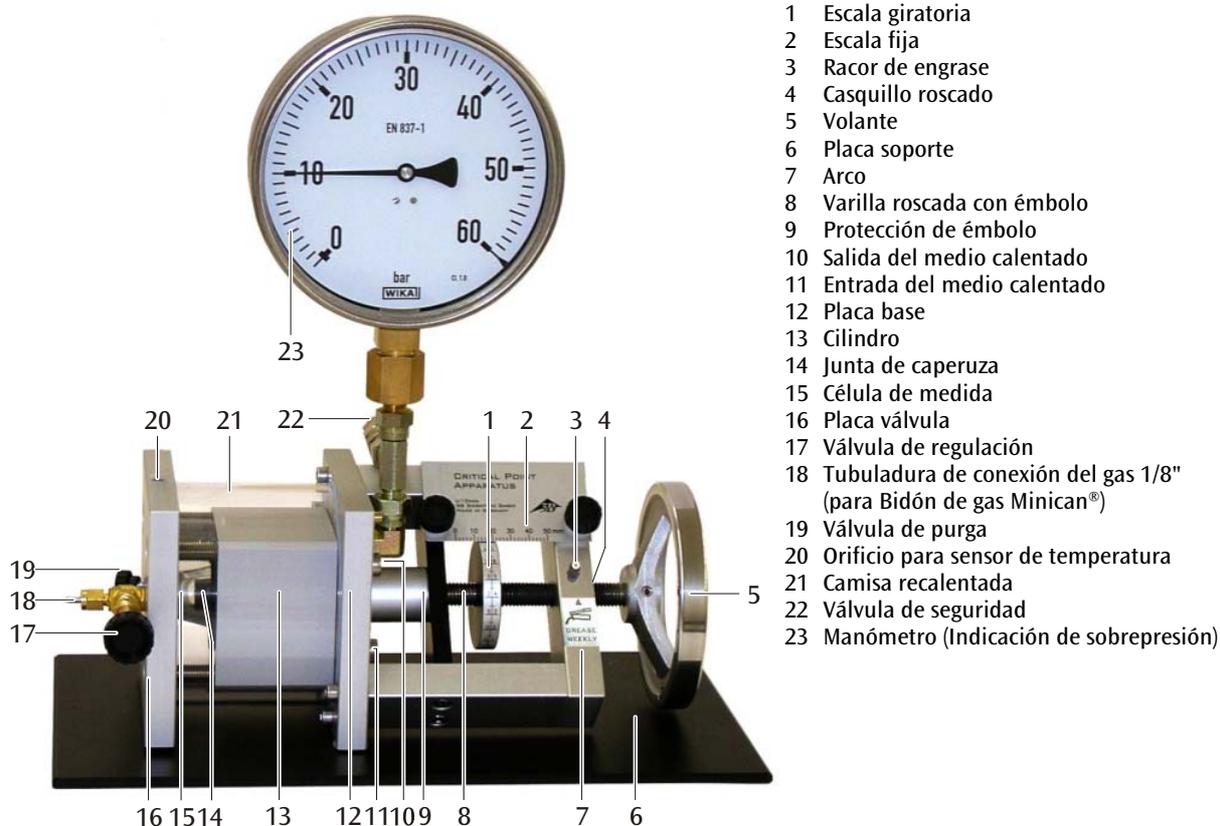


Aparato del punto crítico 1002670

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 protegidas 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:

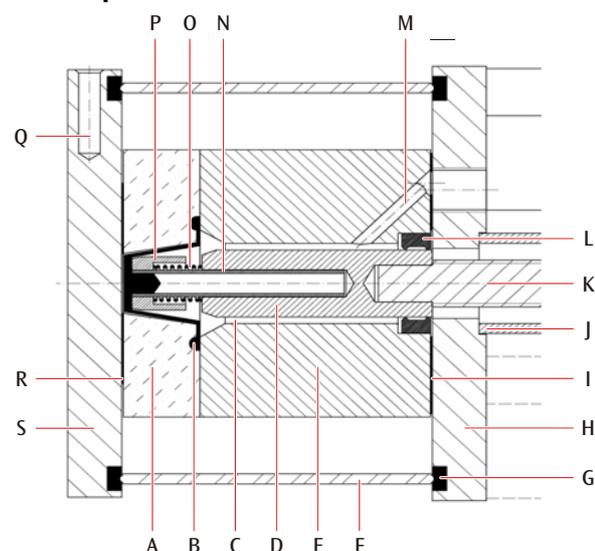


Fig. 1: Corte a través de la unidad con célula de medida (A), Junta de caperuza (B), Espacio del aceite (C), Émbolo (D), Cilindro (E), Camisa temperada (F), Junta de silicona (G), Placa base (H), Junta de goma cuadrada (I), Protección de émbolo (J), Varilla roscada (K), Anillo obturador (L), Conexión 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.

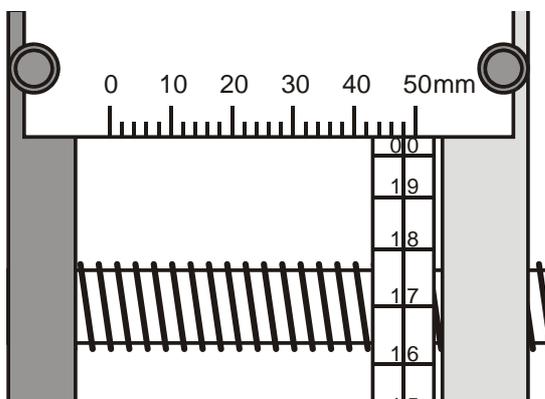


Fig. 2: Indicación de la posición 48 mm del émbolo

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 obtiene 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:

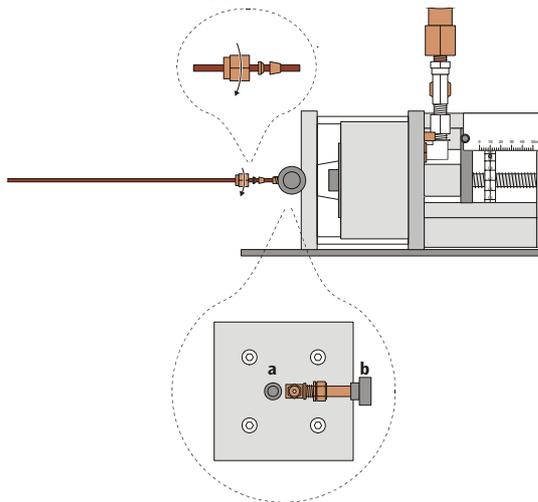


Fig. 3: Conexión de la tubería fija
(a) Válvula de purga, (b) Válvula de regulación

- 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.

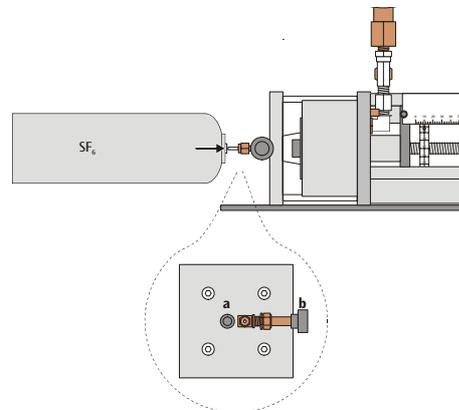


Fig. 4: Llenado del gas de prueba desde un bidón de gas MINICAN® (a) Válvula de purga, (b) Válvula de regulación

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).

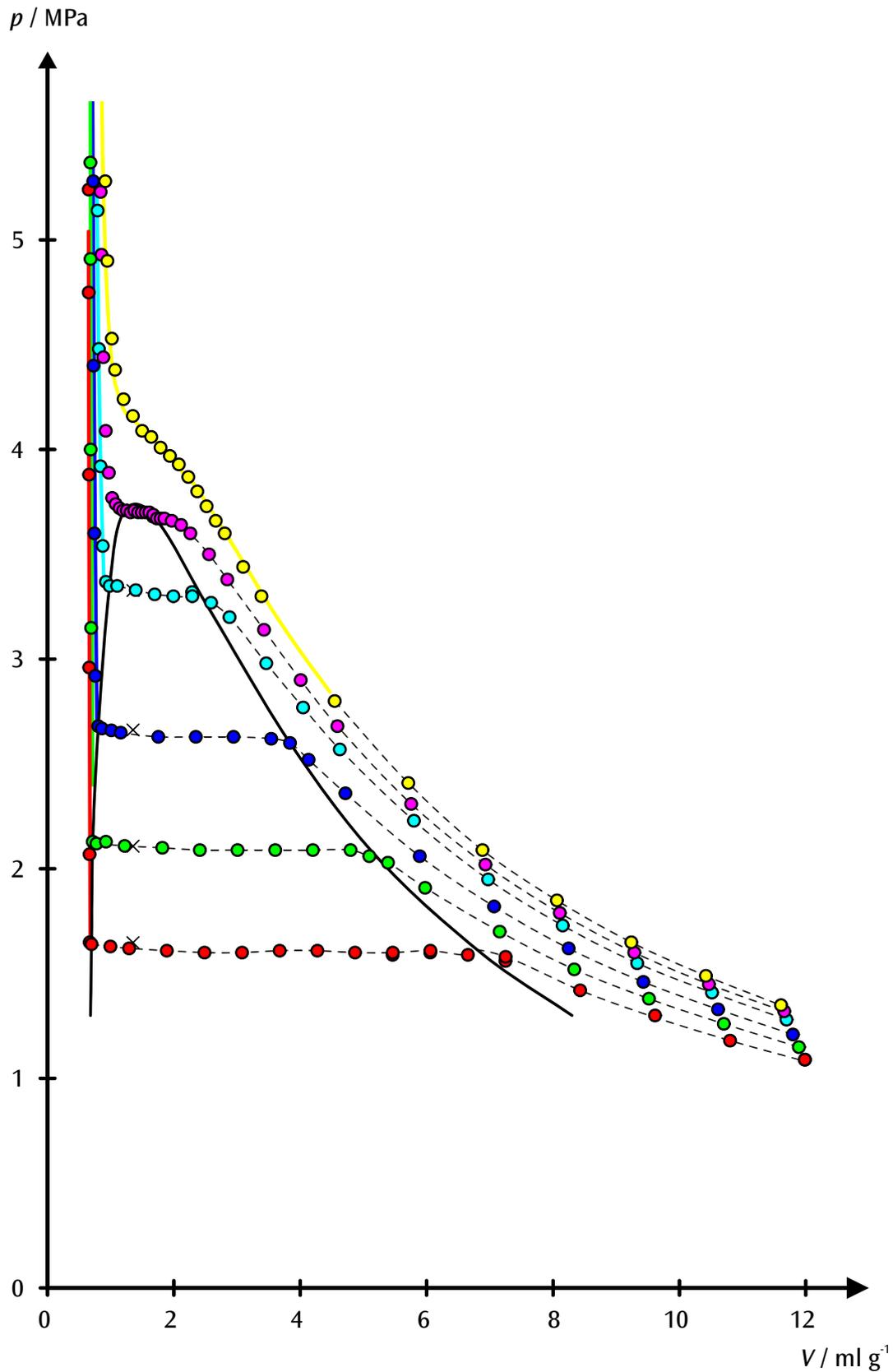


Fig. 5 Diagrama pV del SF₆, medido con el aparato del punto crítico
 Valores de medida con 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) y 50°C (●),
 (—) Línea de separación de la mezcla Líquido-gas, (X) Valores bibliográficos de [1] para presión de vapor,
 Valores bibliográficos de [2] para presión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

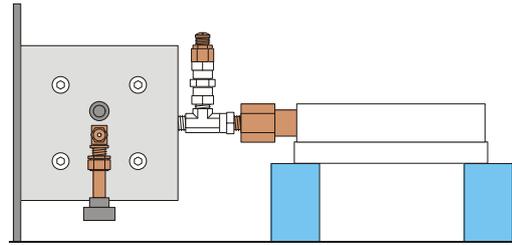


Fig. 6: Colocación de la unidad para el llenado con aceite.

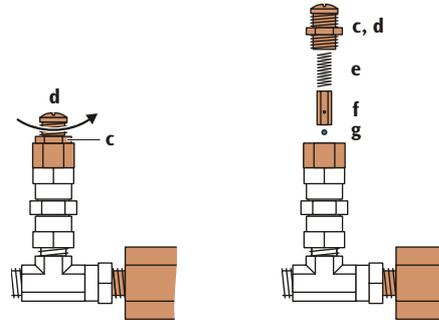


Fig. 7: Desmontaje de la válvula de seguridad. (c) Tuerca de fijación, (d) Tapa de válvula, (e) Muelle de presión, (f) Pistón hexagonal, (g) Bola de acero

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.

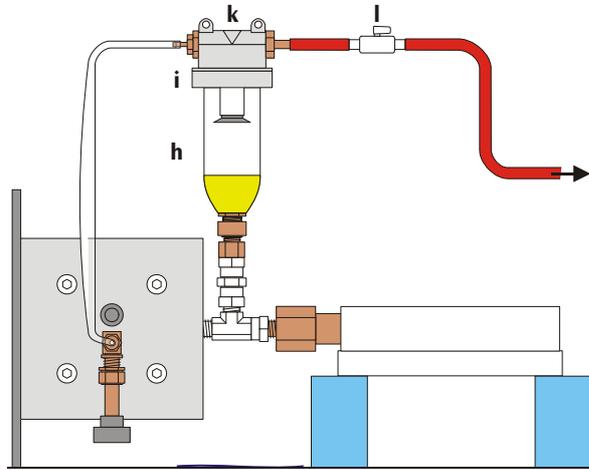


Fig. 8: Montaje del dispositivo de llenado de aceite y conexión de la bomba de vacío (h) Recipiente de aceite, (i) Tuerca de racores, (k) Tapa (l) Llave de cierre o válvula de dosificación

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 enroscan 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).

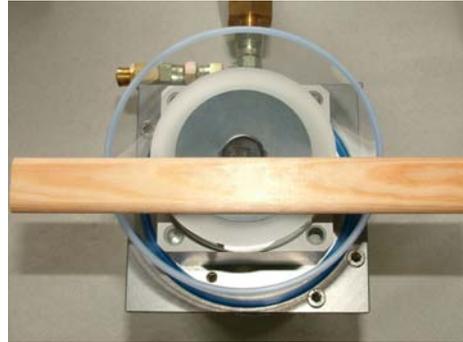


Fig. 9: Orientación de la junta de goma redonda

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).

