

SAVREMENE TENDENCIJE U PODRUČJU MJERENJA VLAŽNOSTI

THE MODERN TENDENCIES IN AREA OF HUMIDITY MEASUREMENTS

mr Edin Terzić, dipl.inž.
UNIVERZITET U ZENICI
METALURŠKI INSTITUT "Kemal Kapetanović", Zenica

REZIME

Ovaj članak prikazuje neke aspekte savremenog razvoja na polju vlažnosti. Porast zahtjeva za osiguranje kvaliteta proizvoda, standardizacija tehnologija i međunarodna harmonizacija utiče i na način izvođenja mjerenja vlažnosti i izvještavanja o tome. Raspoloživa metrološka infrastruktura i metrologija u cjelini treba pratiti napredak u ovom području u pogledu zahtjevanosti tačnosti mjerenja i korištenje novih tehnika detekcije vlažnosti. Podsticaji za unapređenje karakteristika mjerenja često proizlaze iz potreba industrije za proizvode visokog tehnološkog nivoa. Najbolji primjer nalazi se u industriji za proizvodnju poluprovodnika gdje se zahtjevaju mjerenja ekstremno niskih vrijednosti vodene pare u procesnim plinovima. Poboľšanja u nesigurnosti mjerenja su možda najvidljivija na nivou nacionalnih etalona vlažnosti. Za ilustraciju ovoga u članku su prikazani rezultati razvoja nekih od primarnih etalona vlažnosti. Pregled koji slijedi dati će sliku napretka u metrologiji vlažnosti kao fizikalne veličine čiji značaj u zadnjih desetak godina rapidno raste.

ABSTRACT

This article represents some aspects of recent development in field of humidity. Increasingly, the issues of quality assurance, standardization and international harmonisation influence the way humidity measurements are made and reported. Available metrological infrastructure and metrology in whole, should follow improvement in this field in a way of requested measurement accuracy and usage of new techniques of humidity detection. Stimulances for improvement of measurement characteristics oftenly come out of industry need to produce semiconductors of high technological level. The best example is given in industry for production of semiconductors where measurement of extremely low values of water vapour in process gases are requested. Improvements of measurement uncertainty are probably most obvious at the level of national standards for humidity. For illustration, in this article the results of development of some humidity primary standards are presented. The following overview will present improvement in metrology of humidity as an physical quantity whose significance is growing rapidly in last ten years.

1. UVOD

Mjerenje vlažnosti ima svoj udio u vodećim tehnologijama i utemeljeno je na dobroj praksi i starim provjerenim metodama mjerenja – obje imaju i prednosti i nedostatke. Akcenat stavlja na selektivna područja trenutno vodećih trendova. Detaljan pregled na području metrologije vlažnosti dat je u mnogim fundamentalnim radovima npr, Sontag (1) i Institute of

Measurement and Control – IMC (2). Treći međunarodni simpozijum o vlažnosti i vlazi (3) dao je sliku trenutnog napretka u mnogim područjima mjerenja vlage i vlažnosti.

Mjerenje vlažnosti se razmatra uglavnom u odnosu na relativnu vlažnost, tačku rosišta (ili mržnjenja) i molskog razlomka vodene pare.

Navedeni pojmovi se definišu kao:

- Relativna vlažnost je odnos trenutnog pritiska pare p , i pritiska zasićenja pare p_s , na površini tekuće vode na istoj temperaturi izraženoj u procentima tj.:

$$\text{relativna vlažnost, } \psi = \frac{p}{p_s} \cdot 100 \quad (1)$$

- Tačka rosišta je temperatura na kojoj započinje kondenzacija vodene pare ili plinske faze. Kada se iz plina kondenzuje led tada se govori o tački smrzavanja.
- Molarni razlomak (vodene pare) je odnos broja molova vodene pare i ukupnog broja molova prisutne supstance.

2. RAST INDUSTRIJSKIH ZAHOTJEVA

Za razumijevanje ovih zahtjeva važno je poznavati područja primjene mjerenja vlažnosti, jer od ovih primjena ključno zavise i mehanizmi za konceptni razvoj u području mjerenja vlažnosti.

2.1. Značaj vlažnosti u industriji

Vodena para u zraku značajno utiče na fizičke, hemijske i biološke procese. Vlažnost utiče na termičke, električne, optičke i prenosne osobine plinova. Sadržaj vlage u tečnim i čvrstim materijalima preko vlažnosti utiče na okolinu. Prisutnost vlažnosti može odrediti da li su neke supstance korozivne, što može prouzrokovati dimenzionalne promjene u materijalima. Također može kontrolirati da li organizmi bujaju ili umiru. Ovo su samo neki od fenomena za koje je potrebno mjeriti i kontrolirati vlažnost. Mnogi od ovih fenomena se koriste da detektuju ili izmjere vlažnost. U industriji je vlažnost rangirana na 9 ili 10 mjesto prema značaju sa aspekta njenog određivanja. Izuzetno čisti procesni plinovi mogu sadržavati vlagu u tragovima u koncentracijama od samo nekoliko milionitih dijelova. U drugom ekstremnom slučaju mjerenja vlažnosti, kod generatora pare, zahtjeva se čista vodena para iznad atmosferskog pritiska. U lakšem području kod normalnih atmosferskih temperatura i vlažnosti, mjerenja relativne vlažnosti se često izvode sa nesigurnošću između 2% i 5% očitavanja.

Široka je lista industrija i procesa u kojima je mjerenje vlažnosti visoki prioritet. Ograničeni sadržaj vode u procesnim gasovima je odlučujući za kvalitet proizvoda u mnogim granama industrije: proizvodnje poluprovodnika, preradi duhana, farmaceutskoj i prehrambenoj industriji, termoelektranama i mnogim drugim. Vlažnost je kritična varijabla u vremenskoj prognozi i studiranju klimatskih promjena. Ovo je ključni parametar za klimatizaciju zatvorenih prostora u kojima borave ljudi, kod pakovanja hrane i u konzervaciji historijskih spomenika i artifakata.

2.2. Presjek industrijske važnosti vlažnosti

Razvoj industrija, utiče na spremnost za finansiranje istraživanja u području mjerenja vlažnosti: npr, peći za sušenje se koriste u mnogim industrijama, a mjerenje vlažnosti se može koristiti za optimizaciju procesa sušenja identificiranjem krajnje tačke sadržaja vlage. Ta primjena zahtjeva mjerne tehnike koje su otporne na visoke temperature i reaktivnost plinova što predstavlja opterećenje za elektronske senzore. Kako se propisi o emisiji

kontinuirano zaoštavaju u cilju globalne zaštite životne sredine to se važnost mjerenja vlažnosti u ovom kontekstu sve više povećava. Veliki broj proizvoda se ispituju na nivou prototipa njihovom izlaganju uticaju temperature i vlažnosti. Ispitivanjem treba:

- pokazati da proizvod može izdržati ekstremne uslove bez oštećenja,
- produženo trajanje snimanja naprezanja, može se koristiti za ispitivanje tačke na kojoj dolazi do destrukcije (kvara) proizvoda.

Vlažnost je upotrebljiv alat u navedenom procesu zato što se vodena para penetrira u pukotine i ubrzava njihovu propagaciju. Ove vrste ambijentnih ispitivanja su dugo u upotrebi, sada postoji trend ubrzavanja ovih ispitivanja (HASS), koristeći čak mnogo više temperature i vlažnosti kako bi se dobili brži rezultati. Idealan senzor vlažnosti za ovu namjenu treba podnositi brže, ciklične promjene između ekstremnih temperatura i vlažnosti uključujući i kondenzaciju.

Psihrometri ili vlažni i suhi higrometri zadovoljavaju ove zahtjeve u širokom opsegu i ova mjerila su povezana sa relativnom vlažnosti. Njihove prednosti uključuju otpornost i stabilnost, a nedostaci su zahtjev za visok stepen obučenosti operatera i potrebno održavanje. Alternativa su optički higrometri rosišta za uzorkovanje plina, posebno za kalibracije komora. To je područje u kojem se za gruba mjerenja (i svakako jeftinija) koriste elektronski senzori koji mogu izdržati ekstremne uvjete. Zadovoljavanje zahtjeva ISO 9000 u ovom slučaju je često potvrda dobrog kvaliteta proizvoda i tehnički korektnog proizvodnog procesa što je stimuliralo tržište senzora vlažnosti, i naročito sljedivost kalibracija do nacionalnih etalona.

2.3. Značaj vlage u proizvodnji elektroničkih sklopova

U pogledu primjene mjerenja vlažnosti interesantne su pojedine industrije koje mogu naglasiti najvažnije prednosti u metrologiji vlažnosti. Možda više od bilo kojeg drugog opsega vlažnosti, mjerenje ultra niskih tragova vlage predstavlja najzahtjevnije tehnike. Tehnike za mjerenje vlage u tragovima snažno su se razvile u posljednjih desetak godina. Vodena para je vodeći uzrok nastanka grešaka u elektroničkoj proizvodnji jer je voda nepoželjan kontaminant u procesima hemijskog nanošenja pri proizvodnji elektronskih čipova. Visoka dielektrična konstanta vode ($\epsilon = 81$) znači da se vlaga lako apsorbuje na osnovnu površinu, na račun adhezije drugih supstanci (za koje je ϵ blizu 1). Molekule procesnih elemenata se često koriste u niskim koncentracijama, zbog čega je vodena para u takvoj sredini štetna. I pored izuzetnih mjera opreza, kontaminacija vodenom parom može istisnuti druge (poželjne) komponente. Plinovi koji se koriste za hemijsku depoziciju iona moraju imati manje od 10 milionitih dijelova vodene pare (4). Tendencija u ovoj oblasti ide za tim da će se u budućnosti zahtjevati još niže koncentracije vodene pare, jer se želi proizvoditi više proizvoda, manjih dimenzija i bez povećanja udjela škarta. Za mjerenje vlage u tragovima za navedene namjene koriste se (APIMS) – atmospheric pressure ionisation mass spectrometers, koji predstavlja industrijski etalon za najbolja i najpreciznija mjerenja vlažnosti u tragovima. Ovaj uređaj radi na principu jonizacije molekula u malim koncentracijama. Osiguranje mjerenja i sljedivost mjerenja su teški zahtjevi u ovom opsegu, svakako zbog toga, što su komparatori i referentni etaloni za ultra niske koncentracije vlage u tragovima vrlo ograničeni.

3. ISTRAŽIVANJE I RAZVOJ SENZORA

Postoji mnogo osjetilnih principa na kojima su zasnovana mjerenja vlažnosti putem higrometara. To uključuje: promjene dimenzija nekih vrsta materijala, gravimetrijsko određivanje, određivanje stepena kondenzacije pri čemu detekcija može biti (optička, električna ili promjena frekvencije rezonanta), zatim određivanje udjela para hlađenjem,

preko promjene termičke provodnosti, adijabatskog širenja hlađenjem, promjene u prenosu zvuka kroz zrak, električna impedanca, udio od elektrolize fosfornog pentoksida, spektrometrija (u mnogim oblicima), promjene u prenosu kroz optičke kablove, optički indeks prelamanja i drugi. Neki od razvojnih aktivnosti u ovom području su date u daljem tekstu.

3.1. Senzori električne impedance

Primjena senzora električne impedance je vrlo raširena, ali se još uvijek razvija u mnogim istraživačkim institucijama širom svijeta. Ipak, ovo je u nekom smislu područje u kojem su se najsporije razvijali senzori temperature. Senzori na bazi električne impedance koriste higroskopske materijale čije se dielektrične osobine mijenjaju u odnosu na broj apsorbiranih molekula vode. Prednosti ovih senzora su male dimenzije, mala cijena i jednostavna primjena kada se senzor integrira u mjerni instrument, a nedostaci su: histerezis, odstupanje, i osjetljivost na kontaminaciju i na kondenzaciju. Kao ilustracija istraživanja na ovom polju navešću rad Sakai i Matsaguchi (5) na tehnici polimera za senzore vlažnosti.

3.2. Senzori vlažnosti na bazi površinskih zvučnih talasa

Kondenzacijska higrometrija uvijek podrazumjeva "jake tehnike" i u nekom kontekstu važan je fundamentalna priroda ove metode. Metode mjerenja koje kombinuju detekciju kondenzacije sa mikroelektričkim senzorima predstavljaju konceptioni napredak. Jedan takav metod (6) koristi površinske zvučne talase (SAW). Kondenzacija se prepoznaje detekcijom usporavanja u prenosu (ili faznim promjenama) od SAW u funkciji kondenzacije na površini senzora. Opće prednosti mikroelektričnih senzora su: male dimenzije, niska cijena i ovi senzori imaju mogućnost detekcije drugih kontaminanata ili komponenti, koristeći različite frekvencije za detekciju.

3.3. Spektroskopski senzori

Brojne spektroskopske metode povezuju koncentraciju vodene pare sa koeficijentima prenosa ili pobude na optičkim ili približno optičkim frekvencijama. Ove metode imaju dobru osjetljivost i brzinu odziva, i one su atraktivne za mjerenja na niskim koncentracijama, gdje su druge tehnike spore. Način detekcije povezuje vlažnost sa spektralnim podacima. Ova metoda ne obezbjeđuje sljedivost kalibracija vlažnosti, ali nudi interesantne mogućnosti za sljedivost do osnovne jedinice količine tvari (mol). Istraživači i konstruktori dizajniraju spektroskopske higrometre visokog nivoa, npr. Kitano (7) - proširenje mogućnosti i u području primjene fluorescentne metode detekcije vlažnosti korištenjem Lajman – Alfa ultravioletnih linija.

3.4. Optička vlakna – senzori

Optoelektronika ima posebne prednosti u području instrumenata, sa signalom koji je neosjetljiv na elektromagnetsku interferenciju. Sa pojavom senzora izrađenih od optičkih vlakana, ove prednosti su proširene i na prednosti senzora. Primjer je senzor vlažnosti koji je razvio Kharaz (8), prenosom signala kroz vlakna koja su presvučena sa higroskopskim materijalima. Senzor je zasnovan na osobini optičkih vlakana da sa higroskopskim omotačem prenos signala varira u funkciji relativne vlažnosti. Detekcija vlažnosti se vrši u optičkom reflektometru (OTDR) u funkciji vremena i prenosa signala uzduž više tačaka.

3.5. Senzorski softver

Porast procesnih mogućnosti običnih higrometara obezbjeđuje memorisanje podataka u proširenom periodu i njihovu analizu u realnom vremenu. Takve informacije mogu biti veoma značajne, ali moraju imati adekvatan alat za efikasnu obradu podataka.

Npr., higrometri uskog opsega imaju ugrađeni softver koji identificira krajnje tačke mjerenja. Ovo je relevantan postupak samo kod higrometara sa sporijim odzivom pri mjerenju vlage u tragovima, gdje je ovaj period često duži od nekoliko sati.

4. OBEZBJEĐIVANJE ETALONA

4.1. Primarni etaloni vlažnosti

Najfundamentalnije mjerenje vlažnosti zasnovano je na određivanju molskog razlomka, koji se realizira gravimetrijskom metodom. Kod gravimetrijskih higrometara, vodena para se izdvaja iz smjese plina i pare i iz odnosa masa ove dvije komponente direktno se obezbjeđuje vaganjem mase pare (ili indirektno za suhi plin, preko volumena i gustine). Nekoliko nacionalnih mjeriteljskih institucija posjeduju etalonske gravimetrijske higrometre: prije svih to su NPL (UK), PTB (Germany) i NIST (USA). Najveći broj nacionalni laboratorija vlažnosti, realizaciju vlažnosti provode praktično preko tačke rose (9) koja je funkcija zasićenja vodene pare u plinu i pritiska, za dati ukupni pritisak. Kod generatora koji rade sa dva pritiska plin koji se koristi treba biti zasićen na povišenom pritisku i podešen prije primjene, sa dosljednim podešavanjem vrijednosti tačke rose. Također tačka rose može biti određena u odnosu na praktičnu temperaturnu skalu ITS-90.

5. GLOBALIZACIJA, STANDARDIZACIJA I OSNOVE

Širom svijeta nastavljaju da rastu zahtjevi za mjerenjima i kalibracijama vlažnosti. Ovo proizlazi kako od zahtjeva za bolje i bolje proizvode, tako i iz potrage za kvalitetom koja se prepoznaje kroz usaglašavanje sa ISO 9000. Šeme kvaliteta širom svijeta za akreditiranje mjerenja i ispitivanja su brojne i još u porastu tako da se pojavljuju novi nacionalni etaloni za vlažnost (npr. Nizozemska, Španija, i dr).

5.1. Međunarodna saradnja

Važna međunarodna aktivnost je izvođenje mjernih poređenja da bi se demonstrirala jednakost između nacionalnih etalona. Nedavno je završeno poređenje etalona za tačku rose unutar Europe. Učesnici su bili: Finska, Francuska, Njemačka, Italija, Nizozemska, Španija, Švicarska i UK. Ostvareni su veoma dobre saglasnosti između laboratorija za većinu njihovih radnih opsega. Sve više, vlažnost nalazi svoje mjesto u dnevnom radu međunarodnih tijela koja se bave pitanjima mjerenja konsultativni komitet Termometrije u BIPM – međunarodno tijelo odgovorno za etalone – ima WG – radnu grupu za mjerenje vlažnosti oformljenu 1994. Drugi međunarodne asocijacije također obezbjeđuju platformu za saradnju u mjerenju vlage. EUROMET je forum za saradnju između (većinom) Evropskih nacionalnih mjernih instituta. Evropska kooperacija za akreditaciju (EA) je uključila vlažnost u ekspertsku radnu grupu za temperaturu.

5.2. Očekivani zahtjevi za mjernu nesigurnost

Zahtjevana poboljšanja tačnosti mjerenja vlažnosti nisu jednostavna tehnička ili praktična pitanja. Harmonizacija između nacionalnih etalona i akreditiranih kalibracionih laboratorija znači da proračuni nesigurnosti sve više prate ISO Preporuke za izražavanje mjerne nesigurnosti i slične dokumente. Na prvom mjestu, ovo vodi konzistentnim metodama izražavanja nesigurnosti mjerenja. Drugo, kako laboratorije vrše ponovnu procjenu njihove nesigurnosti u svrhu usaglašavanja onda ovaj postupak rezultira sa detaljnom analizom nesigurnosti, a nekada i poboljšanjima mjerenja u praksi. Čak i u slučajevima kada

rigoroznije analize nesigurnosti vode proširivanju intervala nesigurnosti u odnosu na prethodnu i takva nesigurnost može još uvijek predstavljati poboljšanje ako je to pouzdanija procjena.

6. ZAKLJUČAK

U ovom članku je prikazan selektivan pregled razvoja na polju metrologije vlažnosti. Generalno, industrije postavljaju zahtjeve za mjerenje vlažnosti. Kako se razvijaju novi instrumenti za mjerenje vlažnosti u komercijalnoj upotrebi tako se mijenjaju zahtjevi vezani za metrologiju vlažnosti. Razvoj novih senzora se može bazirati na potrebama rješavanja problema mjerenja u industrijama, ali i mogu nastati često kao rezultat primjenjenih istraživanja. Sve ove aktivnosti su praćene kalibracijom i etalonskim laboratorijama koje obezbjeđuju sljedivost mjerenja i harmonizacijom. Već je postao kliše da se za mjerenje vlažnosti kaže da je bila "crna rupa". U stvari, danas je stanje promjenjeno i za metrologiju vlažnosti se može reći da je zauzela odgovarajuće mjesto među područjima fizikalne metrologije. Ipak, preostaje mnogo neriješenih problema i izazova koji će nastaviti da se javljaju dokle god imamo porast aktivnosti u ovom području.

7. LITERATURA

- [1] Sonntag, D., Advancements in the field of hygrometry, Meteorol. Z.N.F., 1994, 3, pp51...66
- [2] A guide to the Measurement of Humidity, Institute of Measurement and Control, London, 1996
- [3] National Physical Laboratory, Third International Symposium on Humidity and Moisture, Vol.1, 479 pp, Vol.2 305 pp, UK, 1998
- [4] Ohmi, T., Impact of moisture level in process ambient semiconductor processings, Third International Symposium on Humidity and Moisture, National physical laboratory, UK, 6 – 8, 1998
- [5] Sakai, Y. and Matsaguchi, M., Design of polymer-based humidity sensors, Third International Symposium on Humidity and Moisture, National physical laboratory, UK, 1998, pp 371..378
- [6] Vetelino, K.A., Story, P.R., Mileham, R.D and Galipeau, D.W., Improved dew point measurements based on a SAW sensor, Sensors and Actuators B, 1996, 35-36, pp91..98
- [7] Kitano, H., Takahashi, C. and Ochi, N., Moisture Measurement in air by vacuum ultraviolet light light excited fluorescence method, Third International Symposium on Humidity and Moisture, National physical laboratory, UK, 1998, pp 288..293
- [8] Kharaz, A. H., Bromley, K., Hales. K. and Jones, B.E., Development and field trials of an optical fibre relative humidity sensor, Third International Symposium on Humidity and Moisture, National physical laboratory, 1998, pp 358..367
- [9] Crovini, L. and Actis, A., A humidity generator for the range $-15^{\circ}\text{C} \div 90^{\circ}\text{C}$ dew point, In Congres International of Metrology, Metrologie 89, 21-23 November 1989, pp58..64