

Thermodynamique

Appareil point critique SF6

Réf :
201 078

Français - p 1

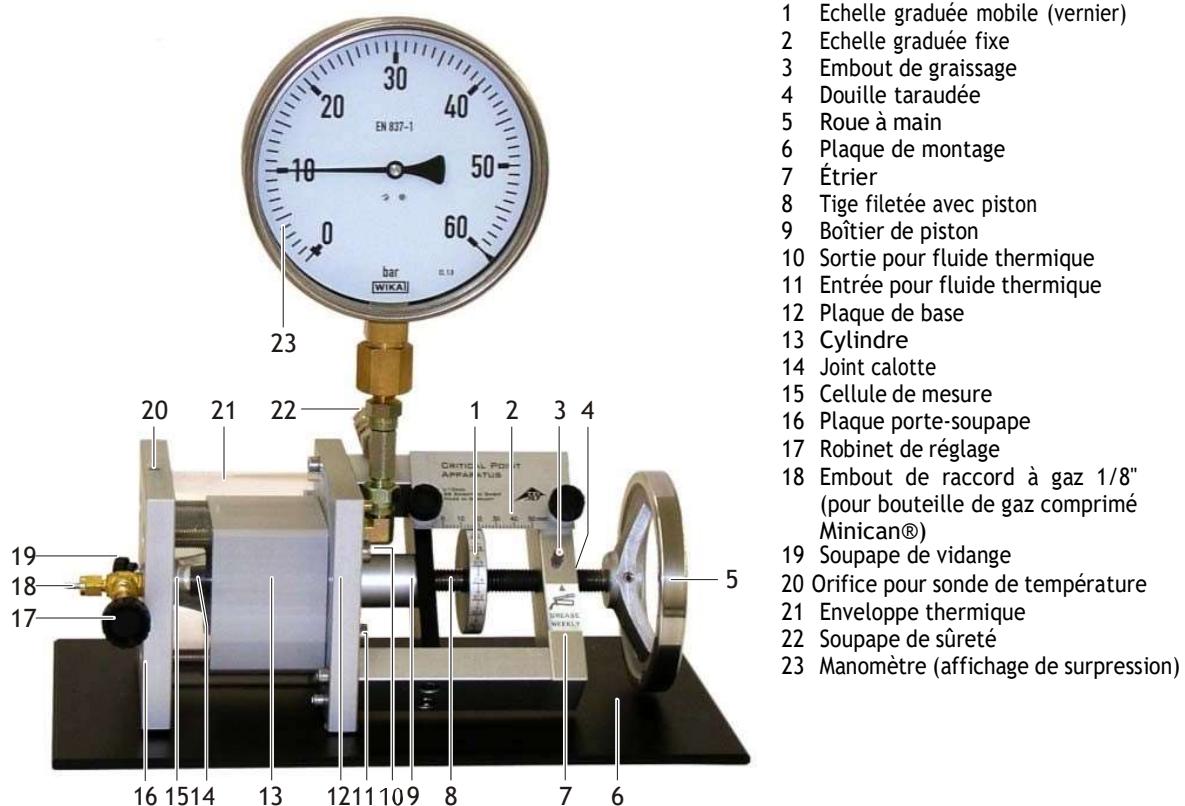
Version : 1204

Appareil point critique SF6

Appareil d'analyse du point critique réf 201078

Instructions d'utilisation

01/13 MH/JS



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 aisément 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)

6. Calibrage du volume

6.1 Remarque préliminaire :

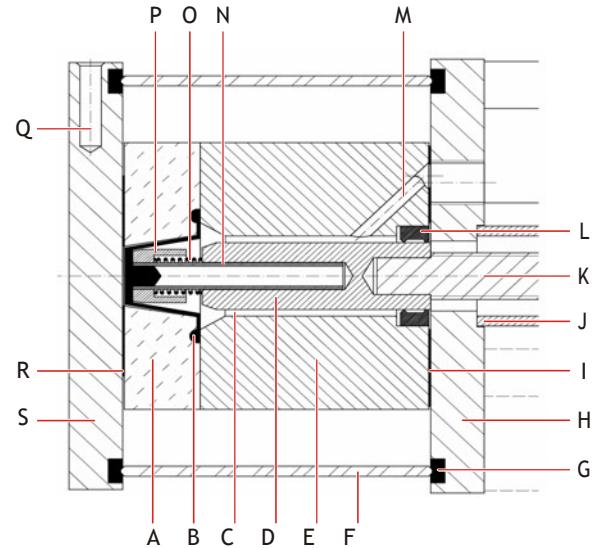


Fig. 1: Coupe de l'appareil avec cellule de mesure (A), joint calotte (B), bain d'huile (C), piston (D), cylindre (E), enveloppe thermique (F), joint en silicone (G), plaque de base (H), joint en caoutchouc carré (I), boîtier de piston (J), tige filetée (K), bague d'étanchéité (L), raccord de manomètre (M), tube conducteur (N), ressort (O), douille (P), orifice pour sonde de température (Q), joint en caoutchouc rond (R) et plaque porte-souape (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 09 et 10 sur l'échelle), ce qui permet également de la tourner autour de la tige filetée.

Données générales :

Dimensions : 380 x 200 x 400 mm³
Poids : env. 7 kg

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 :

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

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.

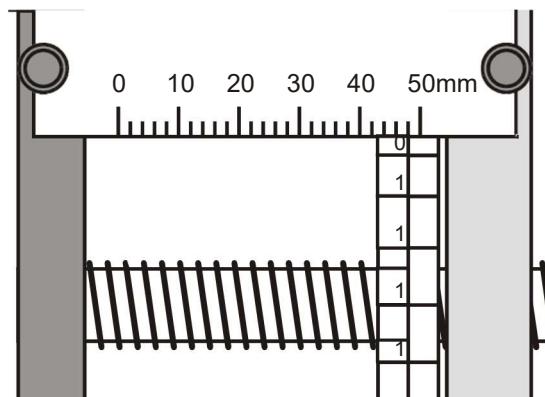


Fig. 2 : Affichage de la position du piston à 48,0 mm

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

- 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 :

$$p_0 = 1 \text{ bar}, p_1 = 16 \text{ bars}, p_1 - p_0 = 15 \text{ bars}$$

$$s_0 = 48,0 \text{ mm}, s_1 = 3,5 \text{ mm}, \Delta s = 44,5 \text{ mm}$$

ce qui donne $s_{1,corr} = 2,97 \text{ mm}$.

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_g 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 précision de mesure le manomètre doit indiquer une surpression de 0 bar).

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 :

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

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

$$p \cdot (s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_g \cdot g) \cdot A - n \cdot R = 0 \quad (10)$$

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

$$Q = \sum_{i=1}^n \left| \frac{p \cdot (s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_g \cdot g) \cdot A}{g + g_0} - n \cdot R \right|^2 \quad (11)$$

et les paramètres libres s_0 , β_p , β_g 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 Réf 251295
- 1 Sonde rigide avec poignée -50/+900 °C Réf 253102
- 2 Tuyau flexible en silicone, 5 m Réf 723272
- 1 litre de liquide de refroidissement avec additifs anticorrosifs pour moteurs en aluminium (Glysantin® 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

- 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_g 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	g	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 :

$$\beta_p = 0,023 \frac{\text{mm}}{\text{bar}} \quad \beta_g = 0,034 \frac{\text{mm}}{\text{bar}}$$

$$s_0 = 0,19 \text{ mm}, \quad p = \text{bar}, \quad g = \text{grd} \quad \text{et } n$$

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.

= 0,00288 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 m^3 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 :

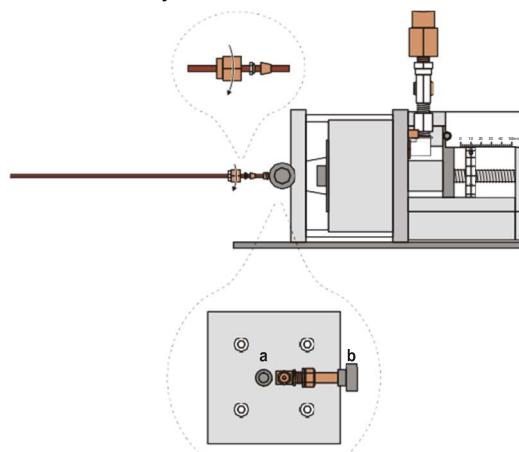


Fig. 3 : Raccord de la tuyauterie fixe

(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 déviserez 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.

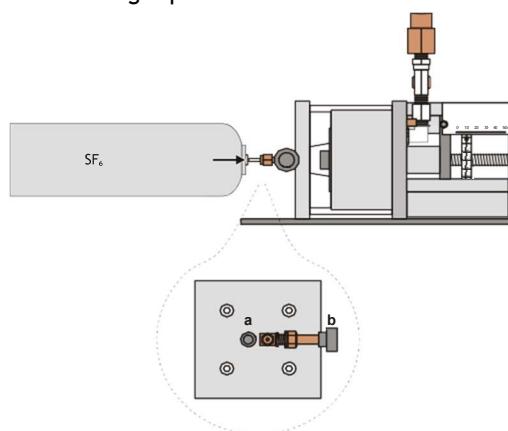


Fig. 4 : Remplissage de gaz au moyen d'une bouteille de gaz comprimé MINICAN® (a) soupape de vidange, (b) soupape de régulation

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.

(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

8. Expériences

8.1 Montage expérimental :

Equipements supplémentaires requis :

- | | |
|---|-----------------|
| 1 Thermostat d'immersion / de circulation | 1008653/1008654 |
| 1 Thermomètre numérique de poche instantané | Réf 251295 |
| 1 Sonde rigide avec poignée -50/+900 °C | Réf 253102 |
| 2 Tuyau flexible en silicone, 5 m | Réf 723272 |
| 1 litre de liquide de refroidissement avec additifs anticorrosifs pour moteurs en aluminium | |

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 ϱ , 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).

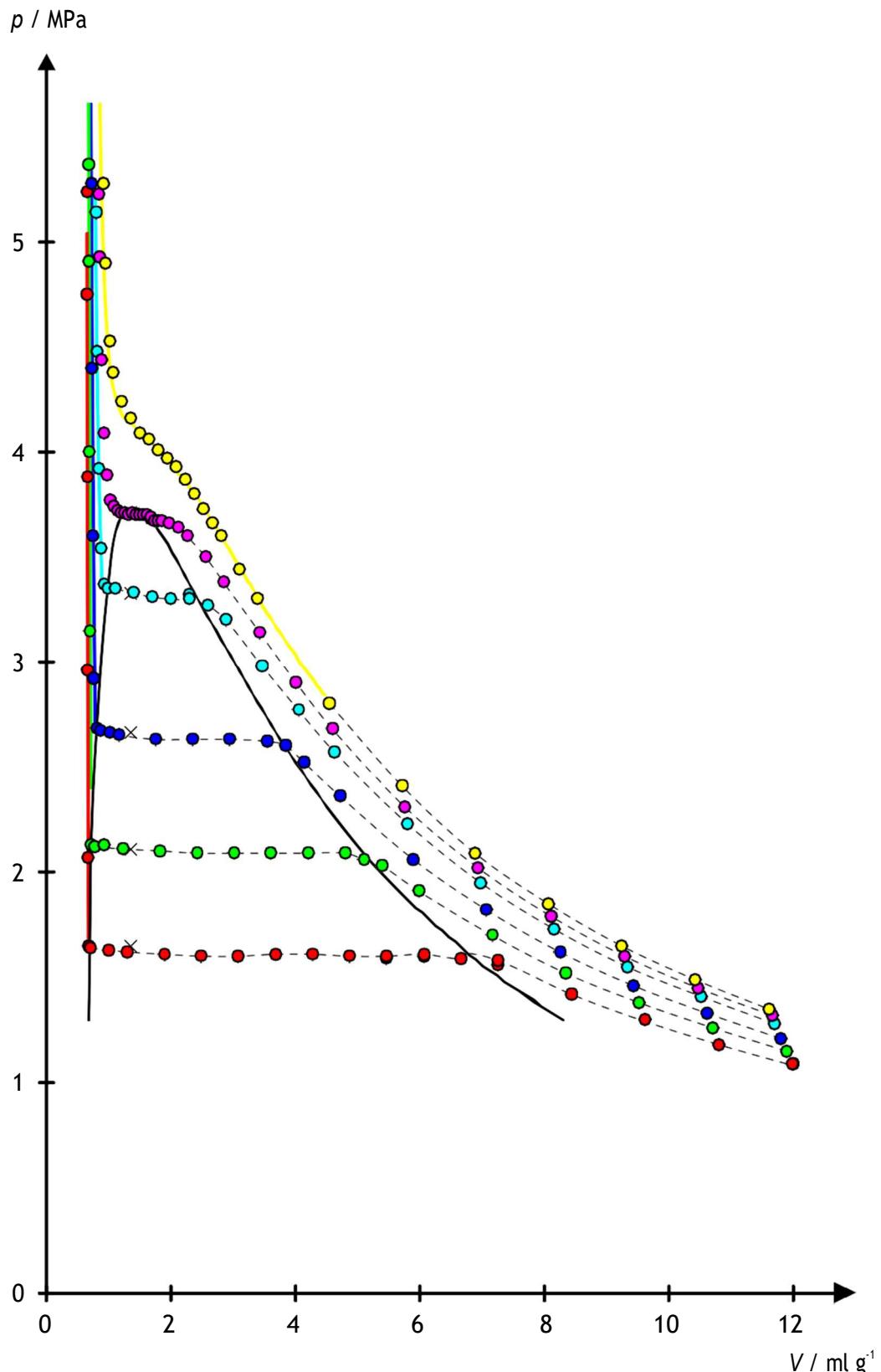


Fig. 5 Diagramme pV de SF_6 , mesuré avec l'appareil d'analyse du point critique
 valeurs mesurées à 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) et 50°C (●),
 (—) Ligne de séparation du mélange liquide-gaz, (×) valeurs de référence tirées de [1] pour la pression de la vapeur,
 Valeurs de référence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

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.

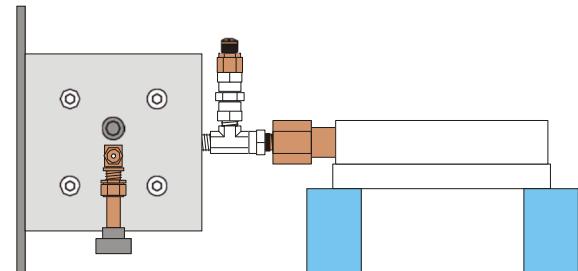


Fig. 6 : Stockage de l'appareil pour le remplissage de l'huile

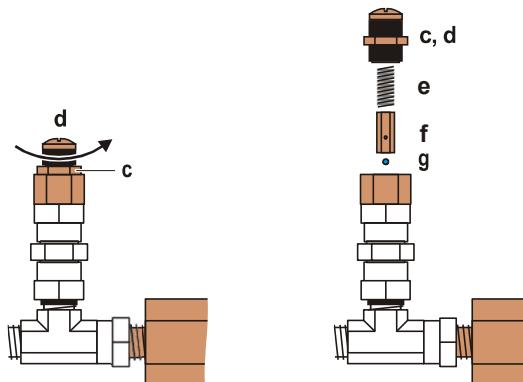


Fig. 7 : Démontage de la soupape de sûreté.
(c) contre-écrou, (d) capuchon de valve, (e) ressort à pression, (f) piston hexagonal, (g) bille d'acier

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.

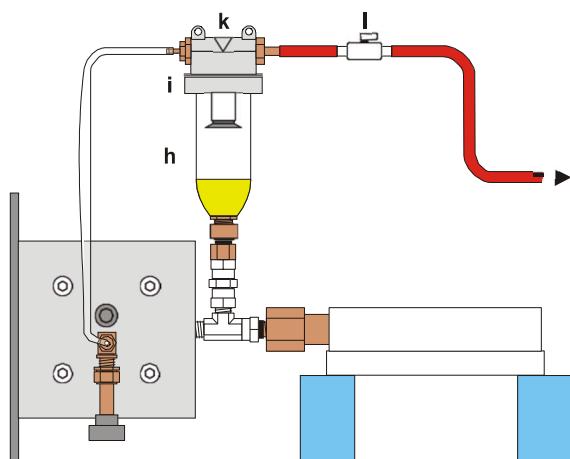


Fig. 8 : Montage du dispositif de remplissage d'huile et branchement de la pompe à vide (h) réservoir d'huile, (i) écrou-raccord, (k) garniture, (l) robinet de retenue (ou robinet à trois voies)

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 bâlier, 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 coincide 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 (pince) 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, desserez 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.
- Desserrer 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-souape, 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-souape 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-souape (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-souape.
- 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).

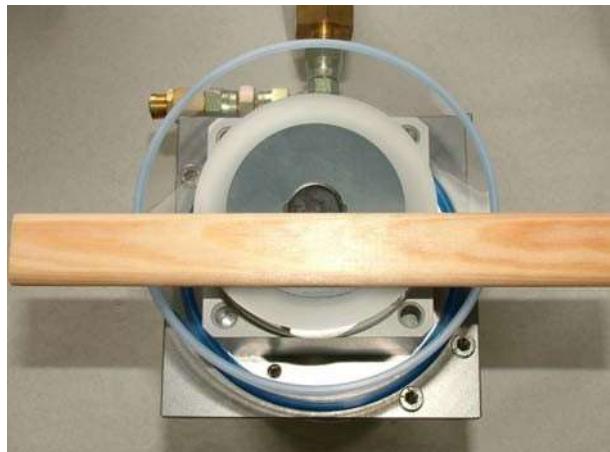


Fig. 9 : Positionnement du joint en caoutchouc rond

- Placer la plaque porte-souape, 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).
- Réglér la souape de sûreté (voir chapitre 10).
- Réaliser un nouveau calibrage de volume (voir chapitre 6).

Assistance technique en direct

Une équipe d'experts
à votre disposition
du lundi au vendredi
de 8h30 à 17h30

- Vous recherchez une information technique ?
- Vous souhaitez un conseil d'utilisation ?
- Vous avez besoin d'un diagnostic urgent ?

Nous prenons en charge
immédiatement votre appel
pour vous apporter une réponse
adaptée à votre domaine
d'expérimentation :
Sciences de la Vie et de la Terre,
Physique, Chimie, Technologie.

Service gratuit*

0 825 563 563 choix n°3**

* Hors coût d'appel. 0,15 € TTC/min à partir d'un poste fixe.
** Numéro valable uniquement pour la France
métropolitaine et la Corse. Pour les DOM-TOM et les EEE,
composez le +33 2 32 29 40 50.

Aide en ligne
FAQ.jeulin.fr

Direct connection for technical support

A team of experts
at your disposal
from Monday to Friday
(opening hours)

- You're looking for technical information ?
- You wish advice for use ?
- You need an urgent diagnosis ?

We take in charge your request
immediately to provide you
with the right answers regarding
your activity field : Biology, Physics,
Chemistry, Technology.

Free service*

+33 2 32 29 40 50**

* Call cost not included.
** Only for call from foreign countries.

