

SISTEMATIZACIÓN Y OPTIMIZACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE LA CALIBRACIÓN PARA DENSÍMETROS DE TUBO VIBRANTE

Fabrizio Gómez R., Christian Bouchot *, Jesús C. Sánchez Ochoa.
E.S.I.Q.I.E. Instituto Politécnico Nacional.
U.P.A.L.M., Zacatenco, C.P. 07738
* Correspondencia: cbouchot@ipn.mx

Resumen: Se presenta un estudio del modelo de calibración mecánica de caminos forzados para densímetros de tubo vibrante con el fin de reducir los tiempos de calibración a altas presiones mediante metodologías de prueba de hipótesis y modificaciones al modelo. Se reduce la cantidad de puntos de calibración con mejora de su precisión y sin alterar el significado estadístico de las mediciones.

1. INTRODUCCIÓN

Los densímetros de tubo vibrante (DTV), instrumentos secundarios, se deben de calibrar. El modelo de calibración mecánica de caminos forzados (FPMC por sus siglas en inglés) [1], se usa con un solo fluido de referencia y el vacío para las calibraciones. El FPMC es muy usado, [2], y ofrece buena precisión para mediciones a altas presiones (P), hasta 700 bar [3].

En el modelo FPMC, [1], la dependencia en P se encuentra en la definición del coeficiente de expansión del material del tubo, expresado como función lineal de P (2 parámetros ajustables). La fracción M_0/L_{00} , de la masa vibrante del tubo vacío entre una longitud de referencia es el tercer parámetro. Los parámetros, que se obtienen por ajuste a datos isotérmicos de densidad del agua presurizada y con referencia a vacío, deberían ser independientes de la temperatura (T). Sin embargo, la formulación actual muestra una correlación de los parámetros con T, observada en tres DTV diferentes. Otra observación relacionada es la no reproducibilidad del período de vibración al vacío (PVV) con respecto a T acompañada de una conservación de su gradiente.

Se busca sistematizar el uso del FPMC con los objetivos de 1/ reducir el tiempo de calibración a altas presiones, 2/ validar estadísticamente las metodologías de calibraciones y 3/ definir métodos para solventar los efectos de la no reproducibilidad en mediciones de PVV sobre el tiempo de validez de una calibración.

Lo último es en parte resuelto mediante un acoplamiento entre los experimentos, el estudio estadístico de los mismos y la revisión del formalismo del FPMC. Este estudio aporta un tratamiento sistemático de ese acoplamiento.

2. MÉTODO DE USO E ANÁLISIS DEL FPMC

2.1. Método experimental

El procedimiento de mediciones y calibraciones elaborado en el cuadro FPMC es el siguiente:

- 1) Medición de PVV a diferentes T.
- 2) Regresión de segundo orden (PVV, T) → determinación del gradiente (reproducibile [5]).
- 3) Medición del período de vibración con un fluido de referencia (agua, isotérmica).
- 4) Medición de un PVV de referencia a T.
- 5) Ajuste del FPMC a datos del fluido de referencia por isotermas con el PVV del paso 4.
- 6) Correlación con T de los parámetros obtenidos en 5), para su uso con isotermas no calibradas.
- 7) Medición de PVV de referencia.
- 8) Medición del período de vibración con fluido de estudio. Densidades obtenidas de: 5)-7) o 6)-7).

Este procedimiento se empleó con 3 DTV. Un DMA 512P (DTV1), y dos DMA HP (DTV 2 y 3) de Anton Paar. Se usó agua de grado HPLC para las calibraciones y vacío primario a un nivel < 2 Pa. Los intervalos de medición son de ~0 hasta 700 bar en presión y entre 20°C y 120°C en T.

2.2. Pruebas de Hipótesis

Se utilizaron pruebas de hipótesis (PdH) sobre diferencia de medias para muestras grandes e independientes, con un nivel de confianza de 95.45% (Z=2). Se utilizaron datos de seis fluidos con calibraciones de hasta diez puntos en P por isoterma. Un punto consiste en una muestra normal caracterizada por su media y desviación estándar. Se realizaron calibraciones reduciendo el número de puntos de 10 a 6 y 3 en P, a diferentes T: grupo 1; 20, 40, 70 y 90 °C para el DTV 1, grupo 2; 30, 50, 70 y 90 °C para el DTV 1 y grupo 3; 20, 40, 60, 80, 100, 120 °C para los DTV 2 y 3. Los cálculos de

densidad se hicieron a las T coincidentes entre la calibración y las mediciones, con y sin correlación en T de los parámetros ajustados. A temperaturas intermedias, se utilizaron correlaciones simples en T para los parámetros.

2.3. Modificación al FPMC (FPMCm)

El estudio matemático de la sensibilidad del FPMC a T permite relacionar las variaciones observables del PVV con cambios en Datos de Referencia (DdR) en el modelo: radios interno y externo, y longitud. Los DdR están ligados a la geometría del tubo que no regresa a su forma inicial después de cambios en T o P. Al cambiar significativamente el PVV, es necesario volver a calibrar el instrumento. Con esas ideas y confrontando el FPMC con los datos de PVV de decenas de mediciones, se pueden proponer correcciones al FPMC:

$$\rho = M_o \left(\frac{1}{C_{Lr} \partial L} \right) \left[\left(\frac{E \tau^2 C'_l}{\partial L^3} \right) e^{\left(\gamma_1 P + \gamma_2 \frac{P^2}{2} \right)} - 1 \right] \quad (1)$$

Donde C'_l y C_{Lr} son corrección a la inercia y al volumen del tubo respectivamente. Esas funciones, coherentes con simulaciones termo-mecánicas anteriores [6], deberían depender solo de los DdR.

3. RESULTADOS y DISCUSIÓN

La Figura 1 muestra resultados de una de las PdH para la densidad de un fluido del grupo 1 de calibraciones. Eso muestra la necesidad de lograr la independencia de los parámetros del FPMC con T, que es válida la búsqueda de un mejor formalismo, y que es factible reducir sustancialmente la cantidad de puntos de calibración.

Los residuos en la densidad del agua, en una calibración global entre 20 y 100 °C, para el DTV 1, muestran una mejora con un factor > 10 al comparar el FPMCm, con una desviación estándar de ~ 0.05 kg/m³, y el modelo original con una desviación estándar entre 0.5 hasta 1.0 kg/m³ en todo el intervalo de P, usando 5 puntos de calibración.

4. CONCLUSIONES

Las PdH validan la reducción de la cantidad de puntos de P necesarios para una calibración y señalan que no se deben usar correlaciones en los parámetros del modelo. El FPMCm (ec. 1) elimina las dependencias en T en sus parámetros, se

mejora la precisión de la calibración, pero las correcciones son función de T y no de los DdR.

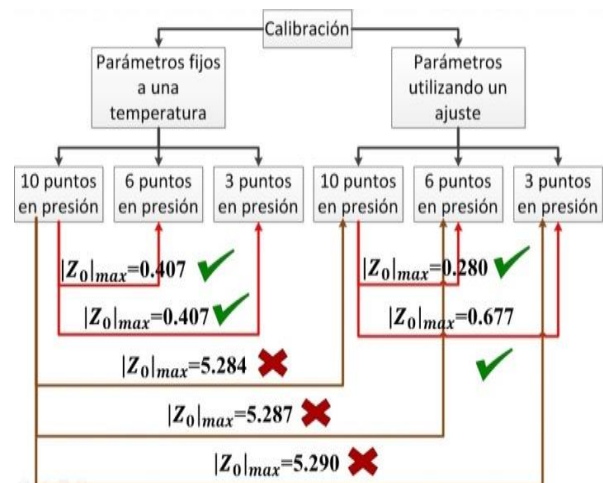


Fig. 1. Prueba de hipótesis: fluido de interés. X: cálculos de densidad estadísticamente diferentes, ✓: se tiene una semejanza estadística. Z_0 : hipótesis nula para un test-z (coeficiente de cobertura $k=2$).

Existe la posibilidad de calibrar el modelo respecto a los DdR, lo cual deja entrever la posibilidad de predecir la necesidad de recalibrar el instrumento con solo la medición de variaciones en el PVV. El tiempo de calibración se reduce sin afectar estadísticamente los cálculos de densidad. La cantidad de puntos que se tendrían que medir, para un experimento con 10 isoterms y 10 puntos de presión cada una, son, para el Modelo clásico, 200 puntos; para FPMC, 110 puntos; para FPMC con PdH, 40 puntos y para FPMCm, 12 puntos.

AGRADECIMIENTOS

Estudios financiados a través de los proyectos IPN-SIP#20161830 y SENER-CONACyT-Hc #185183.

REFERENCIAS

- [1] Bouchot, C. & Richon, D., Fluid Phase Equilibria, 189-208, 2001.
- [2] Eric F. May et al., Rev. Sci. Instrum. 85, 095111 2014.
- [3] Y. A. Sanmamed et al. J. Chem. Thermodynamics, 41 (2009), 1060-1068.
- [4] Fabrizio Gómez R., Tesis de Maestría, ESQIE IPN, 2016.
- [5] Enrique de la Rosa V., Tesis de Maestría, ESQIE, IPN, 2002.
- [6] Benjamín Noyola G., Tesis de Maestría, ESQIE, IPN, 2012.