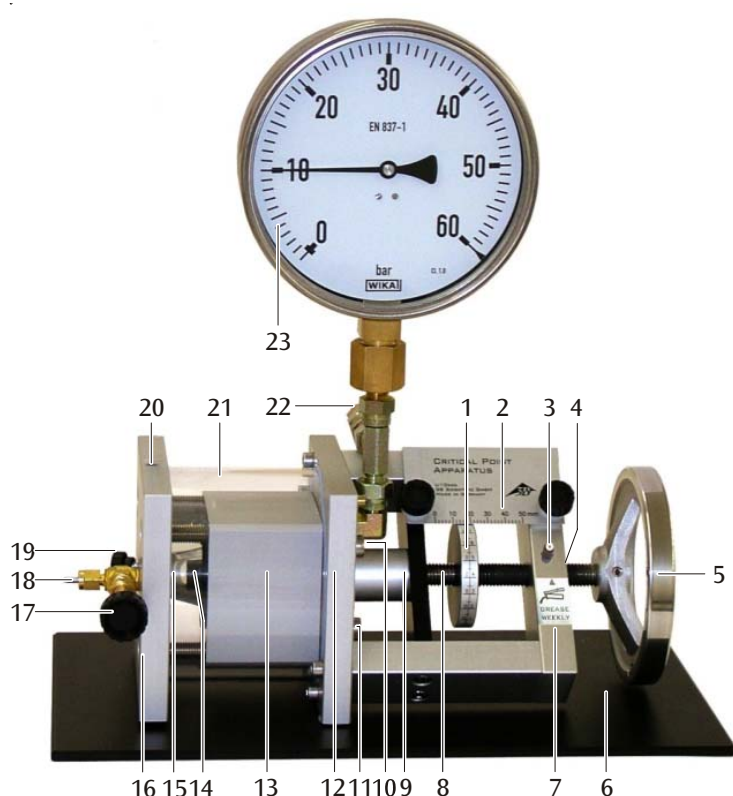


Apparecchio per il punto critico 1002670

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

Dati generali:

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

6. Calibrazione del volume

6.1 Premessa:

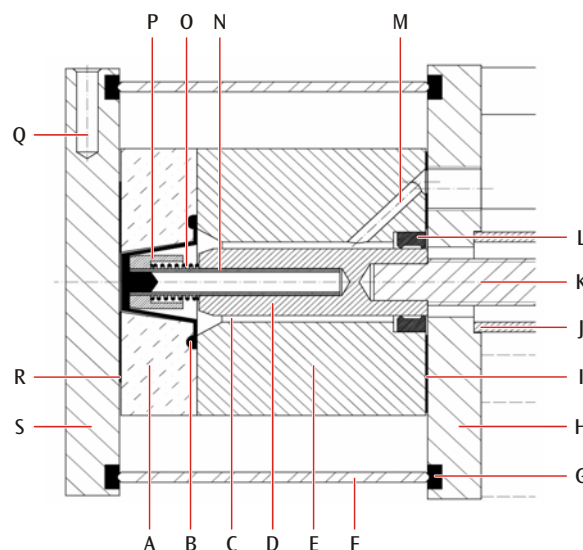


Fig. 1: Sezione dell'apparecchio con cella di misura (A), guarnizione a cappello (B), camera dell'olio (C), pistone (D), cilindro (E), rivestimento termico (F), guarnizione in silicone (G), piastra di base (H), guarnizione in gomma quadrata (I), copripistone (J), asta filettata (K), anello di tenuta (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.

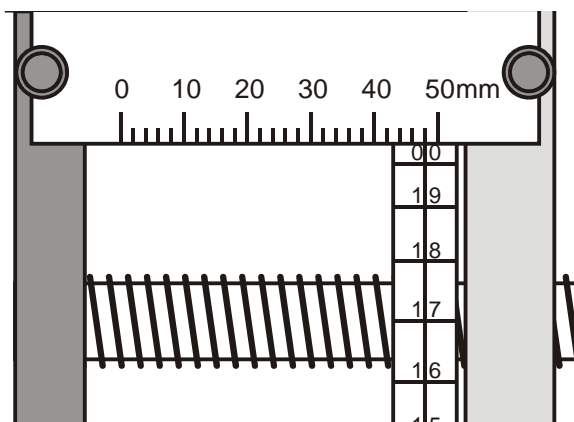


Fig. 2: Indicazione della posizione di pistone 48,0 mm

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:

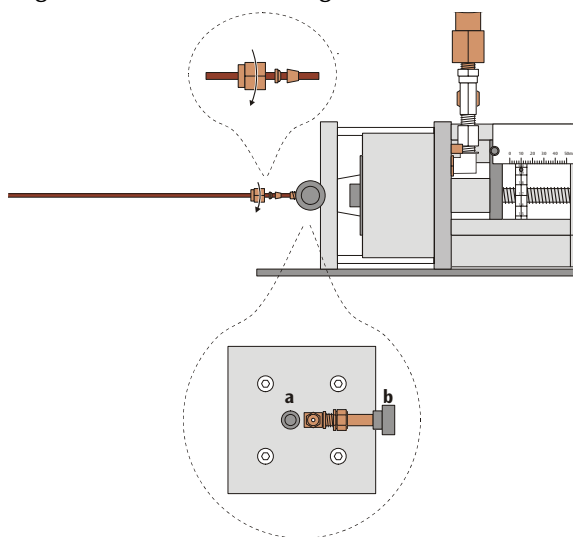


Fig. 3: Collegamento della tubazione rigida
(a) valvola di lavaggio, (b) valvola di regolazione

- 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.

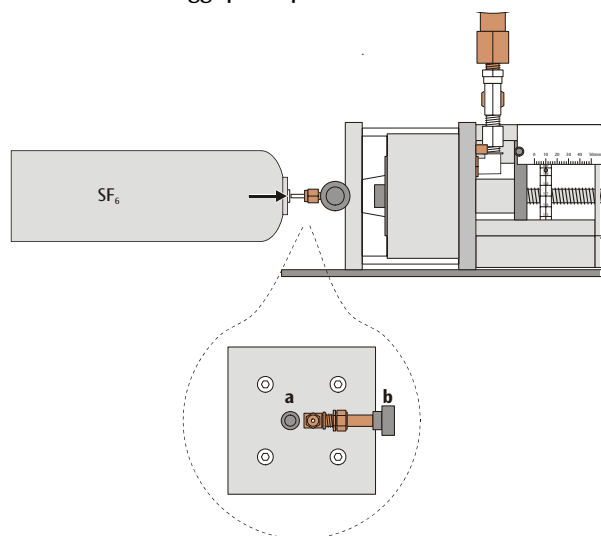


Fig. 4: Riempimento del gas di prova da una bomboletta di gas MINICAN® (a) valvola di lavaggio, (b) valvola di regolazione

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).

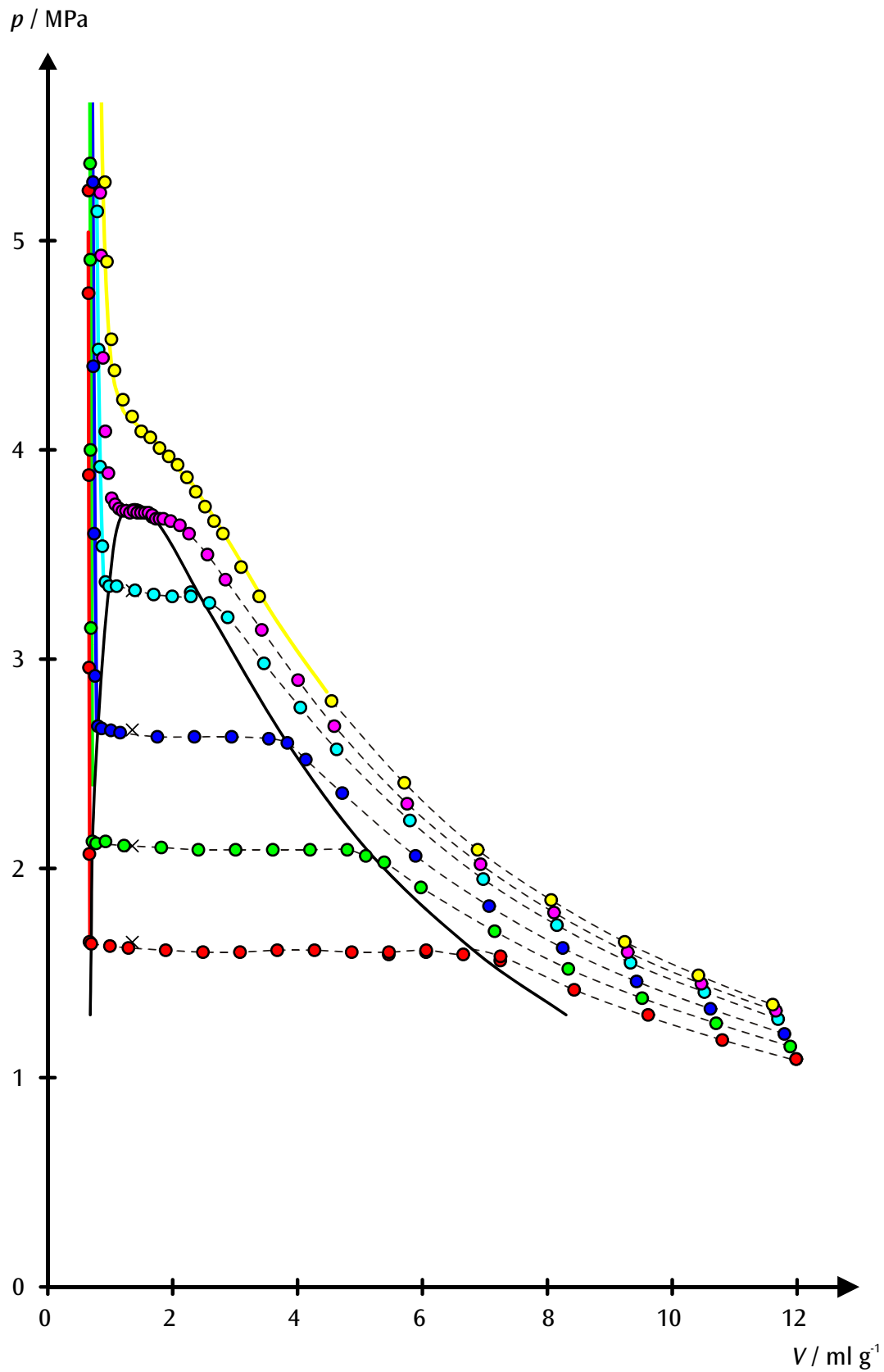


Fig. 5 Diagramma pV dell' SF_6 , misurato con l'apparecchio per il punto critico
 Valori di misura a 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) e 50°C (●),
 (—) limite della miscela di gas liquido, (×) valori della letteratura da [1] per la pressione di vapore,
 valori della letteratura da [2]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

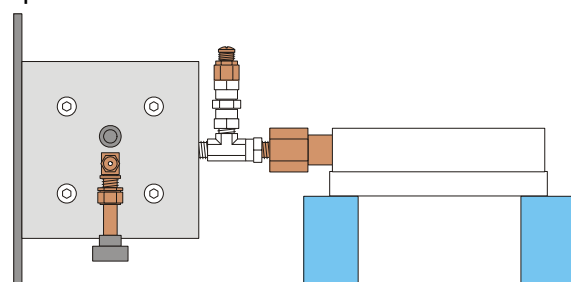


Fig. 6: Immagazzinamento dell'apparecchio per il riempimento dell'olio.

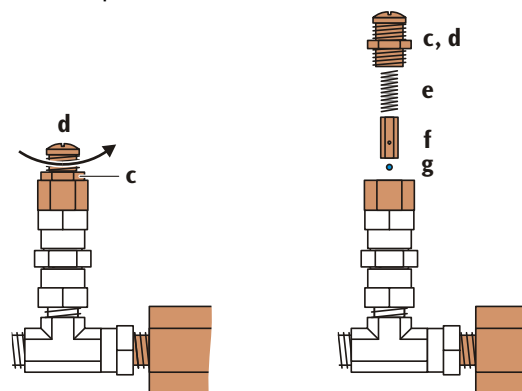


Fig. 7: Smontaggio della valvola di sicurezza.

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

Smontaggio della valvola di sicurezza:

- Allentare il controdado (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.

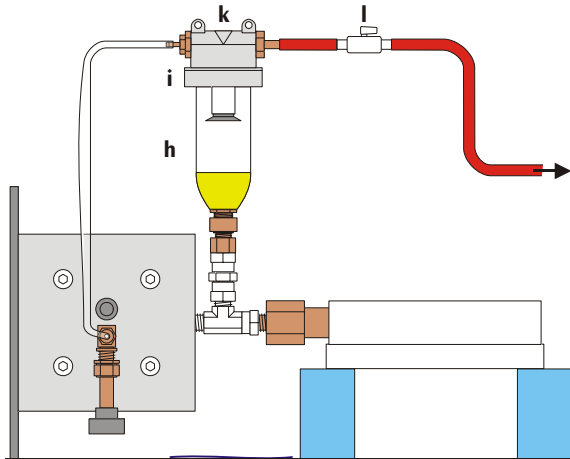


Fig. 8: Montaggio del dispositivo di riempimento dell'olio e collegamento della pompa per il vuoto (h) contenitore dell'olio, (i) dado a risvolto, (k) elemento superiore, (l) rubinetto di intercettazione

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 controdado (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 bocca 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.

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).



Fig. 9: Allineamento della guarnizione in gomma tonda

- 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).

