão.

- Com um software de adaptação adequado, determinar os parâmetros s_0 , β_p , β_ϑ e n de modo que a soma do quadrado de erro Q seja mínimo (compare eq. 11).
- Caso seja desejado, girar a escala giratória num valor s_0 , pelo que essa correção fica desnecessária.

Com os assim determinados parâmetros é calculada a posição "efetiva" do pistão, conforme a equação 9 a partir da posição de pistão registrada s_e , e a partir daí, conforme a equação 8 obtém-se o volume da célula de medição calibrado.

Exemplo de medição:

Tabela 1: valores de medição para a calibragem

i	s_e / mm	ϑ	p / bar
1	40,0	20,0°C	6,6
2	20,0	20,0°C	12,4
3	10,0	20,0°C	23,3
4	5,0	20,0°C	41,8
5	3,5	20,0°C	53,9
6	5,0	20,0°C	41,8
7	5,0	10,0°C	38,9
8	5,0	30,0°C	45,3
9	5,0	40,0°C	49,0
10	5,0	50,0°C	53,5

Daí resulta os seguintes parâmetros:

$$s_0 = 0,19 \text{ mm}, \beta_p = 0,023 \frac{\text{mm}}{\text{bar}}, \beta_\vartheta = 0,034 \frac{\text{mm}}{\text{grd}} \text{ e } n = 0,00288 \text{ mol.}$$

7. Preenchimento com gás de teste

7.1 O manuseio do hexafluorido sulfúrico:

Hexafluorido sulfúrico (SF_6) não é venenoso e inócuo para as pessoas. O valor MAK, a partir do qual surge o perigo de asfixia por expulsão do oxigênio é de 1000 ppm. Isso corresponde a aproximadamente 6 cargas de célula de medição por 1 m^3 de ar.

Não obstante, o SF_6 contamina muito o meio ambiente e produz um efeito de serra 24.000 vezes maior do que CO_2 . Por isso, não se deve soltar maiores quantidades no ambiente.

7.2 Conexão do gás por meio de uma tubulação fixa:

Exigência complementar:

1 garrafa de gás SF₆ com uma torneira para gás recomendada pelo fabricante de gás ou pelo distribuidor, por exemplo, a garrafa de gás SH ILB e a válvula reguladora Y11 L215DLB180 da empresa Airgas (www.airgas.com)

1 tubulação com diâmetro externo de 1/8", e caso necessário, peças de redução, por exemplo, da empresa Swagelok (www.swagelok.com)

1 chave-inglesa SW 13, 1 chave-inglesa SW 11

Conforme os princípios básicos da "boa prática de laboratório" é recomendado ligar o aparelho de ponto crítico a uma tubulação de gás fixa, principalmente no caso de uso freqüente.

Um preenchimento começa com uma série de passagens de enxágües para retirar o ar da tubulação. O número de enxágües depende do comprimento da tubulação (mais precisamente da relação volume da tubulação/volume da célula de medição). Ao fazer isto, deve-se soltar o mínimo possível de gás SF₆ na atmosfera por causa da sua forte influência no efeito de serra.

Conexão da tubulação fixa:

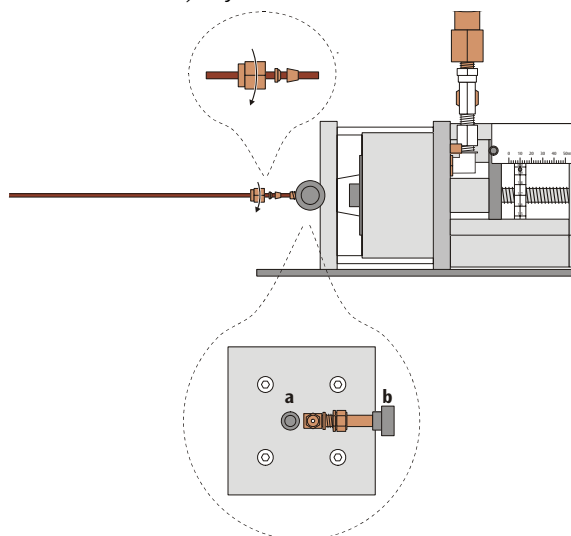


Fig. 3: conexão da tubulação fixa
(a) válvula de evacuação, (b) válvula reguladora

- Caso necessário, retirar a proteção da conexão do gás e retirar as pontas de conexão de 1/8" soltando a porca de inserção (SW 11).
- Conectar a tubulação (caso necessário com peças de redução) na torneira para gás.
- Colocar o aparafusamento tubular incluído no fornecimento sobre a tubulação começando com a porca de inserção (veja fig. 3, seqüência e direcionamento como indicada no conector de cabos!).

- Inserir a tubulação na válvula reguladora e apertar até o ponto justo em que a tubulação já não possa ser movida só com os dedos.
- Segurar a válvula reguladora com uma chave-inglesa (SW 13) e apertar a porca de inserção em mais 270°.

Agora a conexão está hermética para o gás. Ao soltar mais adiante a porca de inserção, também se deve segurar a válvula reguladora com uma chave-inglesa.

Enxágüe para expulsar o ar:

- Colocar o pistão na posição de 10 mm com a roda de mão.
- Abrir lentamente a válvula reguladora e deixar o SF₆ penetrar até que 10 bar sejam indicados.
- Fechar a válvula reguladora.
- Abrir a válvula de evacuação, até que a indicação de pressão tenha caído a quase 0 bar.
- Fechar a válvula de evacuação.

Preenchimento com gás de teste:

- Após pelo menos quatro enxágües, abrir a válvula reguladora até que seja indicado novamente 10 bar.
- Fechar a válvula reguladora.
- Girar novamente a roda de mão até a marca de, por exemplo, 46 mm.
- Abrir lentamente a válvula reguladora fechá-la novamente ao atingir 10 bar.

7.3 Preenchimento com gás com um MINICAN®:

Exigência complementar:

1 galão de MINICAN® com SF₆, por exemplo, da empresa Westfalen (www.westfalen-ag.de)

Em caso de uso esporso da aparelhagem, é mais prático utilizar gás e teste a partir de um galão de gás MINICAN®. A conexão de gás do MINICAN® é montada de maneira semelhante a uma válvula de spray comum, ou seja, ela se abre quando o MINICAN® é empurrado diretamente sobre a conexão de gás.

Também aqui, o preenchimento começa com vários enxágües para eliminar o ar preso.

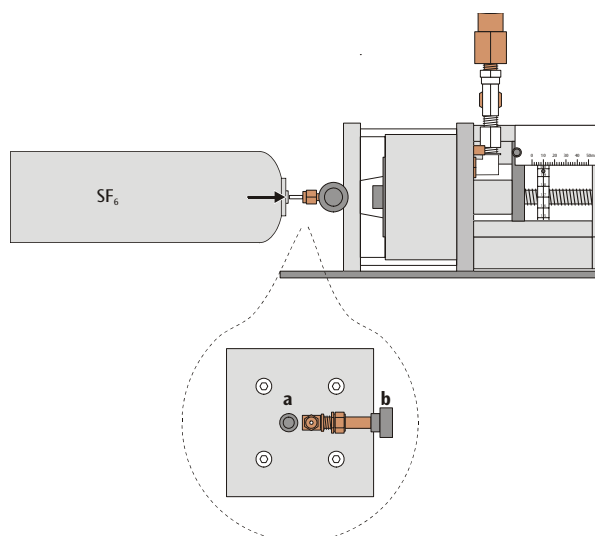


Fig. 4: preenchimento do gás de teste com um galão de gás MINICAN® (a) válvula de evacuação, (b) válvula reguladora

Enxágüe para retirar o ar:

- Caso necessário retirar a proteção da conexão de gás.
- Levar o pistão à posição de 10 mm com a roda de mão.
- Instalar o MINICAN® com SF₆ na conexão para o gás depois de ter retirado a capinha protetora.
- Empurrar o MINICAN®, abrir lentamente a válvula reguladora (b) e deixar entrar SF₆, até que cerca de 10 bar sejam indicados.
- Fechar a válvula reguladora.
- Abrir um pouco a válvula de evacuação, até que a indicação de pressão tenha caído a quase 0 bar.
- Fechar a válvula de evacuação.

Preenchimento com gás de teste:

- Após pelo menos quatro enxágües, empurrar o MINICAN®, abrir lentamente a válvula reguladora e deixar entrar SF₆, até que cerca de 10 bar sejam indicados.
- Fechar a válvula reguladora.
- Girar o pistão com a roda de mão até a marca de, por exemplo, 46 mm.
- Empurrar o MINICAN®, Abrir lentamente a válvula reguladora fechá-la novamente ao atingir 10 bar.

7.4 Recomendação para pausas curtas:

O gás preenchido pode permanecer vários dias dentro da célula de medição.

Quando não sejam realizadas experiências, o pistão deve ser girado com a roda de mão até uma posição de pressão mínima, como por exemplo, em 46 mm.

Se houver a possibilidade o aparelho deveria ficar preenchido sempre com o líquido temperador.

8. Experiências

8.1 Montagem experimental:

Exigência complementar:

- | | | |
|---|---|-----------------|
| 1 | Termostato de águas/de circulação | 1008653/1008654 |
| 1 | Termômetro digital de segundo de bolso | 1002803 |
| 1 | Sensor de imersão NiCr-Ni tipo K, -65°C a 550°C | 1002804 |
| 2 | Mangueiras de silicone, 1 m | 1002622 |
| 1 | Agente de proteção de refrigeração com aditivos contra a corrosão para motores de alumínio (por exemplo, Glystantin® G30 da Fa. BASF) | |

- Instalar a aparelhagem numa boa altura para a observação a célula de medição, de modo que a válvula de segurança não fique apontada para pessoas ou objetos frágeis.
- Conectar com as mangueiras de silicone a evacuação do termostato de circulação com a entrada do manto de regulação térmica e a evacuação do manto de regulação térmica com a entrada do termostato de circulação.
- Fabricar o meio temperador de duas partes de volume de água e uma parte de volume de agente protetor de refrigeração.
- Encher o termostato de circulação.

8.2 Observações qualitativas:

Estado líquido e gasoso, estado dinâmico na passagem entre fase, formação dos pontos de passagem a diferentes temperaturas.

- Variar o volume girando a roda de mão e a temperatura no termostato, levando em conta as indicações de segurança.
- Para uma melhor observação da superfície de separação entre líquido e gás, sacudir levemente a montagem.

Na proximidade do ponto crítico também pode ser observada a opalescência crítica: através de uma permanente mudança entre estado líquido e estado gasoso em pequenas áreas da célula de medição surge uma espécie de "névoa" e o hexafluorido sulfúrico aparece turvo.

8.3 Medição de isotermas em diagrama:

- Ajustar a temperatura desejada no termostato de circulação com o volume máximo.
- Diminuir gradualmente o volume na célula de medição até a posição de pistão de 10 mm, esperar a instauração do equilíbrio estacionário e ler a pressão.
- Logo, começando no menor volume possível, aumentar o volume gradualmente até a mesma posição de pistão de 10 mm, esperar a

instauração do equilíbrio estacionário e ler a pressão.

- Transformar as sobrepressões em pressões absolutas e a posição do pistão, conforme o parágrafo 6, em volumes.

Na faixa dos pequenos volumes o equilíbrio estacionário é atingido mais rapidamente na passagem de pressões altas para pressões baixas (ou seja, de um volume menor para um maior), já que a superfície de separação da fase de passagem de líquido para gasoso também se forma em todo o líquido por causa das bolhas de vapor. A instauração do equilíbrio demora de 1 a 5 min, sendo que os pontos de medição na beira da área bifásica necessitam de mais tempo.

O valor limite recomendado de 10 mm se refere a uma pressão de preenchimento de 10 bar. Em faixas de temperatura permitidas certamente ainda não há uma fase líquida acima desses valores à frente. O valor limite vai para a "direita" com pressões de preenchimento maiores.

8.4 Medição de isocoros em diagrama p - T :

- Ajustar a temperatura de saída desejada e logo o volume desejado.
- Deixar baixar a temperatura gradualmente.
- Esperar a instauração do equilíbrio estacionário e ler a indicação de pressão.

Na faixa bifásica, os pontos de medição assim medidos formam a curva de pressão do vapor.

A instauração do equilíbrio demora até 20 min após cada mudança da temperatura, já que primeiro, o banho de água e a célula de medição devem atingir a temperatura desejada.

8.5 Determinação da massa do gás:

Passagem do gás da célula de medição a um saco de plástico hermético ao gás e pesagem a seguir:

- Caso necessário retirar tubulação e montar a conexão para gás.
- Girar bastante a roda de mão, por exemplo, até 46 mm.
- Abrir um pouco a válvula reguladora e soltar o gás para o saco plástico através da conexão para gás.
- Fechar a válvula reguladora.
- Determinar a massa do gás solto levando paralelamente em conta o peso do saco vazio e o impulso do ar.
- Reduzir o volume da célula de medição até que a pressão na célula de medição tenha atingido o valor inicial.
- A partir da diferença de volume antes e depois do esvaziamento e do volume ainda presente na célula de medição, calcular a massa de gás presente inicialmente.

Comparação com os valores da literatura:

Com a ajuda de valores tabelados, como por exemplo, Clegg et al. [4], pode-se alternativamente calcular a massa do gás na célula de medição a partir dos valores de medição ϑ , p e V .

8.6 Análise:

Na figura 5 pode ser observado que com este aparelho relativamente simples obtêm-se valores que não diferem muito dos valores da literatura inscritos no diagrama.

8.7 Literatura:

[1,2] Sulphur Hexafluoride, texto de empresa S.27[1], 30[2] e Solvay Fluor und Derivate GmbH, Hannover, Alemanha, 2000

[3] Otto e Thomas, em: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971

[4] Clegg et al., em: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971

[5] Din, F.: Thermodynamic Functions of Gases, Vol. 2, Butterworths Scientific Publications, London, 1956

[6] Vargaftik, N. B.: Handbook of Physical Properties of Liquids and Gases, 2nd ed., Hemisphere Publishing Corporation, Washington, 1983

[7] Nelder, J. und Mead, R.: Comp. J., Vol. 7, S. 308, 1965

9. Armazenamento por período mais longo

Caso não estejam planejadas experiências por um período de tempo mais longo, deve-se deixar escapar o gás de teste e o pistão é levado à "posição de repouso", na qual a parte cônica da junta chapéu fica ligeiramente amassada e não aperta sobre célula de medição.

- Caso necessário deixar a aparelhagem esfriar e levar o pistão a uma posição de pressão mínima girando a roda de mão.
- Soltar o gás através da válvula de evacuação.
- Levar o pistão para a "posição de repouso a cerca de 5 mm girando a roda de mão.
- Fechar novamente a válvula de evacuação.
- Antes do armazenamento definitivo, deve-se sempre retirar o gás do óleo hidráulico conforme o parágrafo 10, isto, caso a aparelhagem tenha estado em funcionamento por muito tempo.
- Evitar a exposição direta aos raios solares durante o armazenamento.
- O meio temperador deveria ficar no aparelho, devido que os aditivos evitam a corrosão e eflorescências através de tensões eletroquímicas entre os diferentes materiais. Alternativamente o aparelho pode ser enxugado com água deionizada e seguidamente secado com ar à pressão (livre de óleo, máx. 1,1 bar).

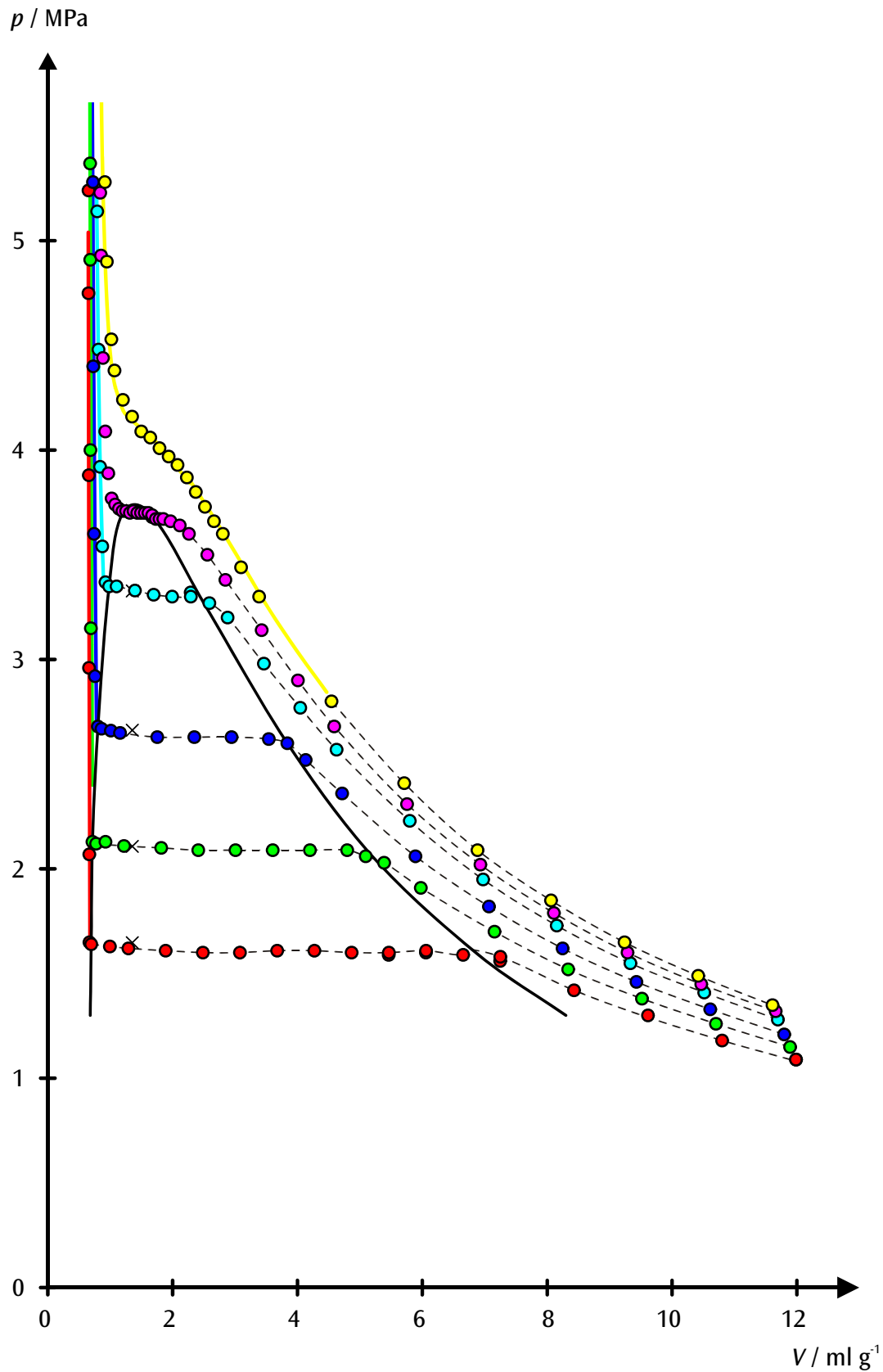


Fig. 5 diagrama p do SF_6 , medido com a aparelhagem para ponto crítico
 Valores de medição a 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) e 50°C (●),
 (—) Linha limite da mistura líquido-gás, (x) valores de literatura de [1] para pressão do vapor,
 valores de literatura de [2] para pressão de líquidos a 10°C (—), 20°C (—), 30°C (—), 40°C
 (—), e 50°C (—)

10. Liberar o gás da hidráulica

Por causa da inevitável difusão de gás de teste pela junta chapéu, a pressão na célula de medição cai lentamente ao longo do tempo. O gás difundido pela junta chapéu se dissolve no óleo de hidráulica e não tem influência sensível nas medições.

Porém, quando o gás de teste é liberado para o armazenamento do aparelho e a pressão do óleo hidráulico sobre a pressão ambiente cai, então o gás escapa do óleo hidráulico conforme a lei de Henry e leva a um ligeiro aumento da pressão no reservatório de óleo, o qual deve ser evitado em qualquer caso se não houver uma contrapressão na célula de medição. Por esta razão o óleo de hidráulica deve ficar livre de gás.

Para eliminar o gás, o óleo hidráulico é levado à ebulição no vácuo. Já que a diferença de pressão entre os dois lados da junta chapéu não deve ser muito grande, deve-se garantir que do lado do gás encontre-se a mesma baixa pressão.

Exigência complementar:

1 Óleo de rícino de qualidade DAB p. ex.. 1002671

1 mangueira de vácuo, 6 mm de diâmetro interior

1 torneira de fechamento (ou válvula de dosagem)

1 bomba de impulso giratório

1 chave-inglesa SW 14, 1 pinça,
papel absorvente, caixa

Armazenamento do aparelho:

- Caso necessário deixar esfriar o aparelho e levar o pistão para uma posição de mínima pressão girando a roda de mão.
- Soltar o gás de teste pela válvula de evacuação e fechar a válvula de evacuação.
- Caso necessário desmontar a tubulação e montar as conexões para o gás.
- Soltar a escala giratória.
- Abrir a válvula regulatória.
- Girar o pistão para dentro com a roda de mão até que uma sobrepessão de 1 bar seja atingida.
- Fechar a válvula reguladora.
- Girar a roda manual em duas rotações de volta.
- Colocar o aparelho com a escala de manômetro para baixo, sendo que o manômetro se apóia numa base de aproximadamente 6 cm de espessura (veja fig. 6).

Atenção: o pistão não deve ser nunca retirado mais do que 25 mm, já que senão, nos processos seguintes o tubo de direção poderia escorregar para fora.

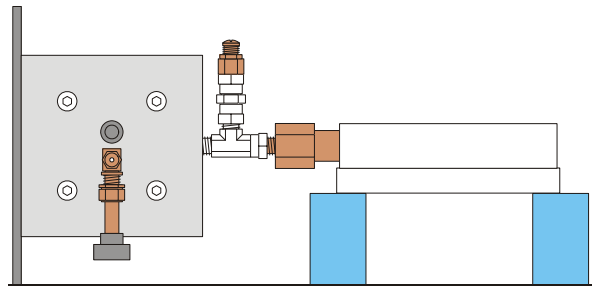


Fig. 6: posição do aparelho para o preenchimento com óleo.

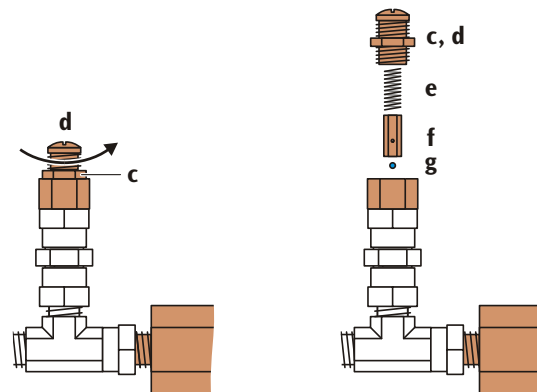


Fig. 7: desmontar a válvula de segurança.
(c) contraporca, (d) capa da válvula, (e) mola de pressão, (f) tubo de seis lados, (g) esfera de aço

Desmontagem da válvula de segurança:

- Soltar a contraporca (SW 14) da válvula de segurança e retirar a tampa da válvula com uma chave de fenda (veja fig. 7).
- Retirar com a pinça, um após o outro, a mola de pressão, o tubo de seis lados e a esfera de aço com a pinça e armazenar, por exemplo, numa caixa.

Montagem do dispositivo de preenchimento com óleo:

- Soltar a porca de inserção do dispositivo de preenchimento com óleo, tirar a capa e colocar a porca de inserção sobre a válvula de segurança (veja fig. 8).
- Não parafusar com muita força o reservatório de óleo (o anel em O não deve ser espremido para fora).
- Abrir a válvula reguladora.
- Girar a roda de mão até o fim do passo no braço (caso necessário soltar a escala) e logo girar a roda em direção contrária em 3 giros.
- Colocar papel absorvente por baixo e preencher o reservatório de óleo com óleo de rícino até a metade no máximo.
- Parafusar a capa do dispositivo de preenchimento com óleo com porca de inserção.

Conexão da bomba de vácuo:

- Inserir a mangueira de 3 mm de diâmetro interno sobre as conexões de gás do aparelho e nas conexões menores do dispositivo de preenchimento com óleo.

- Para conectar a bomba de vácuo, conectar uma mangueira de vácuo de 6 mm de diâmetro interno passando por uma torneira, ou melhor, uma válvula de dosagem, com as conexões maiores do dispositivo de preenchimento com óleo.

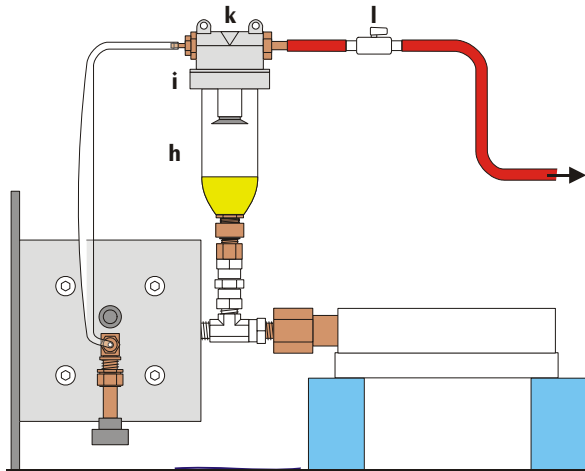


Fig. 8: montagem do dispositivo de preenchimento com óleo e conexão da bomba de vácuo (h) reservatório de óleo, (i) porca de inserção, (k) tampa, (l) torneira (ou válvula de dosagem)

Eliminação do gás:

- Controlar se a válvula reguladora está aberta e a válvula de evacuação está fechada.
- Ligar a bomba de vácuo, abrir um pouco a torneira e observar a formação de espuma no óleo de rícino.

O processo de bombeamento deve ser interrompido fechando a torneira quando a formação de espuma for tão forte que esta chegue ao filtro que se encontra na tampa. Só depois que a espuma tenha caído é que se abre a torneira novamente.

Após vários minutos (dependendo da capacidade de aspiração da bomba de vácuo conectada) a pressão de evaporação do óleo de rícino é atingida e ele entra em ebulição. Isto é reconhecível porque aparecem "do nada" bolhas de vapor que aumentam rapidamente de tamanho no seu caminho através do óleo.

Agora o óleo está suficientemente livre de gás.

- Fechar a válvula reguladora e a torneira.

Desmontagem:

- Tirar a mangueira de vácuo da torneira (o pedaço de mangueira que acompanha a torneira permanece no dispositivo de preenchimento com óleo).
- Para evitar um golpe de pressão abrir lentamente a torneira e esperar a compensação da pressão.
- Tirar as mangueiras de ambas as conexões do dispositivo de preenchimento com gás.
- Desparafusar o reservatório da válvula de segurança.

Sendo que o óleo de rícino é relativamente espesso ele escorre muito devagar do reservatório e esse processo pode ser executado sem dificuldades. Um pano para limpar (toalha de papel) que se coloque imediatamente após retirar o reservatório por baixo dele impede qualquer tipo de gotejamento.

- Eliminar o óleo excedente da válvula de segurança com um pano de limpar e logo girar minimamente a roda de mão até que o nível do óleo na válvula esteja exatamente à altura do ponto de apoio da esfera de aço.
- Colocar a esfera de aço, colocar sobre esta o tubo de seis lados na perfuração curta (pinça) e a mola de pressão na perfuração mais longa.
- Parafusar com cuidado (não com muita força) a tampa da válvula até o fim e logo soltar em dois giros.

Ajustar a válvula de segurança:

- Instalar sistematicamente o aparelho de modo que a válvula de segurança não aponte para pessoas ou para objetos que possam ser danificados ou destruídos.
- Abrir a válvula reguladora, girar totalmente a roda de mão e fechar novamente a válvula reguladora.
- Girar a roda de mão para dentro até atingir uma sobrepressão de cerca de 65 bar.
- Abraçar o aparelho pela frente para pegar na válvula de segurança atrás e desparafusar lentamente a tampa da válvula de segurança, até que a pressão caia para cerca de 63 bar.
- Apertar a contraporca (SW 14).

Posição de repouso:

- Girar a roda de mão para trás até que a pressão caia a um máximo de 10 bar.
- Abrir a válvula reguladora e girar a roda de mão até a "posição de repouso" cerca de 5mm.
- Fechar a válvula reguladora.

Após esses trabalhos o aparelho pode ser armazenado ou preenchido novamente com gás de teste.

11. Cuidados e manutenção da bucha de rosca

11.1 Lubrificar a bucha de rosca com graxa

Aproximadamente a cada 100 ciclos (compostos de um aumento de pressão de 10 para 60 bar e da sucessiva descontração para 10 bar), ou seja, a bucha de rosca na braçadeira deveria ser lubrificada com graxa, uma vez por semana, para a diminuição do desgaste. A lubrificação dura aproximadamente 1 min e estende a vida útil da bucha consideravelmente! Para a lubrificação é propícia uma graxa clara para fins múltiplos, sem grafite ou aditivos similares.

Para isto:

- Pensar através do bico de lubrificação na braçadeira

para dentro da bucha de rosca um curso completo de pistão de uma bomba de graxa comercial.

- Limpar o excedente da graxa que saiu da bucha.

A graxa sobre-saliente também contém um pouco de desgaste de material plástico, que será eliminado desta forma.

11.2 Verificar a bucha de rosca.

A bucha de rosca no arco braçadeira sofre de um lento mais constante desgaste e por isso deve ser verificada uma vez por ano com respeito às folgas axiais:

- Soltar a pressão da célula de medição e colocar o pistão na posição 10 mm.
- Com um calibrador de régua determinar a distância mínima e máxima entre o flange da roda manual e a braçadeira, em isso apertar com a mão contra a roda de mão e seguidamente puxar na roda manual.

Se a diferença das duas distancias for superior a 0,3 mm, a bucha tem que ser trocada.

11.3 Trocar a bucha de rosca.

Exigência complementar:

1 Bucha de rosca do conjunto de juntas (1002672)

Em todo caso, após 10 anos a bucha de rosca tem que ser trocada, também se o limite de desgaste não for alcançado (em bancada de testes após 1000 ciclos, não foi verificado nenhum desgaste medível [$<0,05$ mm]), porque até agora não estão disponíveis dados confiáveis sobre a estabilidade por longos períodos do plástico usado (POM-C).

- Soltar a pressão da célula de medição.
- Desenroscar a escala fixa.
- Soltar o pino de rosca na roda manual no flange da roda manual e retirar a roda manual.
- Soltar os quatro parafusos na escora transversal e desenroscar a escora transversal com a bucha de rosca da vara de rosca.
- Aparafusar o bico de lubrificação (SW 7) soltar o pino de rosca, aparafusado diagonalmente na bucha de rosca em 4 voltas com a chave hexagonal interior de 3 mm.
- Com um espigão, desde o lado da roda manual, expulsar a bucha de rosca. Ou alternativamente inserir soltamente um parafuso M14 na bucha e tirar a bucha com golpes sobre a cabeça do parafuso.
- Colocar a nova bucha de forma tal, que a furação transversal se alinhe com o bico de lubrificação.
- Prensar a bucha na morsa (com mordente plana ou um suplemento adequado).
- Aparafusar o pino de rosca (min. 6,0 mm de profundidade) e aparafusar o bico de lubrificação.

Material de bucha: POM-C = Polioximetileno Copolímero
Sobre medida (Ajuste de pressão): 0,05 – 0,1 mm.

12. Troca de válvula

Exigência complementar:

- 1 chave hexagonal de ângulo (SW 6)
- 1 jogo de juntas para 1002670 1002672
consistindo em
- 1 junta de borracha em forma de chapéu,
- 1 juntas e borracha redondas,
- 1 junta de borracha 78x78 mm²,
- 4 discos de vedação de cobre
- 1 bucha de rosca

Principalmente quando o aparelho for exposto diretamente aos raios solares pode ocorrer após um tempo que seja necessário trocar a junta chapéu ou outras juntas.

12.1 Desmontagem do aparelho em partes:

- Caso necessário deixar o aparelho esfriar e levar o pistão a uma posição de pressão mínima girando a roda de mão.
- Soltar o gás de teste pela válvula de evacuação e fechar a válvula de evacuação.
- Caso necessário desmontar a tubulação.
- Abrir a válvula reguladora.
- Girar a roda de mão para fora até a posição de 25 mm.
- Inclinar o aparelho para a direita e apoiar sobre uma superfície adequada sobre a roda de mão e a aresta da placa base.
- Com uma chave hexagonal de ângulo (SW 6) soltar os quatro parafusos na placa de válvulas de forma regular e em diagonal a cada 1/8 de giro até que a armação esteja solta.
- Retirar totalmente os parafusos.
- Retirar também os discos de vedação de cobre.
- Girar a placa de válvulas à direita e à esquerda aumentando a força até que as juntas se soltem. Não girar enquanto isso a válvula reguladora.
- Retirar a placa de válvulas (a célula de medição pode ainda estar grudada na placa).
- Soltar as juntas ainda restantes entre a célula de medição e o cilindro girando de um lado para o outro novamente.
- Puxar o tubo de direção da junta chapéu girando-o.

12.2 Limpeza do aparelho desmontado:

O óleo de rícino pode ser eliminado com facilidade com um pouco de álcool caseiro. Mais, o manto e célula de medição de vidro acrílico são atacados por álcool. Marcas digitais e outras impurezas podem ser limpas com uma solução (suave) de água com detergente. As juntas novas também devem ser limpas com álcool e a solução de detergente.

12.3 Montagem do aparelho:

Caso tenha sido retirado o óleo de rícino do reservatório de óleo:

- Preencher óleo de rícino até aproximadamente 5 mm abaixo da aresta superior do cilindro (começo da descida).
- Colocar as duas juntas de silicone.
- Retirar a junta chapéu e inserir o pino no tubo de direção.
- Colocar a novamente junta chapéu, colocar a mola sobre o pistão e por o tubo de direção no pistão.
- Colocar a célula de medição na aresta do cilindro e ajustar de modo regular.
- Colocar o manto de regulação térmica sobre a segunda junta de silicone e centrar.
- Colocar a junta de borracha redonda e, com a ajuda de uma régua que se coloca sobre o manto de regulação térmica, posicionar paralelamente ao cilindro (compare figura. 9, os orifícios em meia-lua devem estar mais tarde debaixo das aberturas das válvulas).

12.4 Retomada da operação:

- Retirar o gás do óleo hidráulico e preencher com óleo (veja parágrafo 10).
- Ajustar a válvula de segurança (veja parágrafo 10).
- Executar novamente a calibragem do volume (veja parágrafo 6).

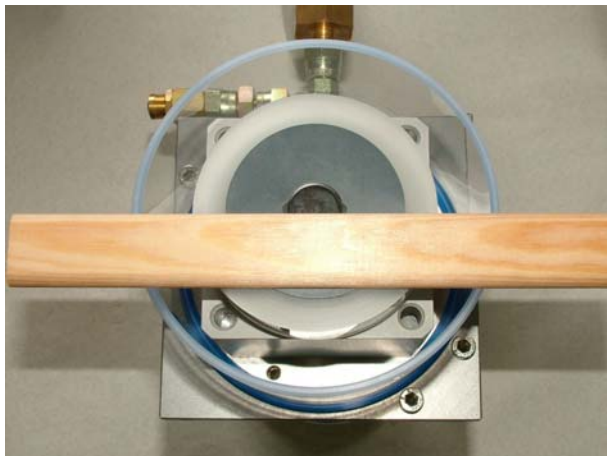


Fig. 9: posicionamento das juntas de borracha redondas

- Colocar a placa de válvulas, centrar e posicionar paralelamente à placa base.
- Equipar os parafusos M8×40 com novas juntas de cobre de vedação e apertá-los levemente.
- Apertar os parafusos em diagonal, ao fazê-lo, verificar que há uma mesma pressão nas juntas de borracha (nas partes fortemente pressionadas a junta de borracha aparece cinza no vidro da célula de medição, enquanto que as áreas menos pressionadas aparecem leitosas).

