

# VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE CALIBRACIÓN DE HIGRÓMETROS CAPACITIVOS CON SOLUCIONES SAL-AGUA COMO GENERADORAS DE HUMEDAD

Jesús A. Dávila Pacheco, Enrique Martines López  
 Centro Nacional de Metrología, División de Termometría  
 km 4,5 Carretera a Los Cués, El Marquez, Qro., México  
 2110500 ext. 3395, 3420, [jdavila@cenam.mx](mailto:jdavila@cenam.mx), [emartine@cenam.mx](mailto:emartine@cenam.mx)

## Resumen:

La calibración de higrómetros de humedad relativa generalmente se realiza en una cámara de humedad. Los métodos mas usados para generar humedad son el método de dos presiones, el método de flujo dividido y las soluciones de sal y agua. Este último es uno de los métodos menos costosos para realizar una calibración, además de cubrir un amplio intervalo de humedad relativa. De acuerdo a [1], con este método se pueden obtener resultados similares a los obtenidos con una cámara de humedad. Algunas desventajas que se tienen con estos métodos son la posible contaminación del sensor, los prolongados tiempos de estabilización y la limitante de sólo poder calibrar el instrumento a valores definidos.

En este trabajo se describe el proceso de calibración de higrómetros de humedad relativa usando como sistema de generación de humedad las soluciones de sal-agua y la validan de los resultados con un sistema de generación de humedad de dos presiones.

## 1. INTRODUCCIÓN

Los tres métodos más usados para generar humedad en el aire son: el método de dos presiones, el método de flujo dividido y las soluciones sal-agua.

La mezcla de sal y agua permite generar humedad relativa desde aproximadamente 3% hasta 98 %. Este amplio intervalo de humedad es útil para calibrar higrómetros así como para otras aplicaciones. La principal ventaja de este método es la reducción en el costo.

El valor de humedad generado depende del tipo de sal, en la tabla 1 se muestran las soluciones sal-agua más usadas en la calibración.

**Tabla 1.** Soluciones sal-agua y sus valores de humedad relativa reportados en ASTM [2].

Tipo de sal	HR(%)	t(°C)
LiCl	11,3	25
MgCl <sub>2</sub>	32,8	25
NaCl	75,3	25
BaCl <sub>2</sub>	90	25

Por el reducido costo de las soluciones sal-agua para generar humedad y basados en el argumento de considerarse como puntos fijos de referencia,

estas son ampliamente usadas por fabricantes, laboratorios de calibración y otros usuarios. Sin embargo, recientemente se han encontrado diferencias respecto a los valores reportados por la Greenspan [3], OIML [4] y ASTM, por lo que es conveniente caracterizar estas soluciones con una técnica ó instrumento adecuado (medición directa de presión de vapor, medidor de temperatura de punto de rocío).

Una desventaja es que aún no existe un procedimiento de calibración confiable y repetible basado en las soluciones de sales.

Entre los aspectos más importantes a considerar en la preparación de las soluciones de sales se encuentran los siguientes:

- 1) material del recipiente que contiene a la solución acuosa,
- 2) la pureza de los componentes de la solución,
- 3) La técnica de preparación,
- 4) El volumen y diseño de la cámara de calibración,
- 5) La medición y control de temperatura dentro de la cámara
- 6) La caracterización.

El recipiente debe ser de un material no higroscópico, resistente a la corrosión. Comúnmente se usa teflón, acero inoxidable y vidrio.

La sal empleada debe ser grado reactivo analítico. El agua usada en la solución debe ser destilada ó des-ionizada [2] [4].

Una porción de sal debe disolverse completamente en agua y mantener una cantidad sin disolver (exceso de sal) la cuál puede ser del 30 % al 90 % respecto a la muestra pesada [4].

Otro de los factores importantes a considerar es el volumen y diseño de la cámara de prueba. De esto dependen los tiempos de estabilización, volumen de agua-sal a emplear y gradientes de temperatura y humedad.

La temperatura y la variación en la solubilidad, constituye el principal factor de influencia en las soluciones. La inestabilidad de temperatura en ±0,1 °C, puede causar inestabilidades de humedad relativa de ±0,5 % HR del valor generado [2].

Como ya se ha mencionado, según el diseño y volumen de la cámara de prueba, es posible que se generen gradientes de humedad relativa y temperatura, por ello es necesario realizar una caracterización para determinar estos gradientes y su efecto en la incertidumbre.

En este trabajo se presenta el procedimiento y resultados de la calibración de un higrómetro capacitivo en cámaras de soluciones de sales, la evaluación de incertidumbre y su validación.

Las soluciones se prepararon en base a [2] y [4]. Las cantidades de agua y sal necesarias se calcularon a partir de la solubilidad de cada una de las sales a una temperatura de 23 °C.

En la tabla 2 se muestran algunas concentraciones de sal-agua reportadas por [1] y [5]. Adicionalmente se muestran las concentraciones calculadas por el CENAM.

**Tabla 2.** Relación sal-agua a 23 °C (g de sal por 100 g de agua)

Sal	Carotenuto	CENAM	Leonard N.
LiCl	200	192	180
MgCl <sub>2</sub>	500	880	800
NaCl	220	229	335
BaCl <sub>2</sub>	--	184	--

**2. CALIBRACIÓN**

**2.1 Mensurando**

En este método, el mensurando es el valor de corrección resultante del instrumento bajo calibración (IBC).

$$CR = [(HR_p + CR') - (HR)_{IBC}] + [\delta(HR)_t + \delta(HR)_{hist} + \delta(HR)_{stb}]$$

Donde:

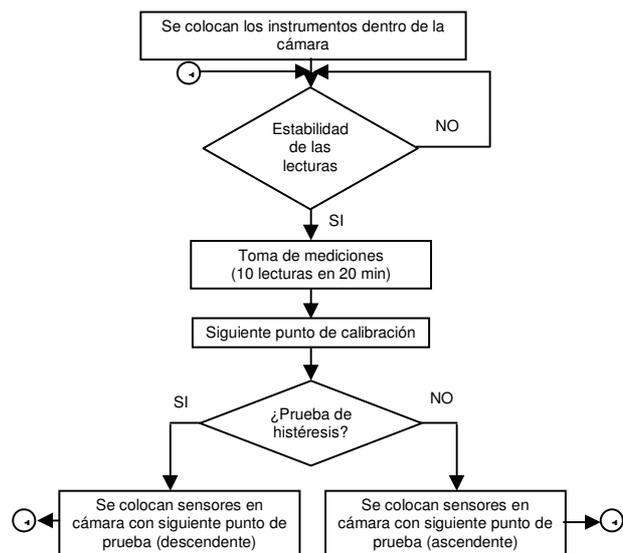
CR es el valor de corrección resultante a la lectura del IBC (en % de humedad relativa); (HR<sub>p</sub> + CR') es la lectura corregida del patrón; CR' es el valor de corrección de la lectura del patrón; (HR)<sub>IBC</sub> es la lectura del instrumento bajo calibración; δ(HR)<sub>t</sub> es el valor de corrección por efecto por temperatura; δ(HR)<sub>cámara</sub> es el valor de corrección por estabilidad en la cámara; δ(HR)<sub>histéresis</sub> es el valor de corrección por efecto de histéresis.

**2.2 Procedimiento**

El procedimiento de calibración está basado en la "Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre de medición en la calibración de higrómetros de humedad relativa" y se resume en el siguiente diagrama.

Los puntos de calibración seleccionados fueron descritos en la tabal 1.

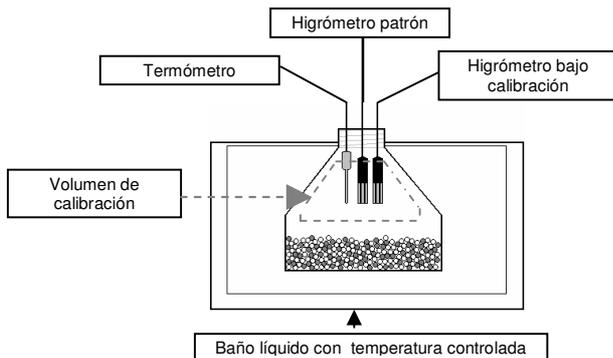
En la figura 2 se muestra un diagrama que resume el procedimiento de calibración.



**Figura 1** Procedimiento de calibración.

Las sales fueron caracterizadas antes de iniciar el proceso de calibración. Se consideró que el volumen de recipiente es pequeño por lo que el efecto de gradientes se desprecia y solo se considera la estabilidad en humedad relativa.

El sistema de calibración se muestra en la figura 2.



**Figura 2.** Sistema de calibración con soluciones de sales

**3. CALCULO DE INCERTIDUMBRE**

Las fuentes de incertidumbre consideradas en este sistema de calibración son.

1. Incertidumbre del patrón  $U_p$ .
2. Incertidumbre de la cámara  $U_{camara}$ .
3. Incertidumbre de las lecturas  $U_{lecturas}$ .
4. Incertidumbre por temperatura  $U_{temperatura}$ .
5. Incertidumbre por histéresis  $U_{histéresis}$

La incertidumbre del patrón es la reportada en su certificado de calibración.

La incertidumbre de la cámara incluye la estabilidad y gradientes en temperatura y humedad.

La incertidumbre de las lecturas esta dada por:

$$U_{lecturas} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \tag{1}$$

Donde  $\sigma$  es la desviación estándar de las lecturas;  $n$  es el número de lecturas.

La incertidumbre por resolución está dada por la ecuación 2.

$$U_{resolución} = \frac{resolución}{\sqrt{12}} \tag{2}$$

El valor de incertidumbre por temperatura

$$U_{temperatura} = \frac{dHR}{dt} \cdot ut \tag{3}$$

Donde  $\frac{dHR}{dt}$  es el coeficiente de sensibilidad del sensor bajo calibración;  $ut$  es la incertidumbre de medición de temperatura.

La incertidumbre por histéresis se calcula de acuerdo a

$$U_{histéresis} = \frac{HR_2 - HR_1}{\sqrt{12}} \tag{4}$$

Donde  $HR_1$  es el valor de humedad relativa medido en sentido ascendente;  $HR_2$  es el valor de humedad relativa medido en sentido descendente.

**4. RESULTADOS**

Los resultados de la calibración se muestran en la tabla 3. Estos resultados corresponden a una temperatura de 23 °C y a una presión atmosférica 81 kPa. Los valores de incertidumbre se calcularon para un nivel de confianza de 95 %.

**Tabla 3.** Resultados de la calibración

Valor indicado por el patrón	Valor indicado por el IBC	Corrección	Incertidumbre expandida
% HR	% HR	% HR	% HR
11,0	13,2	-2,2	± 1,6
32,8	34,7	-2,0	± 1,6
75,3	77,1	-1,8	± 1,7
90,6	92,3	-1,7	± 1,5

El tiempo de estabilización en cada punto fue de 4 horas aproximadamente.

En la tabla 4 se muestran las fuentes de incertidumbre con su valor respectivo.

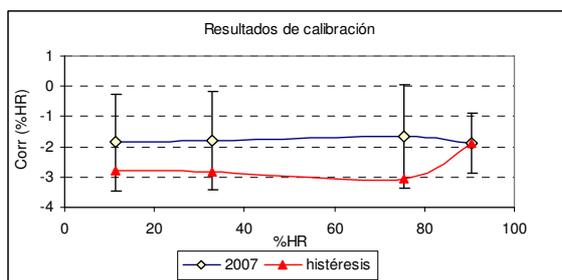
**Tabla 4.** Evaluación de las incertidumbres

Estimación de incertidumbre	Puntos de calibración			
	11%	33%	75%	90%
Descripción				
$U_p$	0,75	0,75	0,75	0,75
$U_{camara}$	0,11	0,15	0,08	0,17
$U_{lecturas\_IBC}$	0,02	0,01	0,02	0,02
$U_{resolución}$	0,03	0,03	0,03	0,03
$U_{temperatura}$	0,00	0,00	0,00	0,00
$U_{histéresis}$	0,27	0,30	0,40	0,00
$U_{combinada}$	<b>0,80</b>	<b>0,81</b>	<b>0,85</b>	<b>0,75</b>
$U_{expandida}$	<b>1,6</b>	<b>1,6</b>	<b>1,7</b>	<b>1,5</b>

La incertidumbre de la cámara fue calculada para una temperatura de  $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Estos valores se obtuvieron de un proceso de caracterización en recipientes con volúmenes de 200 mL

En esta tabla se muestra que las incertidumbres con mayor contribución se deben al patrón y al efecto de histéresis.

El efecto por histéresis se puede observar en la figura 2. Los valores de histéresis pueden ser mayores al 1 % HR.



**Figura 2.** Resultados de la calibración en sales sobresaturadas e histéresis.

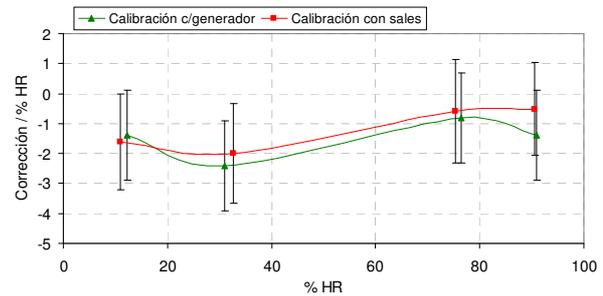
Para evaluar la histéresis, las mediciones se repitieron con la misma condición de tiempo de estabilización considerada en la primera medición. Esto quiere decir que se mantuvo para su estabilización por un periodo de 4 horas en cada punto.

## 5. VALIDACIÓN

Para validar el método, se realizó la calibración del mismo instrumento en un generador de dos presiones. La calibración se realizó a  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$  y a una presión de 81 kPa.

Los resultados se muestran en la figura 3. En ella se comparan los resultados de ambos métodos de calibración.

La diferencia obtenida con ambos métodos se encuentra entre los límites de la incertidumbre obtenida.



**Figura 3.** Comparación de los métodos de calibración.

## 6. CONCLUSIONES

En un sistema de generación de humedad relativa con soluciones sal-agua, es posible generar ambientes de 3 %HR a 98 %HR.

De acuerdo a los resultados obtenidos en la calibración, se encontró que este método es adecuado si se toman en cuenta los cuidados necesarios tales como:

- La pureza de los materiales.
- La preparación de las soluciones.
- Caracterización de la zona de calibración.
- Control de temperatura.
- La medición de humedad con instrumento calibrado.

Los resultados obtenidos en el método de calibración con soluciones sal-agua se validaron al comprarlos con los obtenidos en un generador de dos presiones.

Las diferencias entre ambos métodos se encuentran entre los límites de la incertidumbre obtenida. Estas diferencias se deben principalmente a gradientes dentro de la zona de calibración.

## REFERENCIAS

- [1] Carotenuto A., Dell'sola M., An Experimental Verification of Saturated Salt Solution-Based Humidity Fixed Points. ~ *International Journal of Thermophysics*. Vol. 17. No. 6, 1996.
- [2] ASTM E 104-85 (reapproved 1991). Standard Practice for Maintaining Constant Relative Humidity by Means of Aqueous Solutions, 1991.

[3] Greenspan L., Humidity Fixed Points of Binary Saturated Aqueous Solutions, Journal of Research of the National Bureau of Standards, January February 1977.

[4] OIML R 121. The Scale of relative humidity of air certified against saturated salt solutions, International Recommendation, Edition 1996.

[5] Bell L. N., Labuza T. P., Moisture Sorption, Practical Aspects of Isotherm Measurement and Use, Second Edition 2000.