

Perfekcyjny pomiar gęstości

Barbara Laky

Anton Paar GmbH

Od roku 1967 Anton Paar GmbH specjalizuje się w dostarczaniu najwyższej jakości gęstościomierzy dla nauki i przemysłu, opracowanych we współpracy z Labor für Messtechnik Dr. H. Stabinger GmbH, Graz. Wytyczne „Dobry pomiar gęstości” stanowią podsumowanie doświadczeń i spostrzeżeń z zakresu praktyki pomiarowej zebranych na przestrzeni ponad 40 lat.

Dobry pomiar gęstości™ wymaga uwagi w 5 podstawowych obszarach: sprawdzenie na wodzie, regulacja, przygotowanie próbki, napełnianie próbki oraz czyszczenie. Postępowanie zgodne z niniejszymi wytycznymi pozwoli na uzyskanie dokładnych i powtarzalnych wyników dotyczących gęstości:

- czyszczenie – należy usunąć próbkę z celi pomiarowej bezpośrednio po pomiarze i regularnie czyścić urządzenie pomiarowe;
- sprawdzenie na wodzie – należy je przeprowadzać każdego dnia przed rozpoczęciem pomiarów;
- regulacja – jeśli sprawdzenie na wodzie się nie powiedzie i czyszczenie nie pomoże, należy przeprowadzić regulację za pomocą sprawdzenia na powietrzu i wodzie;

- przygotowanie próbki – aby uzyskać powtarzalne wyniki próbki należy przygotowywać z uwagą i za każdym razem w ten sam sposób;
- napełnianie próbki – celę pomiarową należy napełniać ostrożnie, nie dopuszczając do powstania pęcherzyków powietrza.

Sprawdzenie na wodzie

W przypadku przeprowadzania kontroli gęstości w regularnych odstępach czasu można zapewnić wysoką i stabilną dokładność pomiarów gęstości i stężeń. Po pierwsze, należy wprowadzić ultra-czystą (np. podwójnie destylowaną lub dejonizowaną), świeżo odgazowaną wodę do komory pomiarowej i rozpocząć pomiar. Określoną gęstość należy porównać z wartością referencyjną:



Gęstościomierze
Anton Paar Serii M

gęstość (woda) = 0,998203 g/cm³ | dla T = 20°C

Sprawdzenie na wodzie nie jest zakończone sukcesem, jeśli zmierzona wartość gęstości nie mieści się w wymaganym zakresie tolerancji. Zakres tolerancji zależy od zastosowania i jest bardziej rygorystyczny np. w przemyśle farmaceutycznym, niż w przemyśle napojów bezalkoholowych. Wspólna granica tolerancji dla napojów bezalkoholowych wynosi np. $\pm 1 \times 10^{-4}$ g/cm³. Oznacza to, że sprawdzenie na wodzie jest prawidłowe, jeżeli określona gęstość mieści się w granicach pomiędzy 0,9981 g/cm³ a 0,9983 g/cm³. Jeśli sprawdzenie na wodzie nie powiedzie się, należy je powtórzyć z użyciem świeżej ultra-czystej wody. Jeśli to nie pomoże, należy dokładnie oczyścić komorę pomiarową, następnie powtórzyć sprawdzenie stosując świeżą ultra-czystą wodę. Jeśli takie działanie ponownie nie zakończy się sukcesem, należy przeprowadzić regulację za pomocą powietrza/wody. Sprawdzenie na wodzie powinno być wykonywane codziennie przed pierwszym pomiarem.

Regulacja

Regulacja powoduje zmiany stałych wartości urządzenia. Dla uzyskania spójności i porównywalności wyników, regulacja powinna być przeprowadzana jedynie, jeżeli nie powiedzie się sprawdzenie na wodzie i nie pomoże zastosowanie świeżej wody oraz czyszczenie komory pomiarowej.

Powszechnie stosowane media do regulacji to suche powietrze i ultra-czysta (np. podwójnie destylowana), świeżo odgazowana woda. Należy śledzić procedury automatycznej regulacji na urządzeniu i dokonać wpisu w rejestrze regulacji. Powody, dla których należy skompensować skutki uboczne czyszczenia za pomocą regulacji, podane są w tabeli 1.

Powód	Efekt	Wpływ na gęstość
Czyszczenie agresywne	Objętość komory pomiarowej wzrasta	Sztuczny spadek gęstości
Nieefektywne czyszczenie	Objętość komory pomiarowej maleje	Sztuczny wzrost gęstości

TAB. 1
Powody, dla których niezbędna jest regulacja

Przygotowanie próbki

Sposób przygotowania próbki należy wybrać zgodnie z charakterystyką próbki, tj. należy wziąć pod uwagę, czy zawiera ona gazy, czy jest agresywna, lepka bądź lotna. Aby uzyskać powtarzalne wyniki, próbki należy przygotowywać uważnie i za każdym razem w ten sam sposób.

Próbki zawierające gazy

Istnieją różne sposoby odgazowania próbek ciekłych. Najlepsza do zastosowania metoda zależy od rodzaju próby, gazu oraz ilości gazu, który jest rozpuszczony w próbce. Należy być świadomym faktu, że skład wielu próbek może ulec niewielkim zmianom podczas przygotowania próbki z powodu odparowania składników lotnych.

- mieszanie/wytrząsanie (dotyczy CO₂) – należy energicznie mieszać/wytrząsać próbkę przez kilka minut, aż do chwili kiedy nie pojawiają się nowe pęcherzyki; aby uzyskać lepszy efekt odgazowania, można również przesączyć próbkę przez bibułę filtracyjną po wymieszaniu;
- łaźnia ultradźwiękowa (dotyczy powietrza, lecz nie CO₂) – należy umieścić próbkę w łaźni ultradźwiękowej na około 5 do 10 minut, do chwili kiedy zakończy się formowanie pęcherzyków;
- zagotowanie (dotyczy powietrza, lecz nie CO₂) – należy gotować płyn przez kilka minut do usunięcia rozpuszczonego powietrza; czystą kolbę szklaną należy wypełnić zagotowanym płynem i przykryć; poczekać, aż płyn się ochłodzi do temperatury bliskiej temperaturze pomiaru.

Próbki agresywne

Należy przestrzegać wszystkich przepisów bezpieczeństwa dotyczących postępowania z próbkami, czyszczenia, płukania i popłuczyn. Przed rozpoczęciem pomiarów należy sprawdzić odporność chemiczną wszystkich materiałów, które wchodzi w kontakt z próbką.

Próbki lepkie

Aby uzyskać niższą lepkość, próbkę należy ogrzać. W przypadku bardzo lepkich próbek należy zastosować nasadkę grzewczą, aby zapobiec zestaleniu próbki na wejściu i wyjściu celi pomiarowej. W przypadku stosowania systemu automatycznego napełniania próbek należy sprawdzić czy lepkość odpowiada podanym specyfikacjom.

Próbki lotne

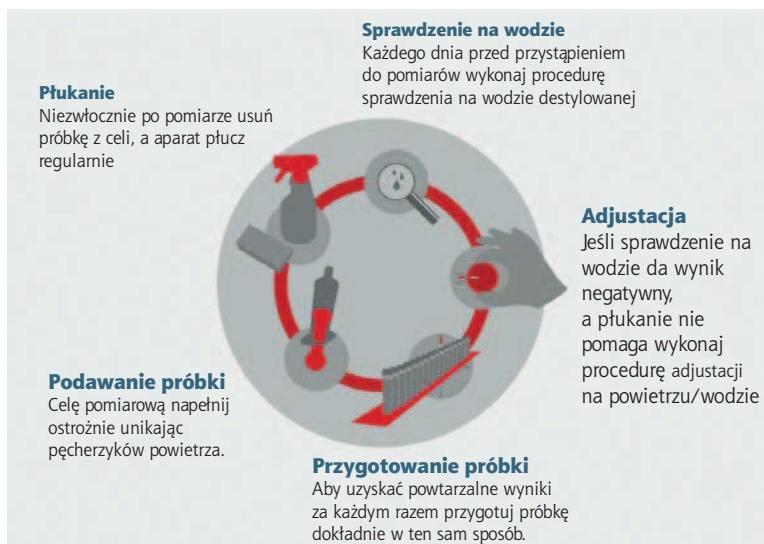
Kuwety z próbkami należy zamknąć nakrętką. Kuwetę należy delikatnie obracać, aby skondensowane krople powróciły do płynu. W przypadku bardzo lotnych próbek należy zastosować urządzenie do napełniania próbek z napełnianiem próbki pod ciśnieniem.

Napełnianie próbki

Celę pomiarową należy napełnić ostrożnie i bez pęcherzyków.

Automatyczne napełnianie za pomocą podajnika próbek

Najlepszym wyjściem jest napełnianie celi pomiarowej za pomocą automatycznego podajnika próbek, gdyż zapewnia to, że napełnienie jest za każdym razem takie samo i nie jest zależne od operatora. Jest to najlepszy sposób zapewniający uzyskanie powtarzalnych wyników. Nawet krytyczne próbki, np. bardzo lepkie lub próbki ze składnikami lotnymi, są napełniane bez problemów. Niektóre automatyczne podajniki próbek zapewniają automatyczne czyszczenie.



Pięć głównych zasad perfekcyjnego pomiaru gęstości

Najpierw należy napełnić próbki w odpowiednich kuwetach i przygotować zasobnik z kuwetami. Jeśli podajnik posiada czyszczenie automatyczne, należy zapewnić dostępność odpowiedniego płynu czyszczącego dostosowanego do mierzonej próbki. Przed rozpoczęciem nowej serii pomiarów należy:

- opróżnić pojemnik na odpady;
- sprawdzić ustawienia urządzenia;
- przygotować listę próbek do urządzenia.

Teraz można rozpocząć pomiary.

Ręczne napełnianie za pomocą strzykawki

Stosowanie strzykawki jest tradycyjnym sposobem napełniania próbki w gęstościomierzu. Wymaga to pewnego treningu, aby osiągnąć powtarzalne wyniki i uniknąć powstawania pęcherzyków w celi pomiarowej. Zaleca się stosowanie za każdym razem tego samego rodzaju strzykawki. Strzykawkę należy umieścić na łączniku w ten sposób, aby jej końcówka była skierowana w dół. Wszystkie pęcherzyki w próbce przemieszczą się w górę i nie zostaną wprowadzone do celi pomiarowej. Tłoczek należy wciskać płynnie i bez zatrzymywania. Nie należy całkowicie opróżniać strzykawki. Przed rozpoczęciem pomiaru trzeba sprawdzić ustawienia urządzenia i czy komora pomiarowa nie zawiera pęcherzyków.

W przypadku materiałów o konsystencji pasty, zawsze należy stosować strzykawkę. Jeżeli próbki mają bardzo dużą lepkość, można wprowadzić je do strzykawki wyciągając całkowicie tłok ze strzykawki i napełnić ją od tyłu za pomocą łyżki, a następnie włożyć tłok ponownie.

Czyszczenie

Celę pomiarową należy czyścić i suszyć przynajmniej po każdym dniu pracy lub po każdej zmianie. Częstsze czyszczenie może być niezbędne, jeśli:

- wykonywana jest regulacja;
- dokonywane są pomiary próbki, która nie jest

mieszalna z poprzednią próbą (np. woda po próbie petrochemicznej);

- požądane jest użycie minimalnej ilości próbki w pomiarze;
- mierzona jest próbka, która reaguje chemicznie z poprzednią próbką.

Najlepszym sposobem na czyszczenie urządzenia jest zastosowanie automatycznego podajnika próbek z opcją automatycznego czyszczenia. W tym przypadku należy upewnić się, że zastosowane płyny czyszczące są odpowiednie dla rodzaju próbki.

Do czyszczenia celi pomiarowej należy użyć 2 płynów czyszczących. Płyn czyszczący 1 rozpuszcza i usuwa pozostałości próbki z celi pomiarowej. Musi być dobrym rozpuszczalnikiem dla wszystkich składników próbki. Płyn czyszczący 2 usuwa płyn czyszczący 1 i można go w łatwy sposób odparować za pomocą strumienia suchego powietrza w celu przyspieszenia suszenia komory.

Płyn czyszczący 2 musi być dobrym rozpuszczalnikiem dla płynu czyszczącego 1. Zalecenia przedstawiono w tabeli 2.

Próbka	Płyn czyszczący 1	Płyn czyszczący 2
Piwo	Woda, enzymatyczny laboratoryjny środek czyszczący	Alkohol
Brzeczka piwna	Woda, enzymatyczny laboratoryjny środek czyszczący	Alkohol
Mleko, śmietana	Woda, enzymatyczny laboratoryjny środek czyszczący	Alkohol
Sok pomarańczowy	Woda	Alkohol
Wódka	Alkohol	
Napoje bezalkoholowe	Woda	Alkohol

TAB. 2
Płyny czyszczące zalecane dla prób

Komorę pomiarową należy osuszyć aktywując wewnętrzną pompę powietrza. Następnie należy sprawdzić, czy czyszczenie i suszenie zakończyły się powodzeniem dokonując pomiaru gęstości powietrza (= sprawdzenie na powietrzu). Określoną gęstość należy porównać z wartością referencyjną:

$$\text{gęstość (powietrze)} = 0,001199 \text{ g/cm}^3 \text{ dla } T = 20^\circ\text{C}, p = 1013 \text{ mbar}$$

Próbkę należy usunąć z komory pomiarowej natychmiast po pomiarze i regularnie czyścić urządzenie.

* * *

Najważniejsze terminy dotyczące pomiarów gęstości można znaleźć w glosariuszu www.brauweltinternational.com – „Service/Downloads” oraz na stronie www.good-density-measurement.com

Firma AntonPaar GmbH opracowała interaktywny i zabawny e-kurs. Darmowa płyta CD z kursem „Podstawy pomiarów gęstości” dostępna jest przez stronę www.anton-paar.com