

# ESTUDIO DE LA CALIBRACIÓN DE LOS DENSÍMETROS OSCILATORIOS PARA MEDICIÓN DE FLUJO EN LÍNEA

Ing. Nayara La Rosa Yero

Instituto Nacional de Investigaciones en Metrología. [nayara@inimet.cu](mailto:nayara@inimet.cu)

## RESUMEN

En el Laboratorio de Densidad del Instituto Nacional de Investigaciones en Metrología (INIMET) se debe asegurar la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios que ya están ubicados en los sectores de la industria petrolera, fundamentalmente. En la actualidad, el laboratorio no cuenta con la infraestructura técnica necesaria, incluidos los patrones, para garantizar el servicio de calibración a este tipo de densímetro digital. En el presente trabajo se muestran posibles variantes para dar respuesta al Laboratorio de Calibración de Líquidos Claros (LCPC) perteneciente a Tecnomática de La Unión Cuba-Petróleo (CUPET), que hoy demanda este servicio metrológico.

**Palabras Claves:** densímetro oscilatorio, trazabilidad metrológica, líquido de referencia certificado.

## ABSTRACT

The Density Laboratory of the National Research Institute on Metrology (INIMET) must ensure the metrological traceability of the oscillation-type density meters that are already located in the sectors of the oil industry, mainly. Currently, the laboratory does not have the necessary technical infrastructure, including standards, to guarantee the calibration service for this type of digital densimeter. In this article possible variants are shown to respond to the Clear Liquids Calibration Laboratory (LCPC) belonging to Tecnomática of Cuba-Petróleo Union (CUPET), which today demands this metrological service.

**Key Words:** oscillation-type density meters, metrological traceability, certified reference liquid.

## INTRODUCCIÓN

Un densímetro oscilatorio sirve para determinar las densidades de líquidos y gases, basado en el principio del tubo en U oscilante, cuya frecuencia de resonancia está determinada por la masa de los materiales contenidos en un volumen conocido, de manera análoga a como la masa de un diapasón es determinante para el tono de su sonido de resonancia.

Para poder determinar la densidad relativa de cualquier tipo de líquido sin tener que calcular previamente su volumen y masa, existen diferentes tipos de densímetro que facilitan el análisis de uno o varios parámetros en laboratorios.

Esto es así no sólo para comprobar la pureza de sustancias en procesos científicos, sino que es esencial en muchos sectores industriales en los que existe una regulación normativa, junto con los protocolos particulares de calidad que influyen en un mercado cada vez más competitivo.

La forma habitual de un densímetro manual, es la de un cilindro vítreo hueco, que flota sin perder su verticalidad, con una terminación pesada compuesta por lastre de mercurio, y cuyo extremo contrario está graduado mediante unidades de densidad.

Dado que un densímetro de laboratorio manual contiene una medida interior, que tras su introducción en el líquido marcará el punto en el que habrá que efectuar la lectura, para anotar posteriormente las observaciones, estos métodos manuales resultan menos fiables y precisos, por lo que es muy fácil obtener distintos resultados en mediciones sucesivas.

Estos tipos de densímetro resultan muy económicos y fáciles a la hora de su manejo, pero resultan obsoletos para un uso profesional en el que resulta imprescindible apostar por la automatización.

## **DESARROLLO**

### **Patrones de referencia**

En la calibración de los densímetros oscilatorios pueden emplearse líquidos de referencia certificados en densidad o un densímetro de características metrológicas superiores utilizando un líquido de referencia en las mediciones. A continuación, en base a las definiciones establecidas en el Vocabulario Internacional de Metrología [1] para los materiales de referencia certificados, se definen estos términos:

**Líquido de referencia en densidad** es aquella sustancia para el cual el valor de una o varias de sus propiedades es suficientemente homogéneo y bien establecido para ser usado en la calibración de un densímetro, la evaluación de un método de medición o para la asignación del valor de densidad.

**Líquido de referencia certificado en densidad** es un líquido de referencia acompañado de un certificado, para el cual el valor de una (o de varias) de sus propiedades se ha certificado por medio de un procedimiento que establece su trazabilidad metrológica a la realización exacta de la unidad del Sistema Internacional de Unidades (SI) en que se expresan los valores de la propiedad y en el que el valor del certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel de confianza declarado.

**Densímetro de características metrológicas superiores** es un densímetro digital con exactitud en densidad y en temperatura mayor que el densímetro a calibrar.

## Métodos de medición

El método directo consiste en obtener valores en unidades del mensurando, mediante un instrumento, cadena o sistema de medición, digital o analógico, en forma de indicador, registrador, totalizador o integrador.

El método de sustitución utiliza un equipo auxiliar, llamado comparador o de transferencia, con el que se mide inicialmente al mensurando y luego un valor de referencia.

## Clases de exactitud de un densímetro tipo oscilatorio

Según la Norma ISO 15212, Partes 1 y 2 [2,3] existen dos tipos de densímetros oscilatorios:

1. Instrumentos de laboratorios.
2. Instrumentos de proceso para líquidos homogéneos.
  - Densímetros de proceso en laboratorios.
  - Densímetros de proceso en campo.

La evaluación de la conformidad en instrumentos de medición consiste en la confirmación mediante la calibración de que

$$|E \pm U(E)| \leq emp \quad (1)$$

El error máximo permitido de los densímetros oscilatorios de laboratorio es:

**Tabla 1.**

<b>emp</b> ( $kgm^{-3}$ )	<b>Resolución</b> ( $kgm^{-3}$ )	<b>Factor</b>
<b>1,00</b>	0,10	1/10
<b>0,50</b>	0,10	1/5
<b>0,20</b>	0,01	1/20
<b>0,10</b>	0,01	1/10
<b>0,05</b>	0,01	1/5

El error máximo permitido de los densímetros oscilatorios de proceso para líquidos homogéneos es:

**Tabla 2.**

<b>emp (<math>kgm^{-3}</math>)</b>	<b>Resolución (<math>kgm^{-3}</math>)</b>	<b>Factor</b>
<b>1,00</b>	0,10	1/10
<b>0,50</b>	0,10	1/5
<b>0,20</b>	0,01	1/20
<b>0,10</b>	0,01	1/10

### **Aspectos generales de la calibración**

- ❖ Requisitos previos a la calibración [4].

El laboratorio que realizará la calibración debe contar con los líquidos de referencia certificados. Las magnitudes influyentes en la calibración serán la temperatura y la presión.

La variación del valor de densidad del fluido ( $\Delta\rho$ ), debido a un incremento o decremento de temperatura ( $\Delta t$ ), es función del coeficiente de expansión térmico específico del fluido ( $\alpha$ ). Por otro lado, la variación en densidad debida a un cambio de presión ( $\Delta p$ ), depende del coeficiente de compresibilidad específico del fluido ( $\beta$ ).

La calibración de los densímetros oscilatorios debe realizarse después de haber aplicado el ajuste, que debe realizarse de acuerdo a las instrucciones del fabricante. El ajuste se realiza para determinar y fijar las constantes de funcionamiento. Usualmente, los fabricantes recomiendan que sean ajustados con aire y agua pura (como mínimo agua destilada) o con otros líquidos cuya densidad sea conocida con la exactitud necesaria. El ajuste debe ser realizado a la temperatura de medición deseada.

- ❖ Valores nominales para la calibración.

La calibración en general consiste en la comparación de la indicación del densímetro contra el valor certificado de densidad de un líquido de referencia, o el valor de densidad con trazabilidad metrológica demostrable a las unidades del SI, con una incertidumbre apropiada de acuerdo a la incertidumbre requerida de calibración, en función de la clase de exactitud del densímetro a calibrar.

En los densímetros oscilatorios de laboratorios se toman los valores nominales de la densidad del agua, un valor por encima de esta y uno por debajo. Para los densímetros de líquidos homogéneos e instalados en líneas, la calibración se realiza en los valores de densidad de los líquidos donde usualmente se desempeña, a la temperatura y presión de trabajo, pudiendo ser un valor de densidad (cuando el densímetro trabaja con un solo líquido).

❖ Incertidumbre requerida en la calibración.

$$U_{req}(E) \leq \frac{1}{3} emp \quad k = 2 \quad (2)$$

Para los densímetros que no tienen factor 1/5 con resolución  $0,01 \text{ kgm}^{-3}$ .

$$U_{req}(E) \leq \frac{1}{2} emp \quad k = 2 \quad (3)$$

Para los densímetros con factor 1/5 y resolución  $0,01 \text{ kgm}^{-3}$ .

❖ Procedimiento general de la calibración.

El procedimiento de calibración de los densímetros de laboratorios incluye la comparación de las indicaciones del densímetro contra los valores de densidad de referencia (valores de los líquidos de referencia certificados, o medidos por un densímetro de características superiores. Si se usa este último, el método utilizado es de sustitución).

Las magnitudes influyentes se tomarán como  $20 \text{ °C}$  para la temperatura y la presión atmosférica. Si las calibraciones de los líquidos de referencia se hicieron a una presión diferente de la atmosférica se debe aplicar la corrección debida a la diferencia de presión y la compresibilidad del líquido [4].

### **Cálculo del error de indicación**

El método de medición utilizado en la calibración de los densímetros de tipo oscilatorio de laboratorio se hace por comparación directa contra los líquidos de referencia certificados. Con este método se determina el error de indicación del densímetro bajo prueba.

El método de comparación, consiste en que, para cada valor de densidad a calibrar, se introduce repetidamente un líquido en la celda del densímetro con el fin de registrar los valores de densidad indicados por el mismo. Posteriormente, se calcula el promedio de las lecturas y se obtiene la desviación entre la indicación del densímetro y el valor de referencia aplicando las correcciones correspondientes.

Para la calibración en campo de los densímetros de proceso, se toman muestras del fluido de trabajo (circulado por el densímetro) y simultáneamente se registran las indicaciones correspondientes de densidad, temperatura y presión de la línea de trabajo. Posteriormente, se comparan las indicaciones de la densidad del líquido en un instrumento calibrado y caracterizado en densidad, para calcular el error del densímetro de proceso.

## Cálculo de la corrección

Para obtener la corrección de la indicación del densímetro se calcula el promedio de las indicaciones registradas durante la calibración y se calcula la correlación según el siguiente modelo matemático:

$$E = I - \rho_{ref} \quad (4)$$

Donde

E es el error de indicación

I es el mejor estimador de la indicación del instrumento

$\rho_{ref}$  es el valor de referencia de densidad a la temperatura y presión de medición.

## Densidad de referencia

El valor de referencia de la densidad puede provenir del valor del certificado del líquido de referencia, o de la medición con un densímetro de características metrológicas superiores.

El valor de densidad de referencia debe ser calculado a la temperatura y presión de medición.

El valor de densidad de los líquidos de referencia certificados generalmente viene referido a valores establecidos de temperatura y presión, por lo que es necesario calcular el valor de densidad a la temperatura y presión de medición. La densidad en las condiciones de medición se calcula con la siguiente expresión,

$$\rho_x = \rho_{cert} f_t^{-1} f_p^{-1} - \varepsilon_{est} \quad (5)$$

Donde

$\rho_x$  densidad a la temperatura,  $t_x$ , y presión,  $p_x$  de medición.

$\rho_{cert}$  densidad a la temperatura,  $t_{ref}$  y presión,  $p_{ref}$  de referencia.

$f_t$  factor de corrección de la densidad debida a un cambio de temperatura  $\Delta t$ , adimensional.

$f_p$  factor de corrección de la densidad debida a un cambio de presión  $\Delta p$ , adimensional.

$\varepsilon_{est}$  error de densidad debido a la (falta de) estabilidad del valor de densidad de referencia.

### **Cálculos de las correcciones de densidad debidas a los cambios de temperatura, $\Delta t$ , y presión, $\Delta p$**

$$\Delta t = t_x - t_{ref} \quad (6)$$

$$f_t = 1 + \alpha_{vol}(t_x - t_{ref}) \quad (7)$$

$\alpha_{vol}$  es el coeficiente de expansión volumétrico del fluido.

$$\Delta p = p_x - p_{ref} \quad (8)$$

$$f_p = 1 + \beta(p_x - p_{ref}) \quad (9)$$

$\beta$  coeficiente de compresibilidad isotérmico del fluido.

### **El mejor estimador de la indicación del densímetro**

$$I = \bar{I} - \varepsilon_{res} - \varepsilon_{rep} - \varepsilon_{vis} \quad (10)$$

Donde

$\bar{I}$  es el promedio de las indicaciones del instrumento.

$\varepsilon_{res}$  es el error de resolución.

$\varepsilon_{rep}$  es el error de reproducibilidad del instrumento.

$\varepsilon_{vis}$  es el error debido a la viscosidad del líquido.

### **Promedio de las indicaciones $I_i$ del densímetro**

$$\bar{I} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_i \quad (11)$$

### Error debido a la resolución del densímetro

El error debido a esta tiene valor medio cero, no así su contribución de incertidumbre,  $E(\varepsilon_{res}) = 0$ .

### Error debido a la reproducibilidad del densímetro

El error debido a esta tiene valor medio cero, no así su contribución de incertidumbre,  $E(\varepsilon_{rep}) = 0$ .

### Error debido a la viscosidad del fluido

En los densímetros de tipo oscilatorio, la muestra de fluido tiene un efecto de amortiguamiento de la vibración. Este amortiguamiento está en función de la viscosidad del fluido, la que también tiene efecto de mover ligeramente los nodos de oscilación, estos dos efectos combinados producen un error  $k \approx 0,05\sqrt{\eta}$ , donde  $\eta$  es viscosidad,  $E(\varepsilon_{vis}) = 0$ .

Algunos densímetros de alta exactitud tienen la posibilidad de corregir la viscosidad del fluido bajo medición, y por tanto su contribución a la incertidumbre se considera despreciable.

### Incertidumbre asociada al error de indicación [5]

- Debida al valor de densidad de referencia:

$$u(\rho_{ref}) = \frac{U(\rho_{ref})}{k} \quad (12)$$

- Debida al error de estabilidad del valor de  $\rho_{ref}$ .

$$u(\varepsilon_{est}) = \frac{D}{\sqrt{3}} \quad (13)$$

Donde D valor máximo de variación.

- Debida al factor de corrección por cambio en la temperatura del valor de  $\rho_{ref}$ .

$$u(f_t) = \sqrt{\left(\frac{\partial f_t}{\partial t_x} u(t_x)\right)^2 + \left(\frac{\partial f_t}{\partial \alpha_{vol}} u(\alpha_{vol})\right)^2} \quad (14)$$



$$\frac{\partial f_t}{\partial t_x} = \alpha_{vol} \quad \frac{\partial f_t}{\partial \alpha_{vol}} = t_x - t_{ref} \quad (15)$$

La incertidumbre de la temperatura debe incluir al menos las contribuciones debidas a la calibración y resolución del instrumento de medición de temperatura, así como la viscosidad del valor de la temperatura del líquido de referencia.

- Debida al factor de corrección por cambio de presión del líquido de referencia.

$$u(f_p) = \sqrt{\left(\frac{\partial f_p}{\partial p_x} u(p_x)\right)^2 + \left(\frac{\partial f_p}{\partial \beta} u(\beta)\right)^2} \quad (16)$$

$$\frac{\partial f_p}{\partial p_x} = -\beta \quad \frac{\partial f_p}{\partial \beta} = p_{ref} - p_x \quad (17)$$

- Debida a la resolución

$$u(\varepsilon_{res}) = \frac{d}{\sqrt{12}} \quad (18)$$

- Debida al error de repetibilidad

$$u(I) = \frac{s(I)}{\sqrt{n}} = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{\sum(I_i - \bar{I})^2}{n-1}} \quad (19)$$

- Debida al error de reproducibilidad

Esta contribución se debe a la dispersión de las indicaciones del densímetro motivada por la variación de uno o más factores, tales como algunos propios al densímetro, el metrólogo, el método, el patrón de densidad, la temperatura, la presión, el termómetro, entre otros.

Una forma de evaluar esta fuente de incertidumbre sería realizando un análisis de varianza (ANOVA), sin embargo, es conveniente que el metrólogo evalúe la complejidad de la(s) prueba(s) a realizar en función de la incertidumbre requerida.

$$u(\varepsilon_{rep}) = \sqrt{S^2} \quad (20)$$

- Debida a la viscosidad del fluido bajo medición.

$$u(\varepsilon_{vis}) = \frac{0,05 \sqrt{\eta}}{\sqrt{3}} \quad (21)$$

- Debida al error de indicación.

Modelo:

$$E = \bar{I} - \varepsilon_{res} - \varepsilon_{rep} - \varepsilon_{vis} - \rho_{cert} f_t^{-1} f_p^{-1} - \varepsilon_{est} \quad (22)$$

La incertidumbre combinada asociada al error de indicación del instrumento se calcula como:

$$u_c(E) = \sqrt{\left(\frac{\partial E}{\partial \bar{I}} u(\bar{I})\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{res}} u(\varepsilon_{res})\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{rep}} u(\varepsilon_{rep})\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{vis}} u(\varepsilon_{vis})\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial \rho_{cert}} u(\rho_{cert})\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial f_t} u(f_t)\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial f_p} u(f_p)\right)^2 + \left(\frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{est}} u(\varepsilon_{est})\right)^2} \quad (23)$$

$$\text{Donde } \frac{\partial E}{\partial \bar{I}} = 1; \quad \frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{res}} = -1; \quad \frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{rep}} = -1; \quad \frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{vis}} = -1; \quad \frac{\partial E}{\partial \rho_{cert}} = f_t^{-1} f_p^{-1};$$

$$\frac{\partial E}{\partial f_t} = \rho_{cert} f_t^{-2} f_p^{-1}; \quad \frac{\partial E}{\partial f_p} = \rho_{cert} f_t^{-1} f_p^{-2}; \quad \frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{est}} = -1 \quad (24)$$

$$U(E) = k u_c(E) \quad (25)$$

La incertidumbre expandida asociada al error de indicación se calcula con (25), en donde el valor de  $k$ , usualmente es tomado como igual a 2, para obtener un nivel de confianza de aproximadamente igual a 95%.

## CONCLUSIÓN

El estudio teórico realizado para asegurar la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios, determinó que se pueden hacer las calibraciones en el laboratorio o en la línea donde se encuentra ubicado el densímetro, utilizando como patrón los líquidos de referencia certificados o un densímetro con especificaciones técnicas superiores. Se seleccionó el método de medición a emplear en el procedimiento de calibración, el cálculo de las correcciones, la estimación de la incertidumbre de las mediciones, así como las condiciones necesarias que deben cumplirse para efectuar este proceso.

## RECOMENDACIONES

Continuar profundizando en el tema, para obtener más conocimientos sobre los densímetros oscilatorios y sus especificaciones técnicas.

Explorar la búsqueda de otra variante para calibrar los densímetros oscilatorios, que sirva para comparar y seleccionar el mejor procedimiento.

Realizar un estudio sobre los líquidos de referencia o los densímetros patrones que se podrían utilizar para garantizar la trazabilidad metrológica de los densímetros oscilatorios.

## Referencias

[1] Oficina Nacional de Normalización/ Organización Internacional de Metrología Legal NC OIML V2-200:2020, Vocabulario Internacional de Metrología - Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM), (OIML V2-200:2012, IDT)

[2] International Organization for Standardization ISO 15212-1:1998 (E), Oscillation-type density meters. Part 1: Laboratory instruments. Reviewed and confirmed in 2020.

[3] -----ISO 15212-2:2002 (E), Oscillation-type density meters. Part 2: Process instruments for homogeneous liquids. Reviewed and confirmed in 2022.

[4] Sistema Interamericano de Metrología. Guía SIM para la calibración de densímetros de tipo oscilatorios. SIM MWG7/cg-02/v.00 Primera edición, mayo de 2016. ISBN: 978-607-97187-6-3 Disponible en: <https://docplayer.es/69490272-Guia-sim-para-la-calibracion-de-densimetros-de-tipo-oscilatorio.html>

[5] Centro Español de Metrología/ Comité Conjunto de Guías en Metrología JCGM 100, Evaluación de datos de medición, Guía para la expresión de la incertidumbre de medida, Primera edición septiembre 2008 (original en inglés), NIPO EDICIÓN DIGITAL 1: 706-10- 001- 0 en español, traducción 1ª Ed. Sept. 2008. Disponible en: <https://www.cem.es/sites/default/files/gum20digital1202010.pdf>