Ávila, del 27 al 29 de septiembre de 2022

EFECTOS METROLÓGICOS DE LAS PROPIEDADES DE LOS FLUIDOS TRANSMISORES EN LA MEDIDA DE ALTA PRESIÓN: DETERMINACIÓN DE UNA FUNCIÓN DE LA DENSIDAD CON LA PRESIÓN DEL DI-2-ETHYLHEXYL SEBACATE.

Héctor Fuentes González, Francisco Javier Suero Sanchis, Jose Antonio Santana Amado, Francisco Manso Guzmán
Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA). Centro de Metrología y Calibración
Email: fuentesgh@inta.es TIf: 915202089

Ponencia nº SP1-R39-P

RESUMEN:
Se analizan las propiedades de los líquidos utilizados como medio transmisor en la medida de la presión, en concreto del **di-2-ethylhexyl sebacate (D.O.S.)**. Se determina la **influencia de la temperatura, *T*, y, sobre todo, de la presión, *p*, en su valor de densidad**, evaluando su impacto en la presión generada e incertidumbre de medida asociada, en balanzas de presión de máxima precisión. Finalmente se propone una ecuación que modela el comportamiento de la densidad del D.O.S. en función de *T* y *p* y se desarrolla su incertidumbre de uso como medio de mejora de las capacidades metrológicas de los laboratorios de calibración y medida de la presión.

1, INTRODUCCIÓN. EFECTO DE LAS PROPIEDADES DE LOS FLUIDOS EN LA MEDIDA DE PRESIÓN

El comportamiento reológico de los fluidos utilizados en la medida de la presión hidráulica es uno de los aspectos más críticos en el diseño y análisis de los sistemas y patrones de medida En ciertos márgenes de medida parámetros como la **densidad** o la **viscosidad** de dicho medio son fundamentales para la determinación de la presión generada con altos niveles de exactitud.

$$P = \frac{(m_p g_L + M_p g_L)\left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_m}\right) + \sigma 2\pi R_0 - v_S(\rho_a - \rho_f)}{A_0\left(1 + (\alpha_p + \alpha_c)(t - t_0)\right)(1 + \lambda P_N)} + (\rho_f - \rho_a) g_L h$$

Ecuación 1: Presencia de las propiedades del fluido en la Ecuación modelo de la presión generada con una balanza de presión (ecuación de Heydemann y Welch [2] simplificada)

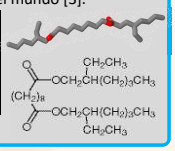
La precisa determinación de la densidad ayuda a reducir la incertidumbre de medida. En general, los métodos de calibración asumen que la densidad de los fluidos hidráulicos puede considerarse constante, alegando que son incompresibles. Sin embargo, esta hipótesis no es válida cuando se quieren lograr ciertos niveles de exactitud metrológica, pudiéndose determinar la densidad de un aceite en un amplio margen de presión para las temperaturas típicas de los laboratorios de calibración.

DI-2-ETHYLHEXYL SEBACATE, DI-OCTYL SEBACATE o D.O.S.

Aceite de la familia de los lubricantes con base de diester. Desarrollado para la aviación militar y comercial británica y norteamericana como lubricante y líquido hidráulicos, por sus niveles particulares de viscosidad a muy bajas y a altas temperaturas, y buen comportamiento en un amplio margen de presiones de trabajo. Actualmente es el fluido hidráulico más empleado en laboratorios de calibración de todo el mundo [3].

Fluido	Densidad a 20°C y 1 013.25 Pa (kg m^{-3})	Viscosidad dinámica (mPa·s)
Hallstar Co. MONOPLEX® DOS (di-2-ethylhexyl sebacate proporcionado por DHI)	**915**	**21,5**

Tabla 1: Especificaciones del fabricante del aceite utilizado.



2. SISTEMA EXPERIMENTAL DE MEDIDA UTILIZADO

Se utiliza una técnica densitométrica de alta precisión, empleando de un densímetro de tubo vibrante [1] para obtener los valores experimentales ***ρ(T,p)***. El periodo de vibración de la celda de medida del densímetro resonante está relacionado con la densidad de la muestra que contiene. El principio de medida está basado en el cálculo de la **frecuencia de resonancia de un oscilador, *f***, consistente en un tubo en forma de "U" de masa conocida que contiene en su interior el líquido cuya **densidad, *ρ***, se desea determinar, excitado electrónicamente de manera que la oscilación sea perpendicular al plano del tubo, evitando que la amplitud de las oscilaciones se vea amortiguada por ningún proceso disipativo. La reproducibilidad del método de medida, se ve asegurada por dos especificaciones: el sistema se comporta de forma estacionaria, y el plano de oscilación está perfectamente definido.

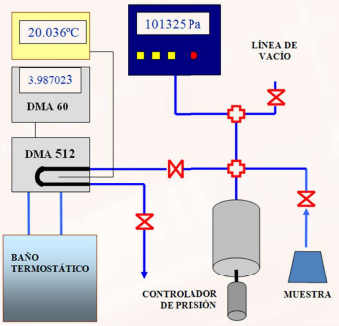


Figura 1: Esquema del densímetro automático de tubo vibrante.

$$\rho = \left(\frac{k}{4\pi^2 V}\right)\frac{1}{f^2} - \frac{M_0}{V} = A(T,p)\cdot\tau^2(T,p) + B(T,p)$$

Ecuación 2: **Ecuación modelo del sistema de medida de la densidad**, donde M_0 es la masa del tubo vacío del oscilador, V su volumen y k su constante elástica, que componen las constantes características del densímetro, A y B independientes del líquido considerado y cuyo valor se determina mediante calibrado previo, utilizando dos referencias: en condiciones de vacío y con agua a diferentes presiones y temperaturas. ***τ*** es el periodo de resonancia, con valor inverso de la frecuencia.

Para la adquisición, control y tratamiento de datos, se usa un software desarrollado en el Laboratorio de calibración de TERMOCAL (Universidad de Valladolid), que permite seleccionar las presiones y temperaturas de trabajo deseadas y ejecuta todo el proceso de medida de forma completamente automática, excepto para las operaciones de llenado y purga de los materiales de muestra.

Se utiliza agua pura desgasificada, de la casa FLUKA, a la que se han asignado densidades de referencia calculadas a través de la ecuación de esta-do de Wagner y Pruss [4].

$$A(T,p) = \frac{\rho_{agua}(T,p)}{\tau^2{}_{agua}(T,p) - \tau^2{}_{vacío}(T,p)}$$

$$B(T,p) = \frac{\rho_{agua}(T,p)}{\tau^2{}_{agua}(T,p) - \tau^2{}_{vacío}(T,p)}\cdot\tau^2{}_{agua}(T,p) - \rho_{agua}(T,p)$$

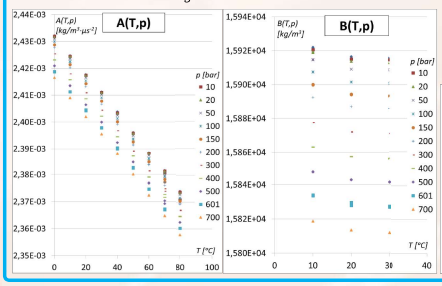
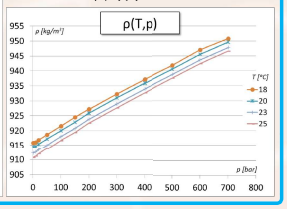


Figura 2: Izqda.: Determinación de los coeficientes *A(T,p)* y *B(T,p)* en vacío y con agua de referencia. Abajo: Valores obtenidos de *ρ(T,p)* para el D.O.S.



3. DETERMINACIÓN DE LA ECUACIÓN DE LA DENSIDAD EN FUNCIÓN DE LA PRESIÓN

A partir de los datos experimentales anteriores se puede llegar a una expresión que modele el comportamiento de la densidad del aceite di-2-ethylhexyl sebacate en función de la presión y la temperatura. Para ello necesitamos ajustar los datos a una ecuación de estado reconocida y válida en los márgenes de funcionamiento deseado. Se ha elegido modelar el parámetro con la ecuación de **Tammann-Tait**.

$$\rho(g/cm^3) = \rho_0 \Big/ \left[1 - C_T \ln\left(\frac{B_T + p}{B_T + p_0}\right)\right]$$

donde:

$$B_T = \sum_{i=0}^{N_c} b_i \left(\frac{T - T_0}{100}\right)^i \qquad C_T = \sum_{i=0}^{N_c} c_i \left(\frac{T - T_0}{100}\right)^i$$

p_0 corresponde a 0,1 MPa, B_T y C_T dependen de T y se obtienen mediante el ajuste de los datos experimentales por aproximación basada en criterios minχ2 y algoritmos iterativos de Newton. Una solución satisfactoria es considerar a C_T como un parámetro ajustable, independiente de T. Los datos calculados arrojan una contribución por aproximación de $0{,}47/\sqrt{12}$ kg/m³ aplicada a una FDP rectangular, aplicada al semi intervalo de la estimación.

4. EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

Para el cálculo de la incertidumbre de la densidad obtenida con el densímetro se ha partido de la ecuación modelo descrita en el apartado anterior y se ha seguido rigurosamente la metodología indicada en la guía EA-4/02 M:2021.

$$u(\rho(T,p)) = \sqrt{\left(\frac{\delta\rho(T,p)}{\delta A(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(A(T,p)) + \left(\frac{\delta\rho(T,p)}{\delta B(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(B(T,p)) + \left(\frac{\delta\rho(T,p)}{\delta\tau(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\tau(T,p))} =$$

$$= \sqrt{(\tau^2(T,p))^2 \cdot u^2(A(T,p)) + u^2(B(T,p)) + (2A(T,p)\cdot\tau(T,p))^2 \cdot u^2(\tau(T,p))}$$

donde:

$$u^2(A(T,p)) = \left(\frac{\delta A(T,p)}{\delta\rho_{agua}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\rho_{agua}(T,p)) + \left(\frac{\delta A(T,p)}{\delta\tau_{agua}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\tau_{agua}(T,p)) + \left(\frac{\delta A(T,p)}{\delta\tau_{vacío}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\tau_{vacío}(T,p)) =$$

$$= \left(\frac{A(T,p)}{\rho_{agua}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\rho_{agua}(T,p)) + \left(\frac{-2A^2(T,p)\cdot\tau_{agua}(T,p)}{\rho_{agua}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\tau_{agua}(T,p)) + \left(\frac{2A^2(T,p)\cdot\tau_{vacío}(T,p)}{\rho_{agua}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\tau_{vacío}(T,p))$$

$$u^2(B(T,p)) = \left(\frac{\delta B(T,p)}{\delta\rho_{agua}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\rho_{agua}(T,p)) + \left(\frac{\delta B(T,p)}{\delta\tau_{agua}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\tau_{agua}(T,p)) + \left(\frac{\delta B(T,p)}{\delta\tau_{vacío}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\tau_{vacío}(T,p)) =$$

$$= \left(\frac{\tau^2{}_{agua}(T,p)\cdot A(T,p)}{\rho_{agua}(T,p)} - 1\right)^2 u^2(\rho_{agua}(T,p)) + \left(\frac{-2\tau^2{}_{vacío}(T,p)\cdot\tau_{agua}(T,p)\cdot A^2(T,p)}{\rho_{agua}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\tau_{agua}(T,p)) + \left(\frac{2\tau_{vacío}(T,p)\cdot\tau^2{}_{agua}(T,p)\cdot A^2(T,p)}{\rho_{agua}(T,p)}\right)^2 \cdot u^2(\tau_{vacío}(T,p))$$

NOTA: En aquellos casos donde no se dispone de función o esta es compleja (ecuación de Wagner-Pruss [4]), se han calculado rampas de sensibilidad por análisis de tangentes.

5. ECUACIÓN DE DENSIDAD DEL D.O.S. POR LA ECUACIÓN DE ESTADO DE TAMMANN-TAIT

$$\rho(kg/m^3) = \frac{\rho_0 \cdot 10^3}{\left[1 - C_T \ln\left(\frac{B_T + p}{B_T + p_0}\right)\right]} \pm 7\cdot 10^{-4}\cdot\rho(kg/m^3)$$

donde:

$T_0 = 283{,}15\ K$ $\qquad p_0 = 0{,}1086\ MPa$

$\rho_0 = 1{,}0618 - 2{,}8512\cdot 10^{-4}\cdot t - 8{,}4325\cdot 10^{-7}\cdot t^2 + 3{,}4578\cdot 10 - 10\cdot t^3$

$B_T = 3{,}3418\cdot 10^{-2} - 5{,}9382\cdot 10^{-1}\cdot t - 4{,}2673\cdot 10^{-5}\cdot t^2 \quad [MPa]$

$C_T = 0{,}0952$

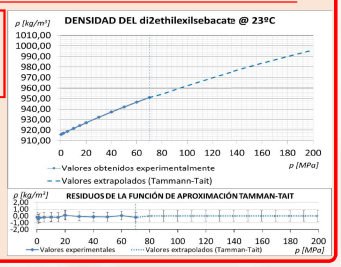


Figura 3: a) Gráfico *ρ(23ºC,p)* obtenido por aproximación con la ecuación de Tammann-Tait, para el D.O.S. b) Residuos de la aproximación.

6. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos validan el método presentado, empleado para medir la densidad del el di2-ethylhexyl sebacate. Se propone una ecuación de uso para calcular *ρ* a cualquier *T* (18÷25) ºC y *p* < 200 MPa con incertidumbres de 70 ppm. En las representaciones gráficas se han extrapolado valores hasta 200 MPa, considerados razonablemente válidos, dada la solidez y reconocimiento de la función empleada en la aproximación. No obstante, se aconseja que en el tratamiento de la incertidumbre en la zona de extrapolación se prevea un margen de seguridad.

REFERENCIAS

[1] José J. Segovia, Olivia Fandiño, Enriqueta R. López, Luis Lugoa, Ma. Carmen Martín, Josefa Fernández. *Automated densimetric system: Measurements and uncertainties for compressed fluids*. J. Chem. Thermodynamics (2009). http://www.elsevier.com/locate/jct
[2] Heydemann P. L. M., Welch B. E., *Piston Gages, In Experimental Thermodynamics of Non-reacting Fluids.* Edited by B. Le Neindre and B. Vodar, London, Butterworths, 1975, 147-202.
[3] C.L. Giusca, I. Severn, J. Greenwood. *The Influence of Hydraulic Fluids on Pressure Balance Calibration Results*. Joint 21st AIRAPT and 45th EHPRG Int. Conf. on High Pressure Science and Technology. Journal of Physics: Conference Series 121 (2008). IOP Publishing.
[4] W. Wagner, A. Pruss, J. Phys. Chem. Ref. Data 31 (2002) 387–535.