

Zanesljivost impedančnih vlagomerov: medlaboratorijska primerjava evropskih nacionalnih etalonov vlažnosti

Domen Hudoklin

Univerza v Ljubljani, Fakulteta za elektrotehniko, Laboratorij za metrologijo in kakovost (LMK), Tržaška c. 25, 1000 Ljubljana, Slovenija

E-pošta: domen.hudoklin@fe.uni-lj.si

Povzetek. Impedančni merilniki vlažnosti so med najpogosteje uporabljenimi industrijskimi merilniki. Za zagotavljanje njihove zanesljivosti se redno umerjajo s stabilnejšimi kombinacijami rosiščnih in temperaturnih etalonov. Za doseg globalne primerljivosti se občasno izvajajo medlaboratorijske primerjave najtočnejših nacionalnih etalonov. Članek opisuje prvo obsežno medlaboratorijsko primerjavo na področju relativne vlažnosti, v kateri je sodelovalo 21 evropskih nacionalnih laboratorijev, koordiniral pa jo je slovenski nacionalni laboratorij, Laboratorij za metrologijo in kakovost s Fakultete za elektrotehniko Univerze v Ljubljani. V primerjavi je bilo uporabljenih devet komercialno dostopnih precizijskih impedančnih vlagomerov. Ker so meritve potekale več let, je bilo zaradi dolgoročnih sprememb v dielektričnih lastnostih treba prilagoditi topologijo primerjave in statistično analizo rezultatov. Predstavljeni so rezultati te primerjave v območju relativne vlažnosti od 10 % do 95 % in ob temperaturi zraka od -10 °C do 70 °C, s posebnim poudarkom na dosežkih slovenskega nacionalnega etalona, ki imajo pomemben vpliv na merjenje relativne vlažnosti v regiji.

Ključne besede: impedančni vlagomer, lezenje instrumenta, higrometrija, medlaboratorijska primerjava

Reliability of Impedance Hygrometers: An Interlaboratory Comparison of the European National Humidity Standards

Impedance humidity sensors are among the most used industrial measuring instruments. To ensure their reliability, they are regularly calibrated using a stable combination of the dew point and temperature standards. Global comparability is achieved through periodic interlaboratory comparisons of the most accurate national standards. The paper describes the first extensive interlaboratory comparison in the field of relative humidity, involving 21 European national laboratories, coordinated by the Slovenian national laboratory – the Laboratory of Metrology and Quality at the Faculty of Electrical Engineering, University of Ljubljana, Slovenia. The comparison involves nine commercially available precision impedance hygrometers. Since the measurements have been conducted over several years, adjustments to the comparison topology and statistical analysis of the results are necessary due to long-term changes in the dielectric properties. The paper presents results of a comparison within the relative humidity range from 10% to 95% and air temperatures range from 10 °C to 70 °C, with a particular focus on the achievements of the Slovenian national standard, which significantly impact the measurement of the relative humidity in the region.

Keywords: impedance-based hygrometer, instrument drift, hygrometry, inter-laboratory comparison

1 UVOD

Impedančni merilniki vlažnosti so poleg termometrov in merilnikov tlaka med najpogosteje uporabljenimi industrijskimi merilniki. Njihovo delovanje temelji na spremembi impedance, ki nastane zaradi spremembe dielektričnih lastnosti materiala med dvema elektrodama tipala, ko se absorbira ali desorbira vodna para. Kljub omejitvam pri merjenju nizkih impedanc in stabilnosti sorpcijskih lastnosti dielektrika se ti merilniki uporabljajo kot cenovno ugodnejša rešitev v primerjavi s točnejšimi merilniki rosišča ali spektroskopskimi vlagomeri. Uporabljajo se v številnih aplikacijah, kjer je potreba po negotovosti manj kot 1 % relativne vlažnosti, na primer pri spremljanju okoljskih parametrov, testiranju izdelkov, v avtomobilski industriji [1], v gradbeništvu, prehranski industriji, zdravstvu, vojski in drugod.

Lastnosti dielektričnega materiala se sčasoma spreminjajo – pojav, znan kot lezenje instrumenta – zato je treba impedančne vlagomere redno umerjati. Pri tem se po navadi uporabljajo bolj stabilni etaloni rosišča in termometri, ki omogočajo točnejšo določitev prave vrednosti relativne vlažnosti.

Za zagotavljanje globalne primerljivosti meritev na svetovnem trgu se ti etaloni občasno primerjajo v tako imenovanih medlaboratorijskih primerjavah, kjer sodelujoči nacionalni laboratoriji izmenično merijo

odstopanje krožečega prenosnega etalona od referenčne vrednosti, ki jo določijo njihovi primarni etaloni.

Zaradi počasnosti teh meritev se tovrstne primerjave izvajajo enkrat na 10 do 20 let. V vmesnem obdobju pa se zaradi praktičnih razlogov izvajajo medlaboratorijske primerjave, kjer se za krožeče prenosne etalone uporabljajo čim bolj natančni impedančni vlagomeri. Zaželeno je, da prenosni etaloni med primerjavo ohranjajo čim bolj stabilne vrednosti, kar se zaradi značilnega lezenja impedančnih vlagomerov dosega s krajšimi primerjavami med manjšim številom udeležencev, običajno med nacionalnim laboratorijem in določenim kalibracijskim laboratorijem. Primerjave med več nacionalnimi laboratoriji različnih držav po svetu so redkejše.

V članku je predstavljena prva obsežna mednarodna primerjava na področju relativne vlažnosti, v kateri je sodelovalo 21 evropskih nacionalnih laboratorijev. Primerjavo je koordiniral slovenski nacionalni laboratorij – Laboratorij za metrologijo in kakovost (LMK). Ker so meritve potekale več let, je bilo zaradi pričakovanega lezenja treba prilagoditi več segmentov, kar je podrobneje opisano v nadaljevanju.

Predstavljeni so rezultati te primerjave v območju relativne vlažnosti od 10 % do 95 % in pri temperaturi zraka od -10 °C do 70 °C. Primerjava je bila izvedena v okviru projekta št. 1189 Evropskega združenja nacionalnih meroslovnih institutov (EURAMET). Podrobno poročilo o primerjavi je izdano na strani združenja [2]. Kot omenjeno, smo zaradi nezanesljivega lezenja prenosnih etalonov uporabili nov statistični pristop za izračun referenčne vrednosti primerjave, kar smo podrobneje obdelali v ločenem delu [3] na primeru te primerjave. Ta članek se osredotoča na samo primerjavo ter izpostavlja rezultate, dosežene s slovenskim nacionalnim etalonom. Ti rezultati kažejo pomembno konsistentnost meritev relativne vlažnosti v regiji, ki so sledljive s slovenskim nacionalnim etalonom.

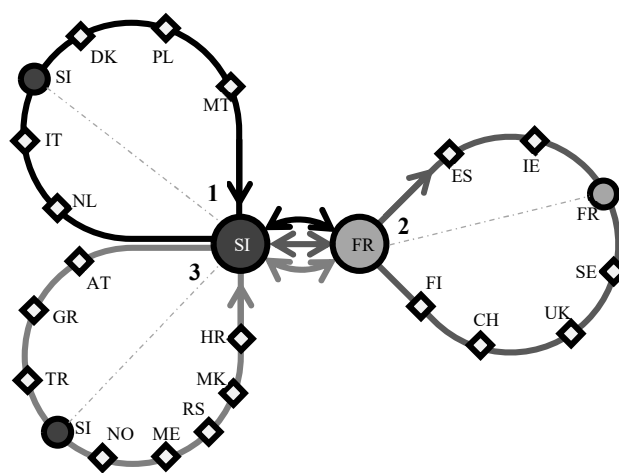
2 TOPOLOGIJA MEDLABORATORIJSKE PRIMERJAVE

V primerjavi je sodelovalo 21 nacionalnih laboratorijev iz različnih evropskih držav. Vsak laboratorij je imel na voljo dva tedna za hkratno umerjanje treh prenosnih etalonov – precizijskih impedančnih vlagomerov – v območju relativne vlažnosti od 10 % do 95 % pri temperaturah -10 °C, 23 °C in 70 °C, odvisno od zmogljivosti.

Skupaj s pripravami, transportom in zakasnitvami je kroženje etalonov trajalo več let. Zato so pričakovana lezenja tudi pri najboljših komercialno dostopnih impedančnih merilnikih presegala 1 %, kar je za potrjevanje zmogljivosti nacionalnih etalonov z razširjenimi negotovostmi v povprečju od 0,2 % do 1,5 % statistično pomembno. Da bi zmanjšali vpliv lezenja, smo v primerjavo vključili naslednje posebnosti:

- uporabili smo večje število (9) prenosnih etalonov;
- kroženje teh prenosnih etalonov je bilo razdeljeno v tri vzporedne zanke, pri čemer so v vsaki zanki krožili po trije prenosni etaloni;
- vsako zanko je vodil pilotni laboratorij, ki je na začetku in na koncu umeril vseh 9 etalonov ter dodatno še enkrat umeril pripadajoče tri etalone na sredini kroženja.

Slika 1 prikazuje topologijo kroženja prenosnih etalonov v treh ločenih zankah. Udeleženi nacionalni laboratoriji so označeni z dvočrkovnimi oznakami pripadajočih držav. LMK je bil pilotni laboratorij za prvo in tretjo zanko, medtem ko je bil za drugo zanko odgovoren francoski laboratorij CETIAT.



Slika 1: Topologija primerjave s tremi zankami (udeleženi nacionalni laboratoriji so označeni z dvočrkovnimi oznakami pripadajočih držav).

Trojčke prenosnih etalonov v posamezni zanki so sestavljali najboljši impedančni vlagomeri s keramičnim dielektrikom – en model HMT337 proizvajalca Vaisala ter dva HP22-A/HC2-S proizvajalca Rotronic.

3 SLOVENSKA UDELEŽBA

Kot že omenjeno, je bil LMK v vlogi koordinatorja in pilota za dve od treh zank primerjave. Skupaj s francoskim laboratorijem CETIAT smo se s proizvajalcema Vaisala in Rotronic dogovorili, da nam posodijo svoje najbolj stabilne impedančne merilnike – tri iz Vaisale in šest iz Rotronica. Vseh devet merilnikov sta nato oba laboratorija izmenično umerila, kar smo ponovili tudi na koncu njihovega kroženja – ob koncu primerjave. Prav tako smo dodatno umerili po tri izmed devetih etalonov na sredini kroženja v zanki, ki jo je laboratorij vodil. To je zahtevalo ogromno dodatnih meritev, ki jih je bilo treba opraviti s čim točnejšo referenčno opremo v relativno kratkem času.



Slika 2: Merilna oprema LMK, ki je bila uporabljena pri primerjavi. Od desne proti levi: merilnik rosišča MBW 373H, zadaj generator Thunder Sc. 2500 in levo primarni generator rosišča.

Za umerjanje prenosnih etalonov smo uporabili rosiščni vlagomer MBW 373, ki je najtočnejši merilnik, komercialno dostopen. Deluje na principu ohlajanja zrcala, na katerem se vodna para iz merjenega zraka kondenzira, ko doseže temperaturo rosišča t_r . Temperaturo meri s platinasto-uporovnim termometrom, vgrajenim pod površjem zrcala. Poleg tega smo beležili več kot 15 let zgodovine umerjanj. Naš primarni generator rosišča [4, 5], ki smo ga razvili in ga vzdržujemo v LMK, je že od leta 2008 sledljiv z merilnikom rosišča.

Skupaj z ločenim platinasto-uporovnim termometrom, s katerim merimo temperaturo zraka t_z in ki je sledljiv s primarnim etalonom temperature LMK, je meril referenčno relativno vlažnost φ_{ref} po naslednji enačbi:

$$\varphi_{\text{ref}} = \frac{e_s(t_r)}{e_s(t_z)} \cdot 100 \% \quad (1)$$

e_s v enačbi (1) predstavlja enačbo za delni tlak nasičenja vodne pare v zraku pri atmosferskem tlaku.

Za nastavitve predpisanih delovnih točk relativne vlažnosti in temperature smo uporabili stabilni generator vlažnosti Thunder Scientific, model 2500. V njegovo komoro smo postavili prenosne etalone, okoli katerih smo merili referenčno relativno vlažnost z omenjenima rosiščnim vlagomerom ter platinasto-uporovnim termometrom. Slika 2 prikazuje merilno opremo LMK, uporabljeno pri primerjavi. Na sliki desno je prikazan merilnik rosišča MBW 373, v ozadju na sredini generator Thunder Sc. 2500 in levo primarni generator rosišča, ki predstavlja nacionalni etalon vlažnosti in je sledljiv z merilnikom rosišča. Merilni rezultati udeležencev primerjave

Vsak udeleženi laboratorij je istočasno umeril tri krožeče prenosne etalone, ko jih je prejel od predhodnika v zanki (glej sliko 1). Za vsakega od njih je moral pomeriti razliko E med referenčno vrednostjo relativne vlažnosti φ_{ref} laboratorija x v določeni točki p ter kazanjem φ_{ind} tega etalona (oznaka $s \in [1, 9]$):

$$E(x, s, p) = \varphi_{\text{ref}}(x, s, p) - \varphi_{\text{ind}}(x, s, p) \quad (2)$$

Rezultati posameznega laboratorija so predstavljeni kot razlika $E(x, s, p)$ ter standardna in razširjena negotovost (za verjetnost 95 %) [6] te razlike, $u(x, s, p)$ oz. $U(x, s, p)$.

Rezultate so podali za 30 kalibracijskih točk p v nastavitvah relativne vlažnosti in temperature zraka. Če kateri od laboratorijev ni imel zmogljivosti za umerjanje pri določenih točkah, za te točke ni predložil rezultatov. Točke so bile izvedene v vnaprej določenem zaporedju, kot ga prikazuje tabela 1. Tiste, ki so označene z zvezdico, so bile izvedene ob polovičnem pretoku zraka. V analizi so kasneje rezultati, dobljeni pri istih nastavitvah temperature in rel. vlažnosti, združeni [3]. To je omogočilo bolj pregledno predstavitev manjšega števila točk, označenih s h v tabeli 1.

Tabela 1: Nastavitve točk relativne vlažnosti φ in temperature zraka t , za katere so udeleženci podajali rezultate primerjave; p je zap. št. točke, h pa zap. št. združenih ponovljenih točk

p	$t / ^\circ\text{C}$	$\varphi / \%$	h	p	$t / ^\circ\text{C}$	$\varphi / \%$	h
1		30	2	17		50	10
2		50	3	18		95	11
3		70	4	19		10	9
4		95	5	20	-10	95	11
5	23	70	4	21		50	10
6		50	3	22		50*	10
7		50*	3	23		10	9
8		30	2	24		50	3
9		10	1	25		95	5
10		50	7	26		10	1
11		95	8	27	23	95	5
12		10	6	28		50	3
13	70	95	8	29		50*	3
14		50	7	30		10	1
15		50*	7				
16		10	6				

4 REFERENČNA VREDNOST IN REZULTATI PRIMERJAVE

Rezultati posameznih laboratorijev so bili do končnega izračuna primerjalnih rezultatov anonimni.

Ključni del analize je določitev referenčne vrednosti primerjave E_{RVP} , ki predstavlja najbolj verjetno pravo vrednost meritev. Izračunamo jo kot uteženo povprečno

vrednost vseh posameznih rezultatov udeležencev, kjer za utež uporabimo obratno vrednost variance ($1/u^2$), saj želimo, da rezultati udeležencev z manjšo negotovostjo bolj prispevajo k določevanju »prave« vrednosti.

$$E_{RVP}(s, h) = \frac{\sum_x w_x \cdot E(x, s, h)}{\sum_x w_x}, \quad (3)$$

$$w_x = u^{-2}(x, s, h)$$

Ko izračunamo E_{RVP} , lahko nato primerjamo merilne rezultate posameznih laboratorijev. Rezultati primerjave torej predstavljajo odstopanja D posameznih rezultatov udeležencev od E_{RVP} . Za vsak prenosni etalon s in za vsako (združeno) kalibracijsko točko h izračunamo rezultat primerjave D za posamezen laboratorij x z naslednjo enačbo:

$$D(x, s, h) = E(x, s, h) - E_{RVP}(s, h) \quad (4)$$

Negotovost tega rezultata vključuje oba prispevka: negotovost rezultata posameznega laboratorija $u(x, s, p)$ ter negotovost E_{RVP} , ki jo je prav tako treba določiti v analizi:

$$u(D(x, s, h)) = \sqrt{u^2(E(x, s, h)) + u^2(E_{RVP}(s, h))} \quad (5)$$

Težava se pojavi, če se vrednost prenosnega etalona med udeleženci pomembno spreminja. To bi pomenilo, da bi dva laboratorija, ki bi na primer določila isto pravo referenčno vrednost relativne vlažnosti, izmerila dve različni razliki kazanja prenosnega etalona. Rezultat primerjave bi nato lahko napačno kazal, da eden od njiju nepravilno določa referenčno vrednost.

Naša primerjava tega pogoja na žalost ni izpolnila, kar je potrdila tudi analiza rezultatov. V analizi smo ločeno ocenili lezenja prenosnih etalonov tako, da smo interpolirali ponovljene meritve pilotov pred začetkom kroženja, med njim in na koncu kroženja v posamezni zanki. To ocenjeno lezenje δ_{lez} smo nato odšteli od posameznega rezultata:

$$E'(x, s, h) = \varphi_{ref}(x, s, h) - \varphi_{ind}(x, s, h) - \delta_{lez}(x, s, h) \quad (6)$$

Dodatno smo upoštevali tudi povezave med tremi zankami primerjave, saj je bil končni cilj medsebojno primerjati vse laboratorije, ki so umerjali različne etalone v različnih zankah. Rezultate je bilo treba med seboj normalizirati glede na začetno meritev pilota ter, podobno kot pri lezenju, upoštevati dodatno negotovost

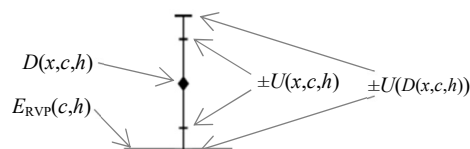
zaradi ponovljivosti meritev povezovalnih pilotnih laboratorijev.

Upoštevanje lezenja in povezav med zankami se je pokazalo v novem izračunu E_{RVP} , v katerem se poleg E spremenijo tudi uteži, saj vključujejo varianco lezenja ter varianco povezav med zankami. Ocena obeh varianc poteka sočasno z izračunom E_{RVP} z numeričnem reševanjem sistema nelinearnih enačb [3]. Novo vrednost E_{RVP} nato uporabimo za ponovni izračun rezultatov primerjave D in $u(D)$.

Ker smo imeli v treh zankah po tri prenosne etalone, smo lahko na koncu primerjali 27 različnih kombinacij rezultatov laboratorijev. Ta redundanca nam je omogočila, da smo izbrali tisto, ki je proizvedla med seboj najbolj konsistentne rezultate z najmanjšo negotovostjo $u(E_{RVP})$, kar posledično pomeni izbiro etalonov z majhnim lezenjem. Podrobna razlaga analize je predstavljena v [3], v tem članku pa bomo izpostavili le končne rezultate, iz katerih je mogoče videti stopnjo njihovega medsebojnega ujemanja.

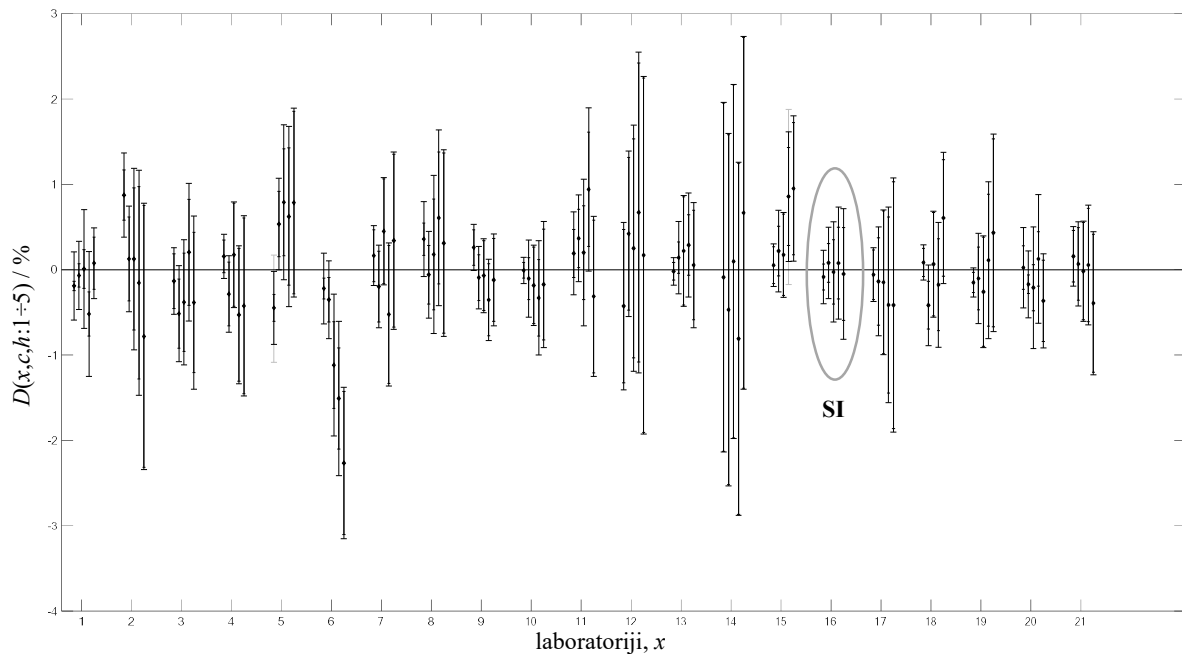
Grafi na slikah 4 do 6 spodaj prikazujejo rezultate primerjave za posamezne laboratorije x , dosežene s prenosnimi etaloni iz različnih optimalnih kombinacij c pri različnih točkah h . Grafi so razdeljeni po temperaturah, tako so na sliki 4 prikazani rezultati za 23 °C oz. točke 1 do 5 (glej stolpec h v tabeli 1); slika 5 prikazuje rezultate za 70 °C oz. točke 6 do 8 ter slika 6 za -10 °C oz. točke 9 do 11. Za vsak laboratorij so grupirani rezultati za različne relativne vlažnosti. Rezultati so anonimni, laboratoriji pa so označeni z arbitrarno določeno številko x . Rezultati za Slovenijo oziroma LMK so prikazani pod številko 16. Vsi laboratoriji niso merili v vseh točkah, zato so v teh primerih grafi prazni.

Vsak rezultat D je opremljen z intervalom, ki predstavlja razširjeno negotovost posameznega laboratorija $U(x, c, h)$ ter dodatno še razširjeno negotovost rezultata primerjave s faktorjem razširitve 2, $U(D)=2 \cdot u(D)$ (glej sliko 3). Slednja se razlikuje od U za dodatne negotovosti oz. variance zaradi E_{RVP} (glej en. 5), lezenja ter povezav med zankami.

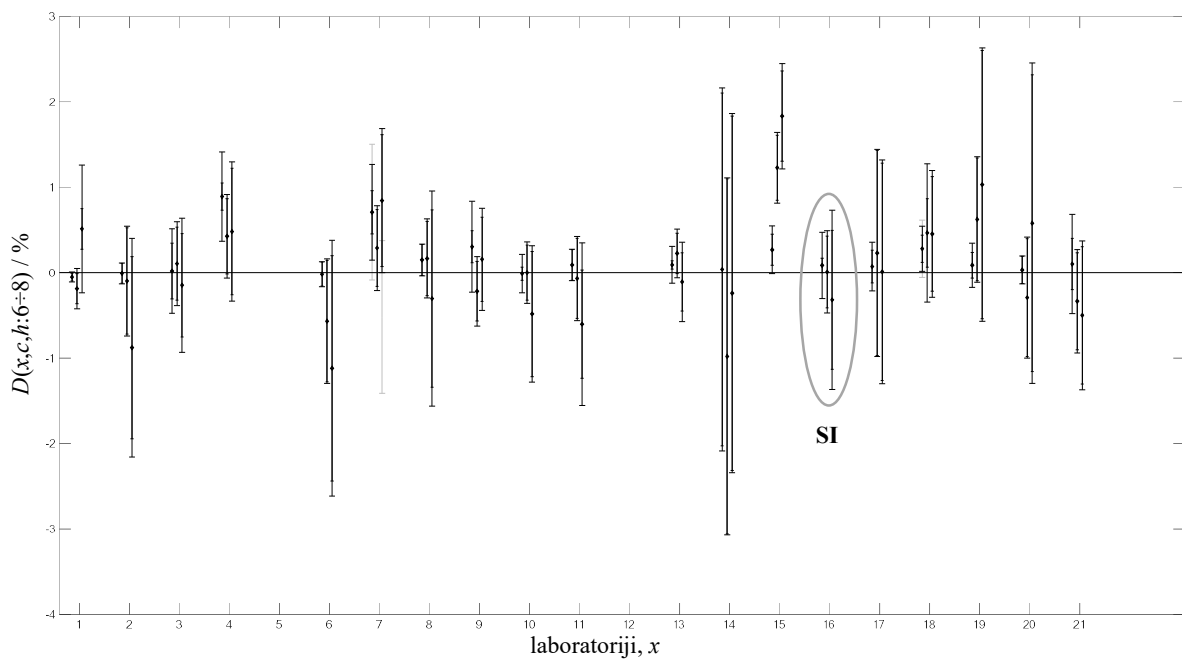


Slika 3: Primer rezultata za eno točko h .

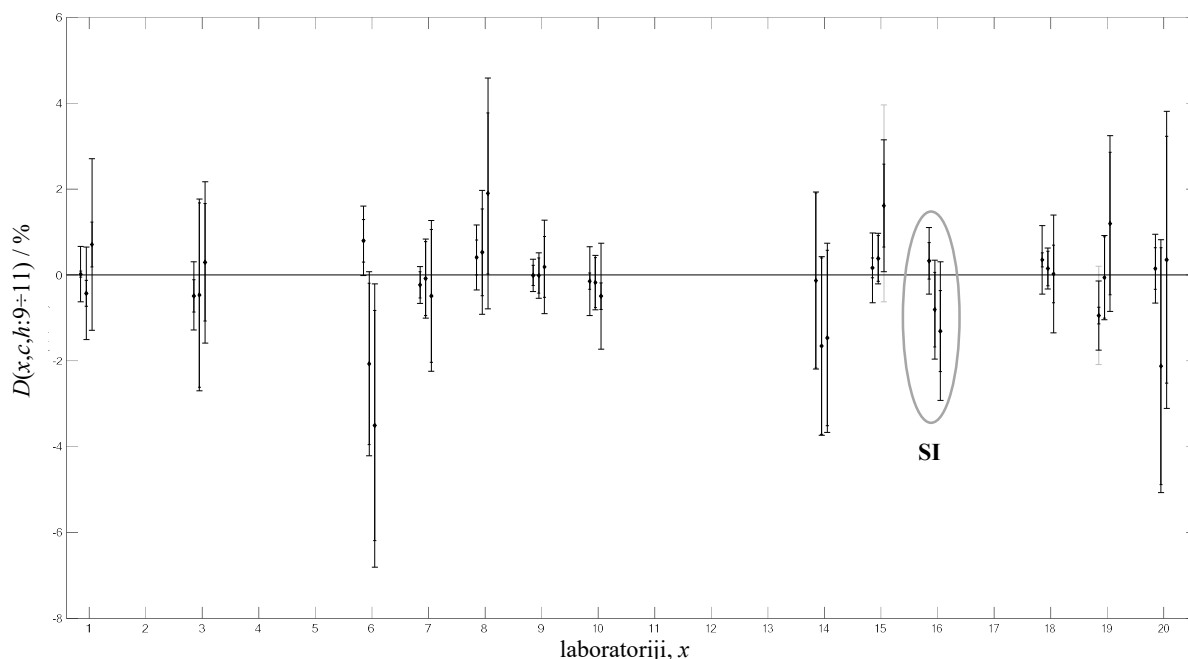
Rezultat D , pri katerem je E_{RVP} zunaj intervala $\pm U(D)$, nakazuje, da je neustrezen oz. da je negotovost meritev laboratorija podcenjena.



Slika 4: Rezultati primerjave $D(x,c,h)$ z $U(D(x,c,h))$ pri temperaturi zraka 23 °C ; za vsak laboratorij x je skupina rezultatov pri relativnih vlažnostih 10 %, 30 %, 50 %, 70 % in 95 %, to so točke $h=1\div5$



Slika 5: Rezultati primerjave $D(x,c,h)$ z $U(D(x,c,h))$ pri temperaturi zraka 70 °C ; za vsak laboratorij x je skupina rezultatov pri relativnih vlažnostih 10 %, 50 % in 95 %, to so točke $h=6\div8$



Slika 6: Rezultati primerjave $D(x,c,h)$ z $U(D(x,c,h))$ pri temperaturi zraka -10 °C ; za vsak laboratorij x je skupina rezultatov pri relativnih vlažnostih 10 %, 50 % in 95 %, to so točke $h=9\div 11$

5 ZAKLJUČEK

Na podlagi izvedene medlaboratorijske primerjave, v kateri je sodelovalo 21 evropskih nacionalnih laboratorijev, lahko sklepamo, da je bil postopek umerjanja prenosnih etalonov, ki so impedančni vlagomeri s keramičnim dielektrikom, kljub izzivom, kot sta dolgotrajnost kroženja in pričakovano lezenje teh merilnikov, uspešno izveden. Uporaba več prenosnih etalonov in njihova razporeditev v tri vzporedne zanke sta omogočila večjo robustnost primerjave ter zmanjšanje vpliva sistematičnih napak. Dodatna kalibracija pilotnih laboratorijev na začetku kroženja, med njim in na koncu kroženja je pripomogla k boljšemu obvladovanju možnih odstopanj zaradi lezenja.

Analiza rezultatov je pokazala pomembno konsistentnost med meritvami posameznih laboratorijev, pri čemer je bila posebna pozornost namenjena vplivu slovenskega nacionalnega etalona na merjenje relativne vlažnosti v regiji. Uporaba naprednih statističnih metod za določitev referenčne vrednosti primerjave (ERVP) je omogočila natančnejše vrednotenje odstopanj in negotovosti, kar je ključnega pomena za zagotavljanje zanesljivosti in sledljivosti meritev.

Ta primerjava potrjuje pomembno vlogo medlaboratorijskih primerjav pri zagotavljanju globalne primerljivosti meritev in izpostavlja pomen rednega umerjanja in prilagajanja merilnih postopkov, še zlasti v industrijsko kritičnih aplikacijah, kjer so točne meritve relativne vlažnosti ključnega pomena.

LITERATURA

- [1] M. Sitar, S. Beguš, G. Begeš, J. Drnovšek in D. Hudoklin, „Implementacija novega senzorja za merjenje površinske vlažnosti v proizvodni liniji,“ *Elektrotehniški vestnik*, Izv. 83, št. 1–2, pp. 68–72, 2016.
- [2] D. Hudoklin, „Comparison of the realisations of the relative humidity in the range from 10%rh to 95%rh at temperatures from -10 °C to 70 °C , Final report,“ EURAMET, 2020.
- [3] D. Hudoklin, E. Georgin, A. B. Kentved, S. O. Aytekin, R. Benyon in G. Begeš, „Novel approach to reducing uncertainty of drift estimate in international comparisons of relative humidity scales,“ *Metrologia*, Izv. 60, 2023.
- [4] D. Hudoklin, J. Bojkovski, J. Nielsen in J. Drnovšek, „Design and validation of a new primary standard for calibration of the top-end humidity sensors,“ *Measurement*, Izv. 41, št. 9, pp. 950–959, 2008.
- [5] D. Hudoklin in J. Drnovšek, „The New LMK Primary Standard for Dew-Point Sensor Calibration: Evaluation of the High-Range Saturator Efficiency,“ *International Journal of Thermophysics*, Izv. 29, pp. 1652–1659, 2008.
- [6] „Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement,“ BIPM, JCGM 100:2008, Paris, 2008.
- [7] D. Hudoklin, „Izboljšanje natančnosti impedančnih vlagomerov: analiza vplivov histereze, lezenja in drugih virov neobnovljivosti,“ *Elektrotehniški vestnik*, Izv. (še ni določen), 2024.

Domen Hudoklin je leta 1997 diplomiral, leta 2008 pa doktoriral na Fakulteti za elektrotehniko v Ljubljani, kjer je tudi zaposlen. Njegova raziskovalna zanimanja vključujejo razvoj senzorjev in merilnikov vlažnosti, razvoj merilnih principov ter primarnih etalonov vlažnosti. V LMK je zadolžen za vzdrževanje nacionalnega etalona vlažnosti.