

COMPARAÇÃO INTRALABORATORIAL EM HIGROMETRIA

Júlio D. Brionizio^{1,3}, Saulo G. de Lima², Fernando B. Mainier, D. Sc.³

¹ Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qual. Industrial, Duque de Caxias, Brasil, jdbbrionizio@inmetro.gov.br

² Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qual. Industrial, Duque de Caxias, Brasil, sglima@inmetro.gov.br

³ Universidade Federal Fluminense, Niterói, Brasil, mainier@vm.uff.br

Resumo: O Laboratório de Higrometria do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Inmetro) possui dois higrômetros de ponto de orvalho, do tipo espelho resfriado, que são utilizados como padrões de referência em umidade. Um higrômetro opera na faixa de -75°C a $+20^{\circ}\text{C}$ de temperatura de ponto de orvalho e o outro opera na faixa de -40°C a $+80^{\circ}\text{C}$ de temperatura de ponto de orvalho. O objetivo deste trabalho é apresentar a metodologia e os resultados de uma comparação realizada com os higrômetros de referência na faixa de -40°C a $+20^{\circ}\text{C}$ de temperatura de ponto de orvalho, faixa de sobreposição dos instrumentos.

Palavras chave: Comparação Intralaboratorial, Higrômetro de Ponto de Orvalho, Higrometria.

1. INTRODUÇÃO

A utilização de sensores de umidade tem sido crescente nas últimas décadas, uma vez que a quantidade de vapor d'água existente no ar pode ser um parâmetro de extrema relevância em determinadas pesquisas científicas, em vários processos industriais e para o bem-estar dos seres humanos. O elevado número de higrômetros e a conscientização dos benefícios resultantes da implementação de reconhecidos sistemas de qualidade criaram a necessidade de calibração rastreável em umidade. Para atender a esta demanda, a Divisão de Metrologia Térmica do Inmetro (Diter) desenvolveu um laboratório para ser utilizado como base para a guarda e manutenção dos padrões de referência em umidade do país.

O Laboratório de Higrometria (Lahig) iniciou a prestação de serviços de calibração em 1998 tendo como padrão de referência um higrômetro de ponto de orvalho, do tipo espelho resfriado, para a faixa de -75°C a $+20^{\circ}\text{C}$ de temperatura de ponto de orvalho. A limitação da faixa na temperatura de ponto de orvalho de 20°C causava diversas restrições. Para a calibração de higrômetros, os pontos de umidade relativa eram geralmente medidos na temperatura de 20°C . Quanto mais se excedia a temperatura de 20°C , mais se restringia o limite superior da faixa de umidade relativa. Para acabar com essa limitação, o laboratório adquiriu em 2001 um novo higrômetro de ponto de orvalho, do tipo espelho resfriado, para ser utilizado como padrão de referência na faixa de -40°C a $+80^{\circ}\text{C}$ de ponto de orvalho. Este instrumento possibilitou que pontos de umidade relativa fossem medidos em temperaturas mais altas [1].

A faixa de calibração do laboratório de -75°C a $+80^{\circ}\text{C}$ de temperatura de ponto de orvalho é então possibilitada pela utilização de dois higrômetros de referência. Higrômetros de diferentes princípios de medição de umidade [2] podem ser calibrados pelo laboratório.

O laboratório utiliza dois sistemas de calibração de sensores de umidade. Um sistema utiliza um gerador de ponto de orvalho para geração da atmosfera e o outro utiliza uma câmara climática, com controle de umidade e temperatura. Os higrômetros de referência são utilizados para medir a temperatura de ponto de orvalho da amostra gerada pelos sistemas de calibração do laboratório. A manutenção da confiança no *status* da calibração dos higrômetros de referência, fundamental para atender a requisitos do sistema de gestão da qualidade do laboratório, se faz através de verificações periódicas [3]. Sendo assim, este trabalho tem por finalidade apresentar a metodologia e os resultados de uma comparação realizada com os padrões de referência na faixa de sobreposição, ou seja, -40°C a $+20^{\circ}\text{C}$ de ponto de orvalho. Foram selecionadas temperaturas de ponto de orvalho em torno de: -40°C , -30°C , -20°C , -10°C , 0°C , 10°C e 20°C para a comparação dos instrumentos.



Fig. 1 – Laboratório de Higrometria

2. EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

Os equipamentos utilizados para geração da atmosfera utilizada na comparação dos padrões de referência foram uma câmara climática e um gerador de ponto de orvalho.

A câmara climática utilizada possui dimensões internas de 680 mm x 540 mm x 820 mm, faixa de operação de umidade relativa de 10 %ur a 98 %ur, faixa de operação de temperatura de -75°C a $+180^{\circ}\text{C}$ e faixa de operação de temperatura de ponto de orvalho de aproximadamente -5°C a $+90^{\circ}\text{C}$. A câmara pode ser operada por um painel lateral ou através de um *software*.

O gerador de ponto de orvalho, do tipo fluxo misturado, opera na faixa de -75°C a $+20^{\circ}\text{C}$ de temperatura de ponto de orvalho e possui ajuste manual do ponto de orvalho, por meio de válvulas reguladoras, ou ajuste automático. Antes de chegar ao gerador, o ar é comprimido por um compressor e enviado ao secador de ar onde é desumidificado. No gerador, o ar desumidificado é dividido em dois fluxos, onde um permanece seco e o outro é enviado ao saturador onde é umedecido. A temperatura de ponto de orvalho é então produzida através da mistura do fluxo de gás seco com o fluxo de gás úmido.

Higrômetros do tipo espelho resfriado são conhecidos como instrumentos altamente reprodutíveis que medem a temperatura de ponto de orvalho (*dew point temperature*) ou a temperatura de ponto de congelação (*frost point temperature*) de um gás. Temperatura de ponto de orvalho é a temperatura na qual forma-se orvalho, ou condensação, no resfriamento de um gás. Temperatura de ponto de congelação é a temperatura na qual forma-se gelo no resfriamento de um gás. Diversos efeitos que influenciam as medições de ponto de orvalho já foram analisados [4].

Os higrômetros possuem um dispositivo termelétrico (Peltier) que tem como objetivo resfriar a superfície do espelho a uma temperatura abaixo da temperatura da amostra. O espelho é iluminado por uma fonte de luz vermelha e a luz refletida pela superfície é captada por um detector de luz. Quando a temperatura de ponto de orvalho é atingida, gotículas de água condensam na superfície do espelho. A formação de orvalho causa então uma abrupta redução na intensidade da luz refletida e, ao mesmo tempo, um aumento na luz que é dispersa pela superfície do espelho. Um sistema óptico percebe a variação no sinal e regula a corrente para o dispositivo termelétrico através de um circuito de controle. O circuito elétrico fechado mantém a superfície do espelho na temperatura na qual uma fina camada de orvalho é mantida. Um termômetro de resistência de platina, encaixado bem abaixo da superfície do espelho, mede então a temperatura. Tais instrumentos apresentam diversas vantagens e desvantagens [5].

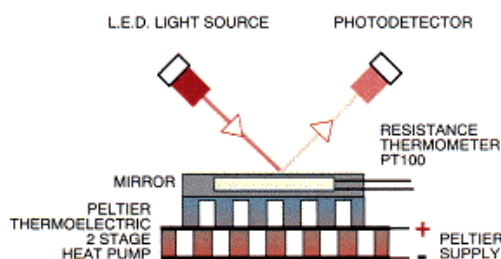


Fig. 2 – Princípio de Operação do Espelho Resfriado

O higrômetro de referência identificado como PR 001 opera na faixa de -75°C a $+20^{\circ}\text{C}$ de ponto de orvalho e possui resolução de $0,01^{\circ}\text{C}$. O instrumento possui um microscópio, localizado na sua parte frontal, que possibilita visualizar a formação na superfície do espelho e um sistema de refrigeração que é capaz de resfriar o espelho a -50°C .

O higrômetro de referência identificado como PR 002 opera na faixa de -40°C a $+80^{\circ}\text{C}$ de ponto de orvalho e possui resolução de $0,01^{\circ}\text{C}$. O instrumento possui sistema de aquecimento para evitar a condensação da amostra ao longo do sistema de amostragem (mangueira, tubulação, etc.). O instrumento possui um sistema de aspiração próprio e oferece a possibilidade de que seu sistema de medição seja resfriado por meio de algum dispositivo externo.

Os higrômetros de referência são de fabricantes distintos. Ambos os fabricantes atuam no campo da higrimetria a um longo tempo no desenvolvimento de diversos tipos de higrômetros e são internacionalmente reconhecidos.

2.1. Rastreabilidade do Padrões

De acordo com o VIM [6], rastreabilidade é a “propriedade do resultado de uma medição ou valor de um padrão estar relacionado a referências estabelecidas, geralmente a padrões nacionais ou internacionais, através de uma cadeia contínua de comparações, todas tendo incertezas estabelecidas”.

Os higrômetros de referência do laboratório estão rastreados aos padrões de institutos nacionais de metrologia de outros países. A calibração dos instrumentos foi realizada através de geradores de referência. A maioria dos institutos nacionais de metrologia utilizam geradores de umidade como padrões de referência [7]. Tais geradores geralmente baseiam-se no princípio de duas temperaturas [8] ou de duas pressões [9-10].

A última calibração do higrômetro PR 001 foi realizada em novembro de 2002 pelo laboratório de higrimetria do *National Physical Laboratory* (NPL, Inglaterra) e o certificado de calibração MH0101/EN02/140 foi emitido.

Já a última calibração do higrômetro PR 002 foi realizada em novembro de 2004 pelo laboratório de higrimetria do *Centre Technique des Industries Aéronautiques et Thermiques* (CETIAT, França) e os certificados de calibração H 01 1754 1B e H 01 1754 1C foram emitidos.

3. MÉTODO DE COMPARAÇÃO

Os higrômetros de referência foram comparados através das medições do ponto de orvalho de determinadas atmosferas que foram geradas pela câmara climática ou pelo gerador de ponto de orvalho.

3.1. Sistema de Amostragem

Quando da utilização da câmara climática, a amostra foi conduzida por sucção ao higrômetro padrão PR 001 através

de uma bomba de sucção instalada na saída do instrumento e o ajuste da vazão foi feito por meio de uma válvula reguladora. No caso do higrômetro padrão PR 002, a sucção da amostra foi feita pelo seu sistema de aspiração.

Quando da utilização do gerador, não foi necessário usar a bomba de sucção para o higrômetro PR 001 e o sistema de aspiração do higrômetro PR 002, pois a atmosfera gerada foi insuflada pelo próprio gerador. Neste caso, foi necessário utilizar válvulas para controle da vazão.

Todas as medições de ponto de orvalho da amostra de gás gerada, tanto pela câmara quanto pelo gerador, foram realizadas pelos higrômetros de referência em uma vazão aproximada de 500 cm³/min.

A conexão dos sistemas de geração da amostra de gás (câmara e gerador) com os higrômetros foi realizada através de tubos de aço inoxidável e/ou mangueiras de teflon.

3.2. Execução das Medições

Todas as medições foram realizadas no período de fevereiro a abril de 2005.

Tanto o gerador quanto a câmara climática levaram cerca de 1 h para a estabilização da amostra de gás gerada. Após a estabilização da amostra, dez leituras da temperatura de ponto de orvalho, em intervalos de um minuto, foram feitas através dos higrômetros de referência para cada ponto de análise. Cada temperatura de ponto de orvalho média foi obtida através da média aritmética das dez leituras.

A figura abaixo mostra as medições da temperatura de ponto de orvalho realizadas durante um período de medição.

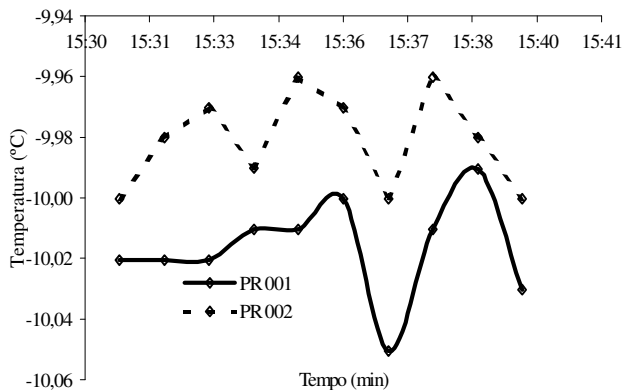


Fig. 3 – Medições de Ponto de Orvalho

Em todos os pontos realizados abaixo de 0°C, a condensação formada na superfície de cada espelho se deu na forma de gelo (*frost point*). Tal fato pôde ser evidenciado através do microscópio do higrômetro PR 001.

Os espelhos dos higrômetros foram geralmente balanceados nos intervalos entre as medições para compensar o efeito da contaminação que ocorre progressivamente nos componentes ópticos dos sensores, o que resulta em uma perda de sensibilidade. Tal procedimento foi realizado de

acordo com o sistema de balanceamento óptico de cada higrômetro.

3.3. Resfriamento dos Sensores

Os sensores dos higrômetros de referência foram resfriados nos pontos -40°C, -30°C e -20°C. No caso do higrômetro PR 001, o sensor do instrumento foi resfriado entre -15°C e -5°C através da sua unidade de refrigeração direta. Já no caso do higrômetro PR 002, o sensor foi resfriado com água a 5°C através de uma unidade externa de refrigeração.

4. RESULTADOS

Os valores médios das temperaturas de ponto de orvalho foram corrigidos através da curva de correção ajustada para cada instrumento através dos valores declarados no seu certificado de calibração.

Baseado no “Guia para a Expressão da Incerteza de Medição” [11], a incerteza expandida foi determinada para cada higrômetro em todos os conjuntos de medições. As seguintes fontes de incerteza foram utilizadas para o cálculo da incerteza combinada (U_{comb}): incerteza da calibração do higrômetro (u_c), incerteza do ajuste da curva de correção (u_{ajuste}), o desvio padrão das leituras (u_{dp}) e a resolução do higrômetro (u_r), baseada numa distribuição de probabilidade retangular. A incerteza expandida (U) foi obtida multiplicando-se a incerteza combinada pelo fator de abrangência $k=2$, fornecendo um nível de confiança de aproximadamente 95%.

$$U_{comb} = \sqrt{\left(\frac{u_c}{k}\right)^2 + (u_{ajuste})^2 + (u_{dp})^2 + \left(\frac{u_r}{\sqrt{12}}\right)^2} \quad (1)$$

$$U = U_{comb} \times k \quad (2)$$

Para o julgamento da qualidade dos resultados de medição, foi utilizado o cálculo do erro normalizado (E_n) em relação a incerteza. Valores de E_n menores do que a unidade indicam que as medições são aceitáveis, ou seja, os higrômetros concordam dentro das suas incertezas expandidas.

$$E_n = \frac{|T_{PR001} - T_{PR002}|}{\sqrt{(U_{PR001})^2 + (U_{PR002})^2}} \quad (3)$$

Onde: T_{PR001} – Temperatura média do higrômetro PR 001
 T_{PR002} – Temperatura média do higrômetro PR 002
 U_{PR001} – Incerteza expandida (higrômetro PR 001)
 U_{PR002} – Incerteza expandida (higrômetro PR 002)

As incertezas expandidas foram combinadas para compor a incerteza expandida da comparação dos higrômetros (U_C).

$$U_C = \sqrt{(U_{PR001})^2 + (U_{PR002})^2} \quad (4)$$

A tabela a seguir mostra os valores médios das temperaturas de ponto de orvalho, as diferenças entre estes valores (ΔT), as incertezas expandidas, as incertezas da comparação e os erros normalizados.

Tabela 1. Resultados da Comparação dos Higrômetros

Temp. Nominal	T _{PR001}	T _{PR002}	ΔT	U _{PR001}	U _{PR002}	U _C	E _n
-40°C	-38,37	-38,44	0,07	0,07	0,22	0,23	0,3
-30°C	-28,11	-28,07	0,04	0,07	0,22	0,23	0,2
-20°C	-20,40	-20,42	0,02	0,07	0,22	0,23	0,1
-10°C	-9,97	-9,95	0,02	0,15	0,15	0,21	0,1
0°C	-1,00	-1,00	0,00	0,10	0,13	0,17	0,0
10°C	10,11	10,13	0,02	0,25	0,24	0,35	0,0
20°C	18,75	18,74	0,01	0,14	0,14	0,20	0,0

O gráfico abaixo apresenta as diferenças entre os valores de ponto de orvalho com as incertezas associadas.

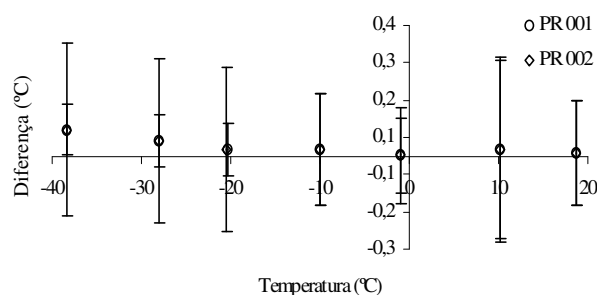


Fig. 4 – Resultados da Comparação dos Higrômetros

Como as incertezas de calibração dos padrões de referência são baixas, a fonte dominante no cálculo da incerteza de medição, na maioria dos casos, foi o desvio padrão das leituras, que representa a flutuação da amostra ao longo do período de medição. Contudo, em alguns casos, a fonte dominante no cálculo da incerteza de medição foi o ajuste da curva de correção.

Valores de incerteza de medição menores do que os que foram aqui apresentados podem ser obtidos pelo laboratório, conforme já observado anteriormente em diversas outras medições, pois a amostra gerada pelo sistema de geração (câmara ou gerador) pode apresentar uma menor flutuação, o que resulta em um menor desvio padrão das leituras, ocasionando um menor valor de incerteza de medição.

5. CONCLUSÕES

Os higrômetros de referência do laboratório foram comparados na faixa de -40°C a +20°C de temperatura de ponto de orvalho. Todos os valores de E_n foram menores do que 1, o que significa que as medições são aceitáveis, ou seja, os higrômetros concordam dentro das suas incertezas expandidas.

A verificação evidencia então a manutenção da confiança no status da calibração dos padrões de referência de umidade, comprovação necessária ao sistema de gestão da qualidade do laboratório.

REFERÊNCIAS

- [1] J. D. Brionizio, L. C. Cipriano, "New Brazilian Traceability in Humidity", *Papers from the 4th International Symposium on Humidity and Moisture – ISHM 2002 Taiwan*, pp. 554-558, 2002.
- [2] J. D. Brionizio, "Princípios de Medição de Umidade", *Anais do Encontro para a Qualidade de Laboratórios – Enqualab 2002*, pp. 138-146, 2002.
- [3] NBR ISO/IEC 17025, "Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração", 2001.
- [4] M. Heinonen, J. Lovell-Smith, "Investigation of Chilled Mirror Hygrometers", *Papers from the 4th International Symposium on Humidity and Moisture – ISHM 2002 Taiwan*, pp. 397-404, 2002.
- [5] Michell Instruments, National Physical Laboratory, Institute of Measurement and Control, "A Guide to the Measurement of Humidity", 1996.
- [6] INMETRO, SENAI, "Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia", 2^a Ed., 2000.
- [7] A. Actis, et. al., "The Use of a Humid Air Generator as a Reference Method for Measuring Humidity", *Papers and Abstracts from the 3rd International Symposium on Humidity and Moisture*, 1998.
- [8] Davor Z., et. al., "A Hygrometer Calibration Facility Based on Two Temperature Humidity Generator", *Papers and Abstracts from the 3rd International Symposium on Humidity and Moisture*, 1998.
- [9] S. Ugur, A. Uytun, "Characterization of the UME Two Pressure Humidity Generator", *Papers from the 4th International Symposium on Humidity and Moisture – ISHM 2002 Taiwan*, pp. 10-17, 2002.
- [10] K. H. Chang, C. Y. Liu, "Uncertainty analysis of the CMS Two Pressure Humidity Generator", *Papers from the 4th International Symposium on Humidity and Moisture – ISHM 2002 Taiwan*, pp. 68-75, 2002.
- [11] ABNT, INMETRO, "Guia para a Expressão da Incerteza de Medição", 2003.

Autor: Júlio D. Brionizio – Laboratório de Higrometria, Divisão de Metrologia Térmica, Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – Inmetro. Av. Nossa Senhora das Graças, 50, Xerém, Duque de Caxias, RJ, Brasil. CEP: 25250-020. Tel.: (21) 2679-9066, Telefax: (21) 2679-9027, E-mail: jdbriozio@inmetro.gov.br.

Autor: Saulo G. de Lima – Laboratório de Higrometria, Divisão de Metrologia Térmica, Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – Inmetro. Av. Nossa Senhora das Graças, 50, Xerém, Duque de Caxias, RJ, Brasil. CEP: 25250-020. Tel.: (21) 2679-9066, Telefax: (21) 2679-9027, E-mail: sglima@inmetro.gov.br.

Autor: Fernando B. Mainier, D. Sc. – Departamento de Engenharia Química, Escola de Engenharia, Universidade Federal Fluminense – UFF. Rua Passo da Pátria, 156, São Domingos, Niterói, RJ, Brasil. CEP: 24210-240. Tel.: (21) 2629-5428, E-mail: mainier@vm.uff.br.