

SIVI YOĞUNLUKLARININ BİRİNCİL SEVİYEDE BELİRLENMESİNİ SAĞLAYAN ÖLÇÜM DÜZENEGİ

Haldun DİZDAR
Ümit Y. AKÇADAĞ
Orhan SAKARYA

ÖZET

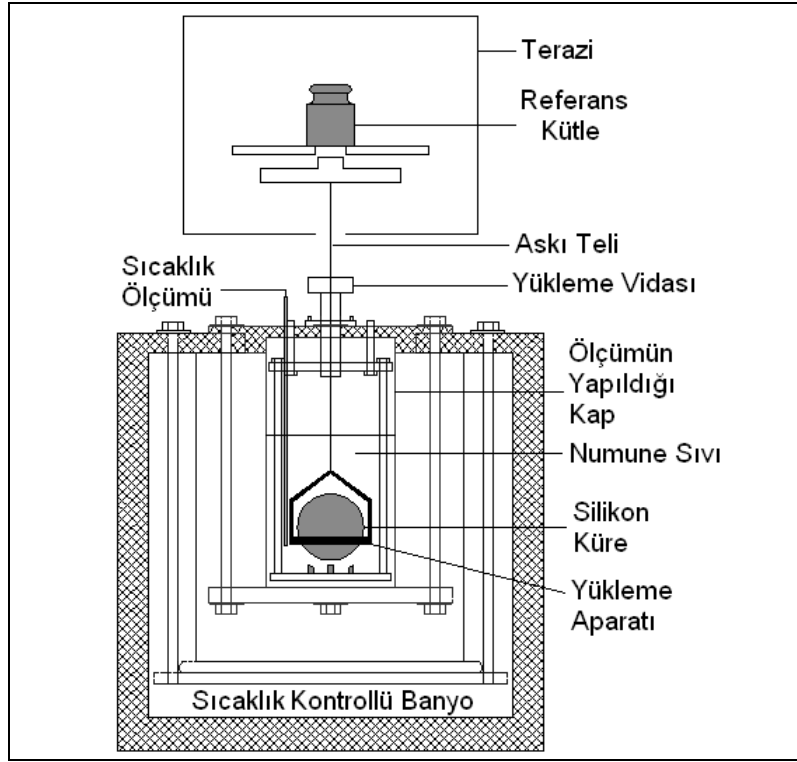
Endüstride, sıvı yoğunluğunun yüksek hassasiyetle ölçümü, başta petrol olmak üzere kimya ve ilaç sektörü için oldukça önemli bir sorundur. Hacim – Yoğunluk metrolojisinde önemli bir yere sahip olan sıvı yoğunluğunun birincil seviyede belirlenmesi konusu kapsamında, TÜBİTAK UME Hacim Yoğunluk Laboratuvarında hidrostatik tartım sistemini esas alan bir ölçüm düzeneği kurulmuştur. Bu ölçüm düzeneği kullanılarak, seçilen dört farklı sıvının çeşitli sıcaklık değerlerindeki yoğunlukları yüksek tekrarlanabilirlik ve düşük belirsizlik değerleriyle belirlenmiştir.

1. GİRİŞ

Hacim – Yoğunluk metrolojisinde oldukça önemli konuma sahip olan sıvı yoğunluğunun yüksek hassasiyetle belirlenmesi konusu kapsamında, şekil 1 ve 2’de resmi ve şematik resmi verilen ölçüm düzeneği oluşturulmuştur. Düzenekte ölçüm ortamının sıcaklık kararlılığı; 70 litre kapasiteli ısıtma banyosu ile 8 litre kapasiteli soğutma banyosunun eş zamanlı olarak çalıştırılmasıyla sağlanmıştır. Banyo sıcaklıkları, PT 100 sensörleri kullanılmak suretiyle ölçülmüştür. Ölçümler hidrostatik tartım sistemini esas alacak şekilde gravimetrik yöntemle gerçekleştirilmiştir. Bu nedenle, ölçüm düzeneğinde, maksimum kapasitesi 400 g, okunabilirliği 0,1 mg olan tek kefeli ve kefe altında bulunan kanca ile hidrostatik tartım sistemine uygun olarak çalışabilen bir terazi kullanılmıştır. Ayrıca ölçümlerde, referans malzeme olarak 58 mm çapında, silikon küre ve nominal değerleri 1 mg ile 100 g arasında değişen referans kütleler kullanılmıştır. Yoğunluğu belirlenecek sıvının ölçüm ortamındaki sıcaklığı, okunabilirliği 0,0001 °C ve ölçüm belirsizliği 0,015 °C olan sayısal termometre ile belirlenmiştir. Ölçümler esnasında sıvı yüzeyinde en uygun menüsküsün oluşturulabilmesi için 0,15 mm çapında platin – iridyum malzemesinden yapılmış tel kullanılmıştır. Primer düzeyde yoğunluğu belirlenecek sıvıların ölçümler boyunca buharlaşmasını önlemek amacıyla ölçüm sistemi fleksi glass kapaklar ile kapatılmıştır.



Şekil 1. Ölçüm Düzeneğinin Resmi



Şekil 2. Ölçüm Düzeneginin Şematik Gösterimi

2. ÖLÇÜMLER

Yoğunluğu belirlenecek olan sıvılar, iklim koşulları (sıcaklık ve nem) kontrol edilebilen laboratuvar ortamında ortalama iki gün süresince bekletilerek ölçümler öncesi ısıl denge durumuna getirildi.

Ölçümlerde kullanılacak olan temel cihazların kalibrasyonu ve ölçüm düzenegindeki kritik parçaların çeşitli kimyasal sıvılar ile temizliği yapıldı. Sırasıyla; saf suyun (20 °C'deki), pentadekanın (20 °C, 15 °C, 40 °C, 60 °C, 20 °C'deki), viskozite yağının (20 °C'deki), tetrakloretilenin (20 °C, 5 °C'deki) yoğunlukları belirtilen sıcaklık değerlerinde belirlendi.

Ölçümler öncesinde saf su, ısıtma ve ultrasonik yöntemler ile içerisindeki hava kabarcıklarından arındırılmaya çalışıldı. Ölçümlerde öncelikle askı teli ve yükleme aparatının darası alındı, daha sonra istenen sıcaklık değerinde yoğunluğu belirlenecek sıvı içerisinde hidrostatik tartım sistemine göre tartım değeri okunan silikon kürenin kütesine eş referans kütle seçimi gerçekleştirildi. Yerine geçirme yöntemine göre (N-P-P-N) kütle tartım işlemleri yapıldı. Tartım işlemi boyunca silikon kürenin kefeye yüklenmesi ve kefedenden alınması yükleme vidası ve buna bağlı yükleme aparatının kullanılması ile sağlandı. Her bir ölçüm çevriminin başında ve sonunda sıvı sıcaklık değerleri ile ölçüm anındaki laboratuvar ortamının sıcaklık, basınç ve nem değerleri kaydedildi. Her bir sıvı için istenen sıcaklık değerlerinde on çevrim alınıp ölçümler tamamlandı.

3. ÖLÇÜM SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Ölçümler sonucu, sıvı yoğunluğunun birincil seviyede belirlenmesi için (1) nolu formülden yararlanıldı.

$$\rho = \frac{m_K + \rho_L \cdot V_D - \frac{g_g}{g_{Si}} \cdot \left[W \cdot \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_K} \right) + W_G \cdot \frac{\left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_K} \right)}{\left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G} \right)} - V_G \cdot \rho_L \right]}{V_K - V_D} \quad (1)$$

Bu formülde ifade edilen parametreler sırasıyla;

ρ_K : Ölçümlerde kullanılan referans kütlelerin yoğunluğu; (8000 kg/m³)

p_0 : Referans basınç değeri, 1013,25 mbar

m_K : Ölçümlerde kullanılan silikon kürenin kütle değeri,

V_{K0} : Silikon kürenin $t_0 = 20$ °C'deki hacim değeri, $V_{K0} = V_K(t_0)$

$\Delta V_K(t)$: Silikon kürenin ısı genleşme katsayısı, $\Delta V_K(t) = V_K(t) - V_K(t_0)$.

κ_K : Silikon kürenin sabit sıcaklıktaki sıkıştırılabilirliği,

W_G : Referans kütlelerin kütle değerleri,

V_G : Referans kütlelerin hacim değerleri,

T : Sıvının sıcaklığı,

t : Referans sıcaklık,

γ_{liquid} : Sıvının ısı genleşme katsayısı,

κ_{liquid} : Sıvının sabit sıcaklıktaki sıkıştırılabilirliği,

W : Silikon kürenin sıvı içerisindeki tartım değeri,

ρ_L : Hava yoğunluğu,

g_g : Referans kütleyle etkileyen yerçekimi ivmesi,

g_{Si} : Silikon küreye etkileyen yerçekimi ivmesi,

değerlerini ifade etmektedir. Ölçümler süresince istenen sıcaklık ve basınç değerindeki sıvı yoğunluğu (2) nolu formülün kullanılması ile sağlandı:

$$\rho(t, p_0) = (\rho(t_K) - \gamma_{liquid} \cdot (T - t)) \cdot (1 + \kappa_{liquid} \cdot (p_0 - p_K)) \quad (2)$$

Hesaplamalarda, silikon kürenin hacminin sıcaklık ve basınç değerlerine olan bağımlılığı (3) ve (4) nolu eşitliklere göre gerçekleştirildi.

$$V_K(t, p) = (V_{K0} + \Delta V_K(t)) \cdot (1 - \kappa_K \cdot (p - p_0)), \quad (3)$$

$$\Delta V_K(t) = V_{K0} \cdot \left(1 + A_1 \cdot (T - t_0) + A_2 \cdot (T - t_0)^2 + A_3 \cdot (T - t_0)^3 + A_4 \cdot (T - t_0)^4\right) - V_{K0} \quad (4)$$

(4) nolu formülde yer alan A katsayıları, Okaji tarafından ortaya konan silikon kürenin $t_0 = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ 'deki doğrusal ısıl genişmesi denkleminden elde edildi. Buna göre katsayılar;

$A_1 = 8 \cdot 10^{-6}$, $A_2 = 1 \cdot 10^{-8}$, $A_3 = -3 \cdot 10^{-11}$, $A_4 = 5 \cdot 10^{-14}$ şeklindedir.

SONUÇLAR

Bu çalışmada, GUM [3] ve EA-4/02 dokümanlarına uygun olarak belirsizlik analizi gerçekleştirilmiştir. Ölçüm sonucu elde edilen yoğunluk değerlerinin belirsizlikleri genişletilmiş belirsizlik olup, %95 güvenilirlik düzeyine sahiptir. Literatüre göre pentadekan sıvısının $15 \text{ }^\circ\text{C}$ 'deki ortalama yoğunluk değeri $772,2907 \text{ kg/m}^3$ 'tür. Yapılan ölçümler sonucu, pentadekan sıvısının $15 \text{ }^\circ\text{C}$ deki yoğunluğunun belirlenmesi kapsamında elde edilen değerler tablo 1'de verilmiştir. Tablo 2'de bu sıvının $15 \text{ }^\circ\text{C}$ 'deki yoğunluğunun belirlenmesi bağlamında oluşturulan belirsizlik bütçesi detaylandırılmıştır.

Tablo 1. Pentadekan Sıvısının $15 \text{ }^\circ\text{C}$ ' de Belirlenen Yoğunluğu

| | | |
|---|----------|------------------|
| Amaçlanan sıvı sıcaklığı değeri | 15 | $^\circ\text{C}$ |
| Ölçümde kullanılan referans kütlelerin nominal değeri | 159,1920 | g |
| Silikon kürenin tartım değeri | 159,1913 | g |
| Ölçüm boyunca sıvının sıcaklığı | 15,0026 | $^\circ\text{C}$ |
| Ölçüm süresince belirlenen ortalama basınç değeri | 995,87 | mbar |
| Bu sıcaklık ve basınç değerinde pentadekanın literatürde belirtilen yoğunluğu | 772,2907 | kg/m^3 |
| Ölçülen sıcaklık ve basınçtaki sıvı yoğunluğu (101325 Pa) | 772,2889 | kg/m^3 |
| Standart sapma | 0,00168 | kg/m^3 |
| Ölçüm sayısı | 10 | |

Tablo 2. 15 °C' deki Pentadekanın Yoğunluğunun Belirlenmesi Kapsamında Oluşturulan Belirsizlik Bütçesi

| BELİRSİZLİK BÜTÇESİ | | | | | | |
|---|------------|-----------------------|----------------------|-----------------------|---------------------|----------------------------------|
| Etkiyen Büyüklük | Değer | Birim | Standart Belirsizlik | Birim | Serbestlik Derecesi | Belirsizlik (kg/m ³) |
| Silikon kürenin kütlesi | 238,12493 | g | 1,00E-04 | g | 50 | 0,00098 |
| Silikon kürenin referans sıcaklıktaki hacmi | 102,23577 | cm ³ | 2,50E-04 | cm ³ | 50 | -0,00189 |
| Silikon kürenin sabit sıcaklıktaki sıkıştırılabilirliği | 9,80E-12 | Pa ⁻¹ | 1,15E-13 | Pa ⁻¹ | 1000000 | 0,00000 |
| Referans kütlelerin kütle değeri | 159,191981 | g | 2,30E-05 | g | 50 | -0,00022 |
| Referans kütlelerin hacim değeri | 19,863 | cm ³ | 4,94E-03 | cm ³ | 50 | 0,00006 |
| Menisküs sonucu oluşan kütle farkı | 0 | g | 5,77E-05 | g | 1000000 | 0,00056 |
| Silikon küre sıvı içerisinde iken yapılan tartım süresince ölçülen sıvı sıcaklığı değeri | 15,0026 | °C | 7,50E-03 | K | 50 | 0,00525 |
| Sıvının ısııl genleşme katsayısı | 0,7 | kg/(m ³ K) | 0,0289 | kg/(m ³ K) | 1000000 | -0,00001 |
| Sıvının sabit sıcaklıktaki sıkıştırılabilirliği | 8,50E-10 | Pa ⁻¹ | 2,89E-11 | Pa ⁻¹ | 1000000 | 0,00000 |
| Tartım farkı | 0,0005 | g | 1,12E-04 | g | 50 | -0,00109 |
| Havanın yoğunluğu | 1,1694 | kg/m ³ | 6,89E-03 | kg/m ³ | 1000000 | 0,00134 |
| Silikon küre sıvı içerisinde iken yapılan tartım süresince ölçülen basınç değeri | 995,87 | mbar | 0,1 | mbar | 1000000 | 0,00000 |
| Referans kütlelere etkiyen yerçekimi ivmesi | 9,80229479 | m/s ² | 5,77E-08 | m/s ² | 1000000 | -0,00001 |
| Silikon küreye etkiyen yerçekimi ivmesi | 9,80229773 | m/s ² | 5,77E-08 | m/s ² | 1000000 | 0,00001 |
| Askı telinin ölçüm esnasındaki gerilmesi nedeniyle telin sıvı içerisine batan kısmının hacmindeki değişim | 1,21E-11 | m ³ | 3,00E-12 | m ³ | 1000000 | 0,00000 |
| Terazi belirsizliği | 0,00E+00 | kg | 2,09E-07 | kg | 1000000 | 0,00204 |
| Ortalama yoğunluk ve deneysel standart sapma | 772,2889 | kg/m ³ | 0,00168 | kg/m ³ | 9 | 0,00168 |
| Birleşik belirsizlik değeri U _c | 0,0065 | kg/m ³ | | | | |
| Serbestlik derecesi v _{eff} | 110 | | | | | |
| T student faktörü t ₉₅ (v _{eff}) | 1,98 | | | | | |
| Genişletilmiş belirsizlik değeri U ₉₅ = t ₉₅ (v _{eff}) · U _c | 0,0129 | kg/m ³ | | | | |

KAYNAKLAR

- [1] A. Picard, R. S. Davis, M. Gläser, K. Fujii: "Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007)", Metrologia, 2008, vol. 45, pp. 149-155.
- [2] R. S. Davis: "Equation for the Determination of the Density of Moist Air (1981/91)," Metrologia, 1992, vol. 29, pp. 67-70.
- [3] "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement," International Organization for Standardization (ISO), 1995.

- [4] H. Bettin: "Technical Protocol for the key comparison CCM.D-K2", Feb. 2004

ÖZGEÇMİŞLER

Haldun DİZDAR

1974 yılında İzmit'te doğmuştur. 1996 yılında Yıldız Üniversitesi Kocaeli Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü'nden mezun olmuştur. Yüksek lisansını Kocaeli Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünde 1998 yılında yapmıştır. 2006 yılında Sakarya Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünden Doktora derecesi almıştır. 2000 yılından beri TÜBİTAK-UME' de Uzman Araştırmacı olarak çalışmaktadır. Çalışma alanları; hacim, yoğunluk, kütle ve terazidir.

Ümit Y. AKÇADAĞ

1968 yılında Malatya'nın Akçadağ ilçesinde doğmuştur. 1990 yılında Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Mühendisliği Bölümü'nden mezun olmuştur. Yüksek lisansını Ankara Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümünde 1996 yılında yapmıştır. 1994 yılından beri TÜBİTAK-UME' de Araştırmacı olarak çalışmakta olup, 2006 yılından bu yana Kütle Grubu Laboratuvarı Sorumlusu olarak görev yapmaktadır. Çalışma alanları; hacim, yoğunluk, kütle ve terazidir.

Orhan SAKARYA

1965 yılında Ardahan'da doğmuştur. 1992 yılında Orta Doğu Teknik Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nden mezun olmuştur. Yüksek lisansını Kocaeli Üniversitesi Fizik Bölümünde 1999 yılında yapmıştır. 1995 yılından beri TÜBİTAK-UME' de Araştırmacı olarak çalışmaktadır. Çalışma alanları; viskozite, hacim, yoğunluk, kütle ve terazidir.