CALIBRACIÓN DEL PATRÓN NACIONAL DE FLUJO DE GAS TIPO PISTÓN

J.C. Gervacio S., J. M. Maldonado R., H. Luchsinger
Centro Nacional de metrología
Metrología Mecánica, División de Flujo y Volumen

Resumen: La calibración de este patrón se refiere a la determinación de la relación entre los pulsos emitidos por el encoder rotatorio y el volumen desplazado por el pistón. Se describen dos técnicas de calibración independientes para la obtención de la constante de calibración del sistema de medición de volumen. La primera técnica de calibración, conocida como "desplazamiento de agua" asegura trazabilidad hacia el patrón nacional de masa, mientras que la calibración por técnicas de medición dimensional asegura trazabilidad al patrón nacional de longitud. Ambos resultados son combinados para obtener un mejor valor de la constante de calibración del patrón nacional de flujo de gas tipo pistón.

INTRODUCCIÓN

La importancia en la medición de flujo de gas se ha incrementado drásticamente en los últimos años a nivel mundial. A nivel nacional, las industrias farmacéutica, de alimentos, automotrices, de monitoreo ambiental, producción y distribución de gas natural entre otras, han invertido en infraestructura metrológica para asegurar y tener confianza en las mediciones en sus procesos de producción y trasferencia de custodia. Cabe mencionar, que la medición es la base de todo comercio entre productores, trasportadores, plantas de procesos, vendedores, autoridades federales y estatales y el publico en general; por lo tanto, siempre es indispensable mantener niveles de incertidumbre adecuados en cada instalación o sistema de medición relacionado con la transferencia de custodia de algún fluido valioso; para lograrlo, es necesario establecer y mantener trazabilidad a patrones nacionales o internacionales, reduciendo de esta manera los errores asociados a las mediciones. De hecho, una medición correcta de gas natural por ejemplo, tiene un impacto significativo en el PIB de exportación o importación de un país, en las finanzas del país.

Por tal razón, es esencial tener un control permanente en el mantenimiento y mejora de los equipos de medición de flujo de gas establecidos como patrones nacionales e internacionales.

El Laboratorio de flujo de gas del CENAM, como el origen de la cadena de trazabilidad en medición de flujo de gas en México ha establecido el patrón de desplazamiento positivo tipo pistón, modelo A200 de la marca MKS como el patrón nacional de flujo de gas en el intervalo de 0,05 a 50 L/min. Siendo la principal responsabilidad del laboratorio la de preservar y mejorar las características metrológicas del patrón nacional. El patrón nacional para medición de flujo de gas, con capacidad de medición desde 0,05 L/min hasta 50 L/min se compone de dos sistemas que consisten, cada uno, de un conjunto cilindro-pistón y un encoder rotatorio, siendo diferente un sistema del otro solamente en el diámetro del cilindro. Los cilindros son de material de vidrio de borosilicato, y el pistón es del tipo polimérico. El pistón se desplaza dentro del cilindro al introducir un flujo de gas de prueba por la parte inferior del cilindro. El sello entre cilindro y pistón se logra mediante mercurio. Cada pulso generado por el encoder esta relacionado con el cambio de volumen bajo el pistón.

La primera calibración fue realizada por el fabricante en 1993 con trazabilidad al NIST [1], usando el método de desplazamiento de agua. Una segunda calibración fue realizada por el PTB [2] en 1995, usando toberas de flujo crítico como patrones de referencia; la incertidumbre informada para la constante de calibración K, fue de 0,3%. En CENAM el patrón se ha calibrado dos veces (1997 y 2001) empleando dos técnicas independientes: Dimensional y gravimétrico.

El resultado de la calibración del patrón nacional se traduce en la obtención de un factor de calibración K, que relaciona los pulsos generados por el encoder por unidad de volumen desplazado**.** El objetivo de la caracterización por dos técnicas independientes es la validación de los dos métodos en la determinación del valor del factor, y obtener la menor incertidumbre posible.

MÉTODOS DE CALIBRACIÓN

Principio de medición

El patrón nacional de flujo de gas tipo pistón (PNFGP) es un equipo que opera bajo el principio de desplazamiento positivo. Su funcionamiento se basa en la determinación conjunta del volumen de aire desplazado por el pistón en el cilindro y el tiempo en el cual se realiza dicho desplazamiento de volumen para obtener el flujo volumétrico. Así mismo se realiza la medición de presión y temperatura para llevar el valor de flujo a condiciones normalizadas de temperatura y presión definidas a 20 ºC y 101 325 Pa .

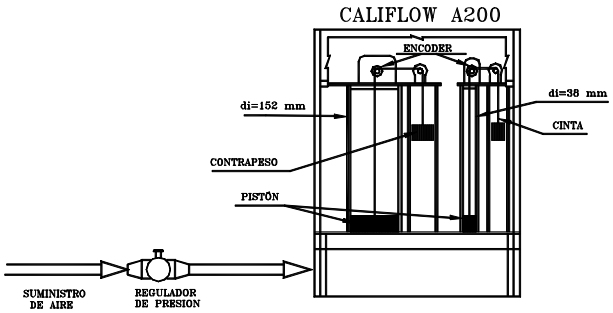

Fig. A *Arreglo de instalación del PNFGP*

Un flujo de gas suministrado a través del arreglo de tuberías y válvulas ocasiona un desplazamiento vertical del pistón dentro del cilindro (ver figura A). Mercurio es el líquido usado para lograr el sello de baja fricción entre pistón y cilindro. Una banda o cinta de nylon une el pistón al contrapeso y se conecta a la flecha del encoder mediante una polea, el contrapeso mantiene en tensión la cinta para estar en contacto con la polea y mover la flecha del encoder en el instante que el pistón se desplaza hacia arriba o hacia abajo. La flecha del encoder genera un pulso por cada incremento en el ángulo de rotación de la flecha (2 000 pulsos/rotación). Por consiguiente, cada pulso esta relacionado a un desplazamiento de volumen bajo el pistón.

Un arreglo electrónico sincroniza los pulsos del reloj con los pulsos de salida del encoder, para realizar una correcta medición del tiempo.

El modelo matemático aplicado para estimar la constante de calibración es el siguiente,

$$K = \frac{c}{V}, \qquad (1)$$

donde:

K: Constante de calibración, en pulsos/dm^3

c: Pulsos generados por el encoder

V: Volumen bajo el pistón para el número de pulsos generados, en dm^3

Existen dos técnicas primarias para realizar la calibración del PNFGP: Dimensional y Gravimétrico; las cuales se describen a continuación:

MÉTODO DIMENSIONAL

Este método de calibración asegura la trazabilidad del PNFGP hacia el patrón nacional de longitud. Consiste en la determinación del diámetro interno del cilindro de vidrio y de la relación de los pulsos que genera el encoder en toda la longitud para obtener el factor de calibración K.

Procedimiento de medición

Una vez que los cilindros se sitúan apropiadamente sobre la mesa de la máquina de medición por coordenadas (MMC) se procede a la medición del diámetro de los dos cilindros (con diámetros internos nominales de 38 mm y 152 mm) y de la cilindricidad en toda su longitud. Los datos obtenidos en las mediciones se ajustaron al diámetro de un círculo mediante el método de mínimos cuadrados. Estas mediciones fueron realizadas en la máquina de medición por coordenadas modelo SIP CMM5L, instalada en la División de Metrología Dimensional del CENAM.

Una vez realizadas las mediciones de cilindricidad y diámetro interior, se realizó el montaje del PNFGP para caracterizar el sistema de desplazamiento. esta pruebas se realizaron instalando el PNFGP cerca de la mesa de trabajo de la máquina de medición por coordenadas (MMC), en donde uno de los extremos de la cinta que une el pistón y contrapeso se acoplo a la mesa de la MMC mediante una regla de acero, alineada en la dirección del movimiento de la mesa (ver figura B), respetando siempre el área de contacto de la cinta-polea, tal como se opera ordinariamente. Las mediciones se realizaron a diferentes intervalos y

velocidades de desplazamiento del pistón, y en las direcciones ascendente y descendente. El resultado de la calibración del sistema de medición de desplazamiento se refiere a la obtención de un factor que relaciona los pulsos generados del encoder por cada incremento del desplazamiento del pistón. En la Tabla 1 se muestran los resultados obtenidos.

Fig. B *Instalación y calibración del sistema de medición lineal del PNFGP mediante la MMC.*

CÁLCULOS

Cálculo de la constante de calibración K_d.

Recordando que K_d representa la relación entre los pulsos generados por el encoder y el volumen desplazado por el pistón dentro del cilindro, entonces es posible estimar su valor a partir de la siguiente expresión,

$$K_d = \frac{f}{A} = \frac{4 \cdot c \cdot 10^6}{p \cdot h \cdot d_i^2} \qquad (3)$$

donde:

- K_d: factor de calibración obtenida por el método dimensiona, en pulsos/dm^3
- c: pulsos generados por el encoder
- A: Área promedio de la sección transversal del cilindro, en mm^2
- h: desplazamiento del pistón, en mm
- f: factor que relaciona los pulsos del encoder con desplazamiento del pistón, =c/h
- d_i: diámetro interno del cilindro, en mm

Cálculo de incertidumbre del factor de calibración K_d

Tomando en cuenta el modelo matemático de la ecuación número 3 y aplicando la ley de propagación de incertidumbre, obtenemos que la ecuación para determinar la incertidumbre estándar combinada de K_d esta dado por:

$$u_c(K_d) = \sqrt{\left[\left(-\frac{K_d}{h}\right)\cdot u(h)\right]^2 + \left[\left(-\frac{2K_d}{d_i}\right)\cdot u(d_i)\right]^2 + \left[\left(\frac{K_d}{c}\right)\cdot u(c)\right]^2} \qquad (4)$$

Tabla 1*. Resultados de las calibraciones por el método dimensional del PNFGP, en el tiempo.*

Diámetro del cilindro =152mm No. de serie: 5093-3, No de serie encoder: 207928			
1997 Kd_{152} [pulsos/dm^3]	U(K) [%]	2001 Kd_{152} [pulsos/dm^3]	U(K) [%]
13659,4	0,031	13657,6	0,023

Diámetro del cilindro = 38mm No. de serie 4893-1, No. de serie encoder: 202321			
1997 Kd_{38} [pulsos/dm^3]	U(K) [%]	2001 Kd_{38} [pulsos/dm^3]	U(K) [%]
217800,4	0,02	-	-

MÉTODO GRAVIMÉTRICO

Este método de calibración asegura la trazabilidad del PNFGP hacia el patrón nacional de masa. Conocido como de desplazamiento de agua (del ingles “water draw”), consiste en determinar la relación de pulsos que genera el encoder al tiempo que es desplazado un volumen de agua para obtener el factor de calibración K.

Procedimiento de calibración

El método consiste en llenar los cilindros con agua pura (clase 1 según ASTM).

Una vez lleno el cilindro con agua pura, y habiendo eliminado por completo el aire atrapado en el interior del cilindro, de manera sincronizada se procede a drenar el agua hacia el recipiente auxiliar, al tiempo que se registran los pulsos generados por el encoder rotatorio.

La temperatura del agua se mide tanto en el depósito del agua (ver figura C), como en el recipiente auxiliar una vez realizadas las mediciones de masa.

La determinación de la masa de agua se realiza aplicando el método conocido como de doble substitución o método de Borda [3]. Las pesas de referencia empleadas durante las mediciones de masa corresponden a la clase E2, según OIML y fueron calibradas en la División de Masa y Densidad del CENAM.

El volumen desplazado se cuantifica conociendo la masa de agua colectada en el matraz auxiliar y la densidad del agua pura, a la temperatura correspondiente, aplicando la siguiente expresión [3],

$$V = \frac{\left(\sum_{i=1}^{n} m_{\mathrm{f}} - \sum_{i=1}^{n} m_{\mathrm{i}}\right) \cdot \left(1 - \frac{r_{\mathrm{a}}}{r_{\mathrm{m}}}\right) + A_{\mathrm{f}} - A_i}{r_{\mathrm{ag}} - r_{\mathrm{a}}} \qquad (5)$$

donde:

A_f representa la diferencia de masa entre las pesas de referencia y el recipiente auxiliar lleno, en kg

A_i representa la diferencia de masa entre las pesas de referencia y el recipiente auxiliar vacío, en kg

r_m representa la densidad de las pesas de referencia empleadas durante los ciclos de pesado, en kg/dm^3

r_{ag} representa la densidad del agua a la temperatura de la prueba, kg/dm^3

r_a representa la densidad del aire, en kg/dm^3

$\mathbf{m_f}$ representa el valor de masa del juego de pesas para el ciclo de pesado del recipiente auxiliar lleno, en kg

$\mathbf{m_i}$ representa el valor de masa del juego de pesas para el ciclo de pesado del recipiente auxiliar vacío, kg

La densidad del agua se obtiene aplicando la ecuación de Bettin [4]. En el cálculo de la densidad del agua se han despreciado las correcciones por compresibilidad del agua y por la presencia de aire disuelto en el agua.

Fig. C *Calibración del PNFGP por el método gravimétrico.*

Finalmente, la constante de calibración K_g, se obtiene a partir de la siguiente expresión,

$$K_g = \frac{c}{V} \qquad (6)$$

donde:

K_g: factor de calibración obtenido por el método gravimétrico, en pulsos/dm^3

c: pulsos generados por el encoder del PNFGP

V: volumen desplazado bajo el pistón, en dm^3

Cálculo de incertidumbre de la calibración

Para el cálculo de incertidumbre se toma en cuenta el modelo matemático número (6):

$$u_c(K_g) = \sqrt{\left[\left(-\frac{K_g}{c}\right)\cdot u(c)\right]^2 + \left[\left(-\frac{K_g}{V}\right)\cdot u(V)\right]^2} \qquad (7)$$

RESULTADOS

Tabla 2. *Resultados de las calibraciones por el método gravimétrico del PNFGP, en el tiempo.*

Diámetro del cilindro =152mm No. de serie: 5093-3, No de serie encoder: 207928			
1997 Kg_{152} [pulsos/dm^3]	U(K) [%]	2001 Kg_{152} [pulsos/dm^3]	U(K) [%]
13655,2	0,02	13655,8	0,02

Diámetro del cilindro = 38mm No. de serie 4893-1, No. de serie encoder: 202321			
1997 Kg_{38} [pulsos/dm^3]	U(K) [%]	2001 Kg_{38} [pulsos/dm^3]	U(K) [%]
-	-	217793	0,01

Determinación del "mejor" valor para *K*

A partir de los resultados obtenidos con la aplicación de las técnicas dimensional y gravimétrica, considerados independientes entre sí, es posible calcular una mejor estimación para K, y su incertidumbre. Así, la constante de calibración puede estimarse tomando como elemento de ponderación la incertidumbre estándar combinada obtenida en cada uno de los ejercicios de calibración, aplicando la siguiente ecuación [5] y [6],

$$K_p = \frac{\sum\left(\frac{K_i}{u_i^2}\right)}{\sum\left(\frac{1}{u_i^2}\right)} = \frac{\frac{K_d}{u_c^2(K_d)} + \frac{K_g}{u_c^2(K_g)}}{\frac{1}{u_c^2(K_d)} + \frac{1}{u_c^2(K_g)}} \qquad (8)$$

y la incertidumbre estándar para la constante de calibración ponderada Kp, puede ser estimada aplicando la siguiente ecuación [5],

$$u^2(K_p) = \frac{1}{\frac{1}{u_c^2(K_d)} + \frac{1}{u_c^2(K_g)}} \qquad (9)$$

donde :

K_p: Constante de calibración ponderada obtenida de la combinación de los métodos dimensional y gravimétrico, en pulsos/dm^3

***u*(K_p):** Incertidumbre estándar para la constante de calibración ponderada.

***K_d*:** Constante de calibración obtenida por el método dimensional, en pulsos/dm^3

***K_g*:** Constante de calibración obtenida por el método gravimétrico, en pulsos/dm^3

***u*(K_d)** Incertidumbre estándar para la constante de calibración del método dimensional, en pulsos/dm^3

***u*(K_g)** Incertidumbre estándar para la constante de calibración del método gravimétrico, en pulsos/dm^3

Aplicado la ecuación 8 se obtiene la mejor estimación para la constante de calibración y con la ecuación 9 se obtiene la mejor estimación de incertidumbre estándar de la constante de calibración para cada uno de los dos conjuntos pistón-cilindro, que constituyen el patrón nacional para medición de flujo de gas desde 0,05 L/min hasta 50 L/min, resultando

$K_{p:38\ mm}$ = 217 794,5 ± 9,7; k=1

$K_{p:152\ mm}$ = 13 656,6 ±1,0; k=1

Donde:

$K_{p:38\ mm}$: factor de calibración usando el cilindro con diámetro de 38mm, estimado con los métodos dimensional y gravimétrico, pulsos/dm^3

$K_{p:152\ mm}$: factor de calibración usando el cilindro con diámetro de 152 mm, estimado con los métodos dimensional y gravimétrico, en pulsos/dm^3

La incertidumbre expandida puede obtenerse aplicando un factor de cobertura k=2, para un intervalo de cobertura con un nivel de confianza de aproximadamente 95 %.

CONCLUSIONES

El patrón nacional para medición de flujo de gas ha sido calibrado exitosamente por dos técnicas mutuamente independientes.

La mejor estimación de la constante de calibración y su incertidumbre es obtenida en forma ponderada, usando como elemento de ponderación la incertidumbre estándar combinada obtenidas de la aplicación de los métodos dimensional y gravimétrico respectivamente.

La calibración del PNFGP por dos métodos independientes ofrece la ventaja de permitir el uso de modelos matemáticos de cuya aplicación se obtienen valores de la constante de calibración K y de su incertidumbre mejores que las obtenidas en forma individual.

La constante de calibración K, obtenida a partir de los dos métodos independientes toma un valor que tiende hacia el valor obtenido por el método gravimétrico debido a la menor dispersión obtenida en comparación con la dispersión del resultado del método dimensional.

La calibración por técnica gravimétrica tiene como ventajas comparativas:

a) Puede ejecutarse en el lugar donde se encuentra instalado el patrón,

b) Toma en cuenta de manera implícita los defectos de forma que pueda poseer el cilindro,

c) No requiere de la determinación del área interior de los cilindros.

AGRADECIMIENTOS

Ing. Roberto Arias Romero
Por su participación en la revisión de este documento y su apoyo en la implantación de los patrones de flujo de gas.

Ing. Edgar Arizmedi Reyes,
Encargado del laboratorio de máquina de medición por coordenadas por su apoyo y excelente trabajo en la medición de los diámetros de los cilindros.

REFERENCIAS

[1] Physikalisch Technische Bundesanstalt, Informe de calibración numero PTB 1.33-3275.CEN, junio del 1995.

[2] R Arias, Calibración del patrón nacional de flujo de gas Califlow A200 por el método Gravimétrico, 710-AC-P-121, marzo del 1998.

[3] NBSIR 73-287, Procedures for the Calibration of Volumetric Test Measures, Jhon F. Houser.

[4] [4] Bettin, H., and Spieweck, F., Die Dichte des Wassers als Funktion der Temperatur nach Einfuehrung der Internationalen Temperaturskala von 1990, PTB-Mitteilungen, 100, 1990, 195-196.

[5] Louis Lyons, A Practical Guide to Data Analysis for physical Science, Cambridge University Press, 1991, pp 31 a 33.

[6] Murray R. Spiegel, Teoría y Problemas de Estadística, McGraw-Hill, 1981, pp 46.