

Desarrollo de Patrón Primario para Presión Neumática en Modo Diferencial con Incertidumbre Total de Hasta 0,01 Pa

Arnstein Ovredal

Prima Process Metrology, S.L.U. c/. Chile, 10, Oficina 202. Edif Madrid92. - 28290 LAS MATAS, Madrid.
Tel. +34 916307575 Correo electrónico: arnstein@primametrology.com.

RESUMEN: Los patrones primarios de referencia para las muy bajas presiones neumáticas usados por laboratorios nacionales y de alto nivel, muchas veces son balanzas del tipo “flujo constante”, cuyos principios metroológicos no son tan primarios como los de las balanzas convencionales, entre otras cosas, porque el modelo teórico no es tan sencillo. En general dependen de parámetros adicionales como la regulación del caudal para ese flujo constante. Debido a que estas influencias adicionales pueden ser difíciles de medir, cuantificar, y asignarles incertidumbres precisas, he construido un sistema patrón alternativo más sencillo y más primario basado únicamente en la balanza de presión tradicional. Mediante el uso de 2 conjuntos pistón-cilindro de gran diámetro (32 mm) y pistón de peso ligero de acero inoxidable, he obtenido unos resultados muy satisfactorios, habiendo realizado pruebas con 3 módulos electrónicos digitales de medición de presión diferencial con rango de ± 500 Pa (resolución de 0,001 Pa), rango de ± 2500 Pa (resolución de 0,01 Pa), y rango de ± 7500 Pa (resolución de 0,01 Pa). La incertidumbre total ($K=2$) analizada, considerando todos los parámetros influyentes, puede llegar a ser hasta 0,01 Pa para los valores de presiones diferenciales más bajas.

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Problemas asociados a la medición y control de muy bajas presiones

La calibración de pequeñas diferencias de presión siempre ha sido una tarea difícil debido principalmente a su dificultad de control. La ley de gases ideales (Presión * Volumen = Temperatura * constante) nos dice que cuando el volumen es constante (circuito de gas cerrado), la estabilidad de la presión es proporcional a la estabilidad de la temperatura. La temperatura de todos los componentes conectados al circuito como del patrón, el equipo a calibrar, las tuberías, las válvulas, la bomba, etc. afecta a la estabilidad de la presión. Si el circuito tiene una parte abierta al ambiente (ej. modo relativo), el problema es todavía mayor debido a las corrientes de aire del aire acondicionado, puertas y ventanas abiertas, y las variaciones barométricas. El problema principal para las calibraciones de bajas presiones en modo diferencial, no suele ser la medición, si no el control. Para la medición, la parte importante es más bien la disponibilidad de un sistema de referencia que mantenga sus características metroológicas estables a largo plazo.

1.2 Disponibilidad de patrones y su trazabilidad

Ha habido varios ejemplos de referencias estables como las balanzas de flujo constante y convencionales empleadas en modo diferencial (midiendo pequeñas diferencias entre dos presiones más grandes generadas por dos conjuntos pistón-cilindro). Un problema asociado a patrones del tipo flujo constante sería justificar su trazabilidad con relación a otros patrones de nivel superior. Por ejemplo, cuando el fabricante de la FPG8601 hace el análisis de incertidumbre [5], su trazabilidad viene a través de una balanza convencional en el modo relativo, pero sólo a partir de 5000 Pa. A presiones más bajas y en el modo absoluto, no especifica ninguna referencia aunque el rango del instrumento era hasta 0 Pa. La incertidumbre de la balanza convencional usada para dar trazabilidad al sistema, tenía un componente mínimo fijo de incertidumbre de 0,05 Pa que no viene reflejado en el presupuesto de incertidumbre del aparato. La estabilidad de control de las presiones más bajas típicamente es

el componente de incertidumbre dominante y el fabricante no ha incluido esa parte como incertidumbre tipo B asociado al equipo. Adicionalmente, entre sus características metrológicas hay parámetros adicionales que deben ser difíciles de cuantificar en comparación con una balanza de presión convencional.

2. DESARROLLO/DESCRIPCIÓN

2.1 Patrón basado en la balanza convencional

Después de analizar el estado actual del mercado de patrones primarios estables y trazables quise encontrar una solución “buena y barata” para el uso propio en nuestro nuevo laboratorio. Recordé que en mi trabajo en el Reino Unido teníamos una balanza patrón convencional CEC Bell & Howell (Pasadena, California, EEUU) modelo 6-201 Primary Standard, capaz de mantener las presiones muy estables sobre el rango de 0,3 ... 5 psi (20 ... 350 hPa). También tenían ese modelo de balanza en el National Physical Laboratory, y un banco preparado para la comparación de los pistones de la misma marca.

El modelo había sido fabricado desde principios de los años 60 hasta finales de los 80, así que decidí buscar unidades similares de segunda mano en venta. Producto de esa búsqueda, encontré en Canadá, una balanza completa en buen estado, y según la documentación que viene con el instrumento, la balanza fue fabricada en los años 60. En cuanto a sus características principales, se puede destacar que los pistones y el juego de masa son de acero inoxidable, tiene un pistón de rango 20 ... 350 hPa, de gran diámetro (32 mm) y el juego de masas suma un total de 3,5 Kg. El centro de gravedad del conjunto pistón-cilindro está en la parte baja de la columna de masas, y las masas son de grosor fino y gran diámetro. El pulido de las superficies de contacto entre el pistón y el cilindro es tan brillante como un espejo, tal como se puede apreciar en la Figura 1.

Para aprovechar sólo la parte de soporte para el pistón y el motor eléctrico, desmonté la base del instrumento, ya que el motor eléctrico en realidad solamente es necesario para usar en modo absoluto con la campana de vacío. El soporte para el pistón es de latón, y por lo tanto un muy buen conductor térmico con contacto directo. Debido a que en la base original no había ninguna toma para el sensor de temperatura, encargué a un taller taladrar un pozo para un sensor PT100 de 4 hilos y de 3 mm de diámetro y 30 mm de profundidad en el soporte de latón. Diseñé una nueva base de instrumento mucho más grande que el original del fabricante eliminando problemas conocidos como los efectos aerodinámicos y poco espacio en el interior. La base tiene una campana de vacío de cristal para permitir su uso en modo absoluto y hasta 3 sensores para la medición del vacío residual.

2.2 Probando el nuevo diseño de base de balanza

2.2.1 Estabilidad de control

Después de experimentar con diferentes métodos de limpieza los conjuntos pistón-cilindro, hice pruebas de estabilidad de control y los resultados fueron muy buenos ya que ésta, era superior a las de otras balanzas que teníamos. Conectados con equipos electrónicos con resolución de 0,01 Pa, las lecturas eran completamente estables.

2.2.2 Trazabilidad

Para dar trazabilidad básica al sistema, enviamos a un laboratorio acreditado ISO17025 especializado en la calibración de balanzas de presión, el primer conjunto pistón-cilindro adquirido cuyo número de serie es P1-157 / C1-236. Pedí al laboratorio de calibración que incluyera puntos de presión hasta la más mínima posible y también que la incertidumbre fuese la mejor. Hicieron la calibración por comparación con su balanza convencional con un conjunto

pistón-cilindro de diámetro 50 mm y la incertidumbre de la calibración del área efectiva, fue de 38 PPM que inicialmente fue satisfactoria.



Figura 1: Pistón del conjunto pistón-cilindro P1-371 / C1-353

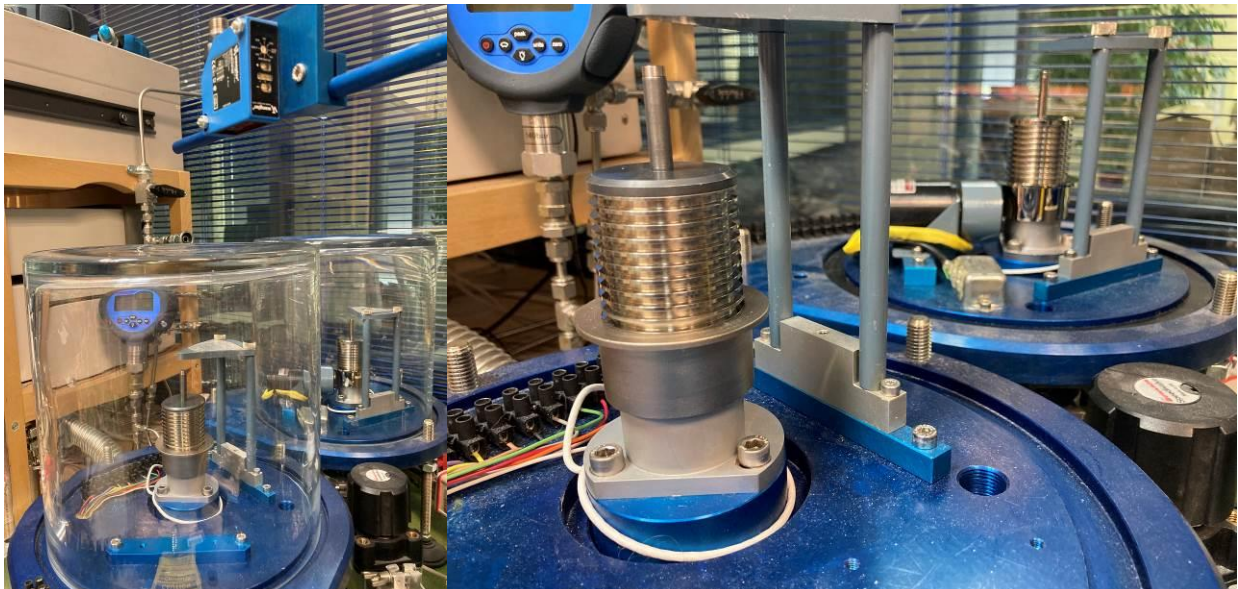


Figura 2: Conjuntos pistón-cilindro montados en base prototipo para modo absoluto y relativo

2.2.3 Modo diferencial

Con los buenos resultados conseguidos, decidimos adquirir más unidades, y actualmente disponemos de 9 conjuntos pistón-cilindro del rango de 20 ... 350 hPa y 12 unidades del rango de 100 ... 3500 hPa. Al tener varias unidades del mismo modelo y rango, hice experimentos de

comparación entre ellos usando el método de flotación cruzada y también mediante el uso de un sensor diferencial de alta resolución. Fue sorprendente la precisión, sensibilidad y reacciones a pequeñas variaciones de masa, y sobre todo la similitud de la presión generada entre una combinación de conjunto pistón-cilindro, juego de masas y otros conjuntos. En la siguiente sección, analizaremos los datos originales de tolerancia de fabricación de los años 60 del fabricante con los datos de calibración recientes y también los resultados usando dos conjuntos pistón-cilindro del mismo rango en modo diferencial.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Patrón de balanzas convencionales en modo diferencial

Se trata de experimentos realizados con un patrón tipo tradicional de 2 conjuntos pistón-cilindro donde medimos la diferencia entre la presión generada simultáneamente por ambos. En este caso empleamos unos conjuntos pistón-cilindro cuyas características metroológicas se adaptan especialmente bien para un patrón de este tipo al combinarlos con unas bases prototipos diseñadas por nuestra empresa.

3.2 Datos de calibración de los 2 conjuntos pistón-cilindro

Usamos dos conjuntos pistón-cilindro del mismo modelo CEC 6-201 Primary Standard y rango de presión (20 ... 350 hPa), y de área efectiva nominal de 1,25 in² (= 8,0645E-4 m²) @ 75 F [2].

Los datos extraídos del certificado de calibración [3] del conjunto pistón-cilindro son los siguientes:

Área efectiva a 20 °C y a presión cero: 8,06335E-4 m² ±0,00031E-4 m² (38 ppm).

Coeficiente de deformación por la presión: 0,0E0 MPa⁻¹.

Coeficiente de dilatación por temperatura: 21,6E-6 °C⁻¹.

Masa real del pistón: 170,1230 g

La calibración del segundo conjunto pistón-cilindro la hice usando el método de comparación directa mediante flotación cruzada e indirecta, combinado con un sensor de presión diferencial de muy alta resolución y los resultados resumidos en la Tabla 1.

Presión [Pa]	Ap @ 20 °C [m ²]	Δ (promedio) [PPM]	Ap @ 23,889 °C (75 F) [m ²]	1,25 in ² [m ²]	Δ (nominal) [PPM]
34903,00	8,063799E-4	4,4	8,064476E-4	8,0645E-4	-3
29976,12	8,063774E-4	1,3	8,064451E-4	8,0645E-4	-6
24911,16	8,063763E-4	-0,1	8,064440E-4	8,0645E-4	-7
19984,66	8,063765E-4	0,2	8,064442E-4	8,0645E-4	-7
14920,60	8,063758E-4	-0,7	8,064435E-4	8,0645E-4	-8
9994,84	8,063742E-4	-2,7	8,064419E-4	8,0645E-4	-10
4931,04	8,063744E-4	-2,4	8,064421E-4	8,0645E-4	-10
Promedio:	8,063764E-4		8,064441E-4	8,0645E-4	-7

Tabla 1: Calibración del conjunto pistón-cilindro P1-371 / C1-353

Podemos extraer las siguientes conclusiones de los datos:

- 1) El coeficiente de deformación es despreciable o cero (igual que en los resultados de la calibración realizada en laboratorio externo).
- 2) La diferencia entre el valor del área de un pistón y el otro es aproximadamente 0,005 % que es indicativo a que no ha habido una deriva relativa significativa del área efectiva durante los últimos 50 años.

3.3 Deriva despreciable o casi nula durante los últimos 50 años

Según el manual del fabricante [2], los conjuntos pistón-cilindro para el rango de 20 ... 350 hPa fueron diseñados con una tolerancia del área efectiva del valor nominal de 1,25 pulgadas cuadradas ($=8,0645E-4 \text{ m}^2$) a 75 F ($=23,889 \text{ }^\circ\text{C}$) del 0,01 % (100 ppm). Si corregimos el valor del área efectiva a presión cero y a 20 $^\circ\text{C}$, según certificado de calibración [3] a una temperatura de 23,889 $^\circ\text{C}$ ($= 75 \text{ F}$), el valor es el siguiente: $8,064027E-4 \text{ m}^2$.

En base a estos datos podemos observar que:

- 1) La tolerancia o exactitud original de fabricación en los años 60 de 0,01 % del área efectiva a 23,889 $^\circ\text{C}$ ($1,25 \text{ in}^2 @ 75 \text{ F} = 8,0645E-4 \text{ m}^2$) se ha mantenido hasta el año 2019 a pesar de que los dos conjuntos han sido usados durante más de 50 años.
- 2) La tolerancia en el año 2019 del primer conjunto pistón-cilindro (P1-157 / C1-236) calibrado es de 0,0059 % (difiere $0,000473E-4 \text{ m}^2$ con referencia al valor nominal de diseño @ 75 F), lo cual supone que la deriva durante los últimos 50 años ha sido despreciable o casi nula.
- 3) La tolerancia en el año 2021, del segundo conjunto pistón-cilindro (P1-371 / C1-353) calibrado es de 0,0007 % (difiere $0,000059E-4 \text{ m}^2$ con referencia al valor nominal de diseño a 75 F), lo cual supone que la deriva durante los últimos 50 años ha sido despreciable o casi nula.

3.4 Mediciones en modo diferencial

Una vez teniendo la trazabilidad garantizada sobre el rango de 50 ... 350 hPa de ambos conjuntos pistón-cilindro, el siguiente paso fue traducir este conocimiento a presiones más pequeñas en modo diferencial. Como herramientas de trabajo usamos los dos conjuntos pistón-cilindro CEC anteriormente detallados en modo diferencial, aplicando la presión nominal alrededor de 50 hPa de cada conjunto a 3 medidores de presión diferencial de diferentes rangos:

Módulo digital Additel ADT160A con rango de $\pm 7500 \text{ Pa}$ número de serie 00517510005.

Módulo digital Additel ADT155 con rango de $\pm 2500 \text{ Pa}$ número de serie 00520460002.

Módulo digital Additel ADT160A con rango de $\pm 500 \text{ Pa}$ número de serie 00518410007.

En la Figura 3 podemos ver imágenes de los 3 equipos electrónicos usados para las comparaciones.



Figura 3: Módulos electrónicos digitales para presiones bajas modo diferencial

Las primeras pruebas fueron realizadas en modo relativo (referencia abierta al ambiente) con el módulo de rango ± 7500 Pa por comparación directa con ambos conjuntos pistón-cilindro, pero por separado entre -75 hPa y $+75$ hPa. Los resultados se pueden ver en Tabla 2 (puntos de presión en modo relativo negativo) y Tabla 3 (puntos de presión en modo relativo positivo).

P1-371/C1-353 [Pa]	Corr. ADT160A [Pa]	Σ [Pa]	P1-157/C1-236 [Pa]	Corr. ADT160A [Pa]	Σ [Pa]
-4931,17	0,31	0,00	-4928,90	0,30	0,03
-7445,87	0,46	0,03	-7444,22	0,45	0,02

Tabla 2: Calibración en modo relativo negativo del módulo ADT160A de ± 7500 Pa

P1-371/C1-353 [Pa]	Corr. ADT160A [Pa]	Σ [Pa]	P1-157/C1-236 [Pa]	Corr. ADT160A [Pa]	Σ [Pa]
2066,89	-0,07	0,01	2067,11	-0,07	0,01
4931,17	-0,38	0,02	4928,90	-0,39	0,01
7445,84	-0,56	0,03	7444,19	-0,50	0,05

Tabla 3: Calibración en modo relativo positivo del módulo ADT160A de ± 7500 Pa

Podemos observar que:

- 1) Las correcciones del dispositivo bajo prueba son casi idénticas usando los dos patrones independientes lo cual era de esperarse, y simplemente es una confirmación de que los dos patrones dan los mismos resultados al usarlos por separado, dentro de las limitaciones del dispositivo bajo prueba.

- 2) Se ve claramente que las correcciones asociadas al dispositivo bajo prueba se van reduciendo al disminuir la presión aplicada.

La siguiente prueba se hizo a presiones más bajas en modo diferencial calculando en tiempo real, la presión generada por cada conjunto pistón-cilindro y restando la diferencia entre ellos.

P1-371/C1-353 [Pa]	P1-157/C1-236 [Pa]	Δ [Pa]	Lectura ADT160A [Pa]	Corr. ADT160A [Pa]	σ [Pa]
4931,169	4928,904	-2,265	-2,26	-0,005	0,002
4931,117	5032,260	101,102	101,10	0,002	0,002
4931,149	5170,045	238,896	238,90	-0,004	0,007
4931,150	5273,403	342,253	342,25	-0,003	0,005
4931,148	5376,759	445,611	445,60	0,011	0,006
4931,149	5480,115	548,966	548,99	-0,024	0,001

Tabla 4: Módulo ADT160A-05-DP30 (NS: 00517510005) de rango ± 7500 Pa

Los resultados en los 6 puntos de comparación entre 0 y 550 Pa en modo diferencial demuestran que:

- 1) Las correcciones del dispositivo bajo prueba son casi inexistentes y que la desviación estándar (grados de libertad = 2) es inferior a la resolución del dispositivo bajo prueba.
- 2) La presión generada por cada balanza ha sido dentro de su rango calibrado lo cual significa que no hay duda sobre la trazabilidad internacional.

Las siguientes pruebas se hicieron con el módulo ADT155 cuyo rango era de ± 2500 Pa. Primero se hicieron en 2 puntos en modo relativo por debajo del rango calibrado del conjunto pistón-cilindro, a 2000 y a 2500 Pa (en el certificado de calibración, la presión mínima era 5000 Pa) y repitiendo el punto de 2000 Pa, en modo diferencial con presión en modo común de 5000 Pa. Después, añadimos 8 puntos para tener un total de 9 puntos en modo diferencial y 2 puntos en modo relativo.

P1-371/C1-353 [Pa]	P1-157/C1-236 [Pa]	Δ [Pa]	Lectura ADT155 [Pa]	Corr. ADT155 [Pa]	σ [Pa]
4931,137	4928,858	-2,279	-2,27	-0,014	0,012
4931,138	5032,218	101,080	101,09	-0,008	0,004
4931,137	5170,014	238,877	238,89	-0,016	0,012
4931,139	5273,377	342,237	342,25	-0,014	0,003
4931,139	5376,735	445,596	445,62	-0,027	0,003
4931,125	5480,073	548,948	548,99	-0,042	0,004
4931,125	5962,874	1031,749	1031,83	-0,081	0,003
4931,122	6410,737	1479,615	1479,75	-0,135	0,006
4931,122	6996,414	2065,292	2065,46	-0,168	0,005
0,000	2067,083	2067,083	2067,25	-0,167	0,001
0,000	2414,307	2414,307	2414,49	-0,183	0,007

Tabla 5: Módulo ADT155-05-DP10 (NS: 00520460002) de rango ± 2500 Pa

Observamos que:

- 1) De nuevo, las correcciones bajan, cuando la presión diferencial disminuye y que la desviación estándar (grados de libertad = 2) en general es inferior a la resolución del dispositivo bajo prueba.
- 2) La corrección del dispositivo bajo prueba es igual en modo relativo como en el diferencial, al mismo valor nominal de presión (2000 Pa en este caso).
- 3) Lo anterior demuestra que el área efectiva del conjunto pistón-cilindro es igual a 2000 Pa que a 5000 Pa.
- 4) A 2000 Pa el conjunto pistón-cilindro usado por sí solo, es un patrón válido y de prestaciones similares a las que tiene a 5000 Pa.

Las últimas pruebas realizadas las hice con el dispositivo bajo prueba de rango ± 500 Pa. Creo que la tecnología del sensor tiene sus límites y amplificando la ganancia de la electrónica sólo resulta que el dispositivo sea menos estable en términos relativos.

P1-371/C1-353 [Pa]	P1-157/C1-236 [Pa]	Δ [Pa]	Lectura ADT160A [Pa]	Corr. ADT160A [Pa]	σ [Pa]
4931,137	4928,858	-2,279	-2,265	-0,014	0,012
4931,138	5032,218	101,080	101,088	-0,008	0,004
4931,137	5170,014	238,877	238,893	-0,016	0,012
4931,139	5273,377	342,237	342,252	-0,014	0,003
4931,139	5376,735	445,596	445,623	-0,027	0,003

Tabla 4: Módulo ADT160A-05-DP2 (NS: 00518410007) de rango ± 500 Pa

Podemos observar que:

- 1) Los resultados no demuestran una mejora significativa de la desviación estándar (grados de libertad = 2) a pesar de que la resolución del dispositivo era 10 veces superior a los dos dispositivos anteriores.
- 2) Las correcciones no eran inferiores comparadas con los dispositivos de rangos mayores sobre la misma escala de 0 ... 500 Pa.
- 3) La sensación durante las pruebas fue que las lecturas de presión eran menos estables en término absoluto comparado con los rangos anteriores.
- 4) La resolución de 0,001 Pa era demasiado elevada (equivalente a 1 ppm del rango de ± 500 Pa) para el tipo de sensor.

3.5 Videos de demostración de la precisión y la estabilidad de control

Durante las pruebas anteriores hemos grabado los 3 videos siguientes para destacar las prestaciones del sistema que he presentado en este documento:

- 1) La precisión del sistema observando la reacción del dispositivo bajo prueba de rango ± 7500 Pa, al añadir una masa pequeña de 10 mg (aproximadamente equivalente a un cambio de la presión de 0,12 Pa).

- 2) La estabilidad de control del sistema de aproximadamente $\pm 0,005$ Pa, durante más de 1 minuto, a una presión diferencial generada de 445 Pa.
- 3) La dinámica de los dos conjuntos pistón-cilindro girando en las bases prototipos nuevos.

4. CONCLUSIONES

4.1 Estabilidad de control de la presión

Hemos conseguido crear un sistema patrón para las muy bajas presiones cuya estabilidad de control de aproximadamente $\pm 0,005$ Pa supone una bajada importante de la incertidumbre ya que suele ser un componente dominante.

4.2 Mediciones trazables

Los patrones han sido usados dentro de su rango calibrado lo cual garantiza la trazabilidad de las mediciones. Adicionalmente, se ha podido demostrar que el área efectiva del conjunto pistón-cilindro es el mismo a 2000 Pa que a 5000 Pa, presión nominal. Hemos reservado cita en el Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) para la calibración de los dos conjuntos pistón-cilindro en mayo 2023. También disponemos de un conjunto pistón-cilindro ya calibrado en el PTB con una incertidumbre de 15 PPM del área efectiva @ 35000 Pa que tenemos previsto comparar también con los dos conjuntos usados en estas pruebas y así intentar bajar todavía más la incertidumbre del sistema.

4.3 Patrón muy estable y de deriva a largo plazo despreciable

Hemos visto que el valor del área efectiva de los dos conjuntos pistón-cilindro se han mantenido dentro de la misma tolerancia que tenían hace 50 años a pesar de que han sido usados durante todo ese tiempo. Este hecho, junto con los muy buenos datos que hemos conocido con otros conjuntos pistón-cilindro de antigüedad similar, es una confirmación de la deriva despreciable o casi nula de algunos dispositivos de este tipo.

5. REFERENCIAS

- [1] R.S. Dadson, S.L. Lewis, G.N. Peggs, *"The Pressure Balance: Theory and Practice"* (HMSO, London, 1982).
- [2] CEC Bell & Howell, *"Type 6-201-0001 Primary Pressure Standard - Operation and Maintenance Manual"*, Manrovia, California, 1963.
- [3] Minerva, *"Certificate number 4190966"*, RvA K048, Amersfoort, August 2019.
- [4] Minerva, *"Certificate number 4190967"*, RvA K048, Amersfoort, July 2019.
- [5] Fluke Calibration, *"Typical pressure measurement uncertainty defined by an FPG8601 Force Balanced Piston Gauge"*, 2090TN05 Revised 2004 March 26.