

Krzysztof FLAKIEWICZ

GŁÓWNY URZĄD MIAR, ZAKŁAD FIZYKOCHEMII, LABORATORIUM WILGOTNOŚCI

Błędy histerezy w pomiarach wilgotności względnej

Mgr Krzysztof FLAKIEWICZ

Absolwent Wydziału Fizyki Uniwersytetu Warszawskiego. Kierownik Laboratorium Wilgotności w Głównym Urzędzie Miar. Autor wzorców odniesienia jednostek miary wilgotności – temperatury punktu rosy i wilgotności względnej w Laboratorium Wilgotności GUM. Zainteresowana: konstrukcja urządzeń, opracowywanie metod i budowa stanowisk wzorcowych w dziedzinie wilgotności.



e-mail: humidity.KF@gum.gov.pl

Streszczenie

W pomiarach wilgotności względnej najczęściej wykorzystywane są czujniki sorpcyjne (głównie pojemnościowe) i psychrometryczne. W przypadku czujników psychrometrycznych dobra odtwarzalność zależy w praktyce od staranności i poprawności ich obsługi. Dlatego też w pracy omówiono zagadnienia powtarzalności i odtwarzalności w odniesieniu do higrometrów z czujnikami sorpcyjnymi, gdzie wpływ historii pomiaru na zmiany ich charakterystyk jest niezwykle istotny. Starzenie się czujników, kumulacja zanieczyszczeń i historia pomiaru (błędy histerezy) mają zasadniczy wpływ na wyniki pomiarów i wzorcowania przyrządów. W konsekwencji sposób przeprowadzania wzorcowania, przedstawiania i interpretacji jego wyników jest bardzo istotny dla dokładności i jednoznaczności pomiarów wykonywanych przez użytkownika przyrządu. W pracy przedstawiono przykładowe wyniki pomiarów wykonywanych podczas wzorcowania, omówiono ich opracowanie oraz sposoby końcowego przedstawiania, z uwzględnieniem dostosowania zakresu podawanych informacji do realnych potrzeb użytkownika przyrządu.

Słowa kluczowe: wilgotność względna, błędy histerezy, niepewność, wzorcowanie, powtarzalność, odtwarzalność.

Hysteresis errors in the relative humidity measurements

Abstract

In the relative humidity measurements mostly are used sorptive (esp. capacitive) and psychrometric sensors. In case of the psychrometric sensors good repeatability and reproducibility depends in practice on the care and correctness of its maintenance. Therefore in this paper are discussed questions concerning the repeatability and reproducibility of the hygrometers with the sorptive sensors, where the history of the measurements affect their characteristics is very important. Ageing of sensors, accumulation of impurities and history of the measurement (hysteresis errors) have the crucial influence on the results of measurements and calibration of instruments. In consequence the method of the calibration, form of presentation and interpretation of its results is very important for accuracy and unambiguity of measurement carried out by the operator of the instrument. In this paper are presented the example results obtained during calibration, was discussed their preparation and means of final presentation taking into account fitting the range of given information to the real necessity of the user of instrument.

Keywords: relative humidity, hysteresis errors, uncertainty, calibration, repeatability, reproducibility.

1. Wstęp

Wilgotność względna powietrza jest obok temperatury i ciśnienia trzecim istotnym parametrem, służącym do określania warunków środowiskowych. Z tego tytułu jest znaczne zapotrzebowanie na usługi kalibracji higrometrów i

termohigrometrów. Dla oznaczania wilgotności względnej powszechnie stosowany jest skrót *RH*, pochodzący od określenia angielskiego relative humidity.

W pomiarach środowiskowych najczęściej wykorzystywane są higrometry i termo-higrometry, w których głównie stosowane są impedancyjne sorpcyjne czujniki cienkowarstwowe – pojemnościowe lub rezystancyjne. Czujnik taki stanowi więc kondensator lub rezystor, którego dielektryk lub (odpowiednio) materiał przewodzący jest higroskopijny. Jako takie materiały najczęściej wykorzystywane są tworzywa sztuczne (np. poliamidy) poddawane odpowiedniej obróbce technologicznej, będącej tajemnicą producentów. Z punktu widzenia cząsteczek wody struktura warstwy tworzywa jest porowata.

Pojemność lub rezystancja czujnika są skorelowane z wilgotnością otaczającego powietrza w wyniku sorpcji i desorpcji cząsteczek pary wodnej w jego warstwie higroskopijnej. Dlatego też charakter sorpcji decyduje o właściwościach czujników. Ponieważ sorpcja jest procesem, w którym histereza jest bardzo wyraźna i zróżnicowana w charakterze, również przyrządy z czujnikami sorpcyjnymi wykazują podobne właściwości. Istotną właściwością czujników sorpcyjnych jest zależność charakterystyki od historii pomiarów, zwłaszcza, gdy pomiary wykonywane są również w wyższych wilgotnościach – w przybliżeniu powyżej 80 % *RH*. W tym przypadku istotny jest również czas trwania pomiaru wysokiej wilgotności, gdyż przy dłuższym pomiarze może nastąpić „nasiąkanie” czujnika – jego wskazania nie mogą się długo ustabilizować i płyną w kierunku dużych wilgotności. Można to w przybliżeniu wytłumaczyć zmianą charakteru sorpcji z powierzchniowej (na wewnętrznych powierzchniach porowatej struktury tworzywa) na objęściową (wypełnianie porów w całej objętości). Taki „nasiąknięty” czujnik potrzebuje dłuższego czasu na oddanie zgromadzonej wody i jego wskazania są długo zawyżone – może to być kwestia kilku godzin, lub nawet dni.

Już po takim uproszczonym przedstawieniu zjawisk wykorzystywanych w pomiarach wilgotności względnej widać ich złożoność, która rzutuje zarówno na podejście do kalibracji takich przyrządów, jak i do sposobu prezentowania wyników. Istotne jest tutaj nie tylko jak najbardziej ściśle przedstawianie wyników pomiarów, ale także przystępność i zrozumiałość dla przeciętnego użytkownika. Wzorcowanie higrometru polega na porównaniu jego wskazań ze wskazaniami przyrządu wzorcowego dla różnych wilgotności. Z tego powodu cełowym jest wybór takiego zbioru punktów wzorcowania, aby można było podać na świadectwie wzorcowania jak najwięcej użytecznych i zrozumiałych informacji przy jak najmniejszej pracochłonności, a zatem i kosztach wzorcowania.

2. Badania

Badania charakterystyk przeprowadzane były na stanowisku pomiarowym S03, przeznaczonym do wzorcowania higrometrów, termohigrometrów i psychrometrów. Procedura wzorcowania była zgodna z opracowaną przez Laboratorium instrukcją wzorcowania [1], w której jest opisana szczegółowo metodyka pomiaru, sposób postępowania oraz modele pomiaru i szacowania niepewności, które są zgodne z wymaganiami [2]. Pomiary wykonywano w komorze klimatycznej, odpowiednio przystosowanej do celów kalibracji termo-higrometrów i psychrometrów. Stosowane były następujące wzorce odniesienia: temperatury punktu rosy – higrometr punktu rosy z chłodzonym lustrem o niepewności rozszerzonej pomiaru temperatury punktu rosy 0,03 °C i

termometr wzorcowy o niepewności rozszerzonej pomiaru temperatury $0,02\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dla niepewności rozszerzonych przyjmowany był współczynnik rozszerzenia $k=2$. Wilgotność względna odniesienia wyliczana była z zależności:

$$RH = \frac{p_s(t_{dp})}{p_s(t)} \cdot 100\% \quad (1)$$

gdzie:

RH - wilgotność względna,

$p_s(t_{dp})$ - ciśnienie cząstkowe nasyconej pary wodnej w temperaturze t_{dp} , mierzonej przez higrometr punktu rosy,

$p_s(t)$ - ciśnienie cząstkowe nasyconej pary wodnej w w temperaturze t , mierzonej przez termometr wzorcowy.

Ciśnienia wyliczane są z zależności podanych w pracy [3].

Bazując na doświadczeniu, uzyskanym podczas wieloletnich wzorcowania, przyjęto program badań zachowania czujników w zakresie pomiarowym $(28 \div 90)\%$ RH. Pomiary wykonywane były w trzech pętłach, w nominalnych punktach wilgotności: 28 %, 48 %, 75 % i 90 %. Każda pętla zaczynała się od wartości najmniejszej i dochodziła odpowiednio do wartości maksymalnej 90 %, 75 % i 48 %, a za każdy razem kończyła się na wartości minimalnej 28 %. W każdym punkcie nominalnej wilgotności czas potrzebny do jej stabilizacji wynosił około 2 godzin. Przyjmowano, że układ się ustabilizował, gdy zmiany wilgotności względnej nie były większe niż $\pm 0,1\%$ RH w czasie 0,5 godziny.

Wpływ historii pomiarów na wyniki wzorcowania był zauważalny już przy pierwszych badaniach. Szczególnie wyraźne były efekty, gdy przechodzono w pomiarach od wysokich do niskich wilgotności. Im wyższe wilgotności oddziaływały na czujnik przed wykonaniem danego pomiaru, tym większy rozrzut charakterystyk był obserwowany, przy czym istotny był również czas narażenia wysokich wilgotności na czujnik. Jako górną granicę wysokich wilgotności zastosowaną w badaniach przyjęto 90 % RH. Typowe wilgotności występujące w większości pomieszczeń zamkniętych (produkcyjnych i magazynowych), nie przekraczają zazwyczaj tej granicy. W pomieszczeniach przeznaczonych do prac biurowych, laboratoryjnych i podobnych wilgotność nie przekracza 70 %. W takich warunkach czujniki nie są narażone na „nasiąkanie” i problem histerezy jest do pominięcia.

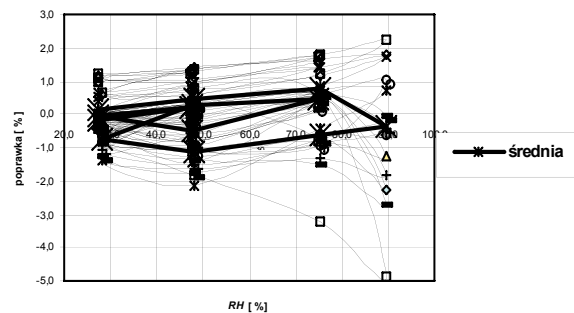
3. Wyniki pomiarów

Wyniki pomiarów dla próbki zawierającej zarówno sondy nowe jak i używane w różnych warunkach narażenia przedstawiono łącznie na rysunku 1. Następnie przedstawiono oddzielnie wyniki dla sond nowych na rysunku 2, natomiast dla sond używanych – na rysunku 3. Przedstawione zostały także aspekty wpływu starzenia się sond oraz zanieczyszczenia czujników na charakterystyki (odpowiednio rysunki 4 i 5). Pomiary były wykonywane w temperaturze około $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ dla wilgotności względnych RH w punktach o ustalonej kolejności: 27,4 %, 47,9 %, 75,2 %, 89,8 %, 75,4 %, 48,2 %, 28,2 %, 47,6 %, 75,0 %, 47,7 %, 27,5 %, 47,4 %, 27,6 %.

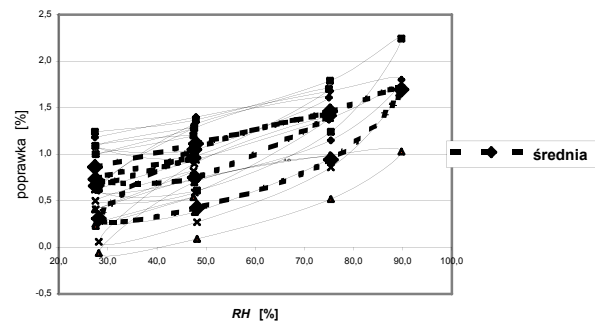
Do przeprowadzenia pomiarów przedstawionych w tej pracy wybrano typ sondy wyposażonej w interfejs pomiarowy, co ułatwiło zebranie większego zbioru wyników. Sondy te stanowiły w istocie kompletne przetworniki pomiarowe, których charakterystyki były zapisywane we własnej pamięci nieulotnej, a przetworzony wynik pomiaru był otrzymywany w postaci cyfrowej na wyspecjalizowanym interfejsie. Wyniki otrzymane dla tych sond dobrze obrazują omawiane właściwości całej populacji czujników pojemnościowych wilgotności.

Przeprowadzone badania potwierdzają wcześniejsze obserwacje, że najważniejszymi czynnikami wpływającymi na powtarzalność i odtwarzalność pomiarów dla danego typu sond są

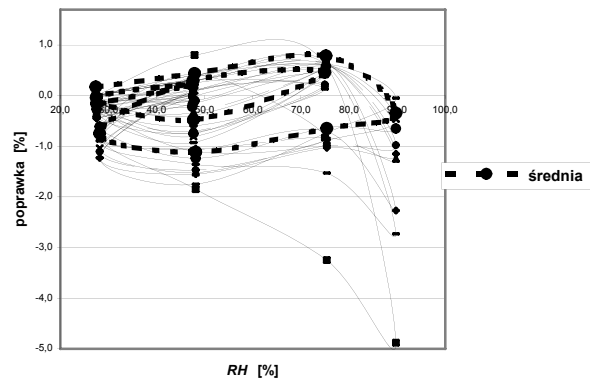
zanieczyszczenia, osadzające się podczas eksploatacji oraz starzenie się czujników. Te czynniki brano pod uwagę przy wyborze i przedstawianiu wyników pomiarów.



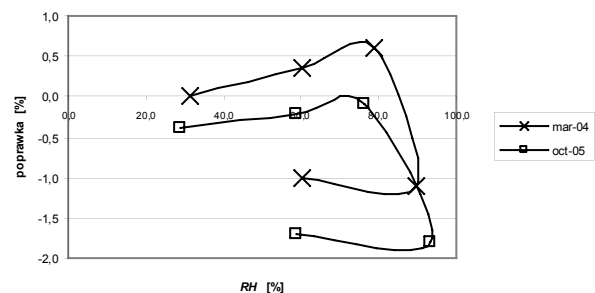
Rys. 1. Charakterystyki dla różnych sond pojemnościowych
Fig. 1. Characteristics for different capacitive probes



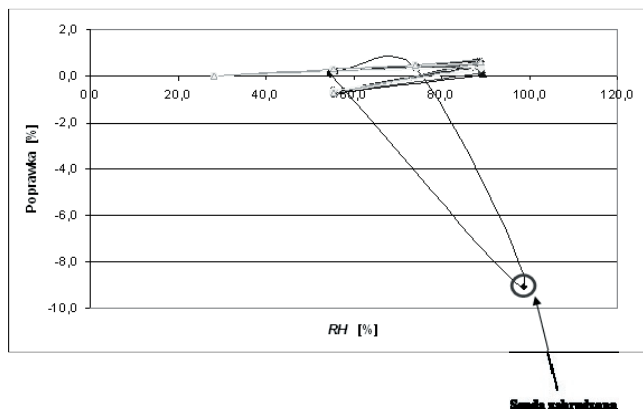
Rys. 2. Charakterystyki dla sond nowych
Fig. 2. Characteristics for the new probes



Rys. 3. Charakterystyki dla sond po dłuższym użytkowaniu
Fig. 3. Characteristics for probes after long-time using



Rys. 4. Przykład zmian charakterystyki sondy po dłuższym czasie użytkowania
Fig. 4. Example of the probe characteristic changes after long-term using



Rys. 5. Przykład charakterystyki sondy zanieczyszczonej
Fig. 5. Example for the contaminated probe

4. Wnioski

Na podstawie wyników badań podjęto próbę oszacowania i usystematyzowania wpływu wymienionych czynników na właściwości metrologiczne higrometrów sorpcyjnych.

◆ Histereza w pomiarach wilgotności względnej RH jest istotną wielkością wpływającą na wyniki i niepewność pomiarów. Jeżeli historia pomiarów nie jest uwzględniana, składowa histerezowa może być dominująca w budżecie niepewności, zwłaszcza jeżeli wykonywane są również pomiary w wysokich wilgotnościach.

◆ Starzenie się czujników oraz ich zanieczyszczenie jest istotnym czynnikiem wpływającym na dokładność pomiarów. Największe zmiany są obserwowane dla wysokich wilgotności.

◆ Dla oszacowania odtwarzalności charakterystyk przyjmowany jest przedział zmienności o rozkładzie prostokątnym i szerokości a oraz niepewności standardowej $u_a = a/(2 \cdot 3)^{1/2}$.

◆ W badanych sondach szerokość przedziału zmienności szacowana jest na około $(1 \div 1,5) \% RH$.

◆ Jeżeli pomiary są wykonywane w określonym porządku, jako podstawową można przyjmować charakterystykę otrzymaną podczas sorpcji. Składowa histerezowa może być uwzględniana na kilka sposobów:

- szczegółowo z podaniem wpływu możliwie wszystkich parametrów na wynik pomiaru (sytuacja wyjątkowa, stosowana dla dokładnych przyrządów wzorcowych),
- pomijana, jeżeli pomiary wykonywane są tylko w niskich wilgotnościach (do około 60 %) i wyniki wzorcowania dają do tego podstawę,
- jako wartość maksymalna, zależna od największej wartości wielkości mierzonej oraz od historii i sposobu wykonywania pomiarów, podawana jako wyodrębniona wartość obok podstawowej charakterystyki, do opcjonalnego uwzględnienia przez zaawansowanego użytkownika,
- dla mniej dokładnych przyrządów użytkowych poprzez włączenie jej do budżetu niepewności, co zazwyczaj skutkuje istotnym zwiększeniem niepewności rozszerzonej.

5. Zastosowania praktyczne

W wyniku badań uznano za celowe podawanie informacji o błędach histerezowych, stwierdzanych w procesie wzorcowania higrometrów i termohigrometrów z czujnikami sorpcyjnymi. Odpowiedni dobór punktów wzorcowania pozwala na oszacowanie składowej histerezowej. W tym celu wykonywane są pomiary dla wilgotności około 60 % zarówno przy sorpcji jak i desorpcji. Przykład wyników wzorcowania takiego przyrządu przedstawiono poniżej w tabeli 1.

Tabela 1. Przykład przedstawienia wyników wzorcowania termo-higrometru.
Table 1. Example of presentation of the results of thermo-hygrometer calibration.

Wskazania wzorcowanego przyrządu		Poprawki do wskazań wzorcowanego przyrządu	
t [°C]	RH [%]	Δt [°C]	ΔRH [%]
23,0	26,3	- 0,1 ± 0,1	+ 0,6 ± 0,3
22,9	58,9*	- 0,1 ± 0,1	- 1,9 ± 0,4
22,8	80,1	- 0,1 ± 0,1	- 4,1 ± 0,5
22,7	96,3	0,0 ± 0,1	- 5,9 ± 0,6
22,9	59,9*	- 0,1 ± 0,1	- 2,9 ± 0,4

Gdzie:

t – wskazania temperatury wzorcowanego przyrządu,

RH – wskazania wilgotności względnej wzorcowanego przyrządu,

Δt – poprawka do wskazań temperatury wraz z niepewnością U_t pomiaru,

ΔRH – poprawka do wskazań wilgotności wraz z niepewnością U_{RH} pomiaru,

Podane poprawki i niepewności wilgotności względnej obliczono dla pomiarów wykonywanych w określonym porządku rosnącym lub malejącym, dla tzw. charakterystyki podstawowej.

Ze względu na histerezę, przy pomiarach wykonywanych bez uwzględniania kierunku zmian wielkości mierzonej, należy uwzględnić dodatkową składową niepewności oszacowaną na podstawie punktów oznaczonych *. Maksymalna wartość tej składowej niepewności standardowej u_H jest oszacowana dla podanego przykładu na 0,29 % RH .

Niepewność rozszerzona U_T (dla $k=2$) z uwzględnieniem tej składowej może być wyliczona ze wzoru:

$$U_T = 2 \sqrt{u_H^2 + \left(\frac{U_{RH}}{2}\right)^2} \quad (2)$$

Gdzie:

U_{RH} – wartość niepewności rozszerzonej podana w tabeli 1.

u_H – niepewność standardowa oszacowania histerezy, dla rozkładu prostokątnego określona wzorem:

$$u_H = \frac{a}{2 \cdot \sqrt{3}} \quad (3)$$

Gdzie: a – przedział zmienności wskazań sondy, wynikający z histerezy.

W przypadku, gdy pomiary nie obejmują wyższych wilgotności, wystarczające są oszacowania takie jak podane w tabeli 1.

6. Literatura

- [1] Instrukcja wzorcowania przyrządów elektronicznych do pomiaru wilgotności i temperatury powietrza przy zastosowaniu komory klimatycznej IW_M54_S03_01. Dokument systemowy Głównego Urzędu Miar, wydanie 3, 2006 r.
- [2] Guide to the Expression on Uncertainty in Measurement, ISO 1993, Tłumaczenie polskie: Główny Urząd Miar, 1999.
- [3] Sonntag D., Important new values of the physical constants of 1986, vapour pressure formulations based on the ITS-90, and psychrometer formulae. , Zeitschrift fur Metrologie, Vol.40,(5),3. 340-344, 1990.