

CENTRO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA Núcleo de Qualidade Metrológica

Proc. 1104/11/16134

PROCEDIMENTO PARA CALIBRAÇÃO DE GERADORES DE HUMIDADE NO LCAM/LNEC (VERSÃO 1)

Estudo realizado no âmbito do Projecto de Investigação "Reforço das Capacidades Metrológicas nos Domínios das Grandezas Comprimento, Massa, Pressão e Temperatura"

Lisboa • Janeiro de 2008

I&D INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA

RELATÓRIO 5/2008 - NQM



Procedimento de Calibração de Geradores de Humidade no LCAM/LNEC

Resumo

O presente relatório apresenta um procedimento para a calibração de geradores de humidade elaborado no LCAM/LNEC.

Calibration Procedure of Humidity Generators at LCAM/LNEC

Abstract

This report presents a procedure for the calibration of humidity generators developed at LCAM/LNEC.

Procédure d'Étalonnage de Générateurs d'Humidité au LCAM/LNEC

Résumé

Ce rapport présente une procédure pour l'étalonnage de générateurs d'humidité élaborée au LCAM/LNEC.

ÍNDICE

1. INTI	RODUÇÃO	1
2. CON	TEÚDO DO RELATÓRIO	2
Anexo 1	Procedimento para calibração de geradores de humidade	
	no LCAM/LNEC	5

PROCEDIMENTO PARA CALIBRAÇÃO DE GERADORES DE HUMIDADE NO LCAM/LNEC (VERSÃO 1)

1 INTRODUÇÃO

No âmbito do processo "Reforço das Capacidades Metrológicas nos domínios das grandezas Comprimento, Massa, Pressão e Temperatura" o Núcleo de Qualidade Metrológica (NQM) do Centro de Instrumentação Científica tem promovido, entre outros estudos, a elaboração de procedimentos aplicáveis à calibração de instrumentos de medição e ao ensaio de equipamentos laboratoriais.

Esta actividade, considerada de significativo interesse para o Laboratório Central de Apoio Metrológico (LCAM/LNEC), inserido no NQM, está orientada, principalmente, para a satisfação das necessidades dos laboratórios de ensaio do LNEC ou de clientes externos.

Os referidos procedimentos, embora baseados, sempre que tal seja possível, em normas portuguesas, estrangeiras ou internacionais, têm, em regra, uma componente específica estudada em função das capacidades metrológicas do LCAM/LNEC e das tipologias dos instrumentos ou equipamentos a calibrar ou ensaiar.

Neste contexto, foram até agora preparados e revistos em versões melhoradas cerca de 40 procedimentos diferentes, contendo indicações pormenorizadas, tais como a descrição do equipamento de referência a utilizar, a descrição dos ensaios a realizar, a identificação dos resultados e dos desvios de calibração a quantificar e o conteúdo dos certificados a emitir.

O interesse da publicação periódica deste tipo de documentos resulta da introdução de novos procedimentos, situação que ocorre neste caso, ou da necessidade de introdução de revisões periódicas destes documentos ditada pela evolução dos processos operativos e pela adopção de normas mais exigentes, encontrando-se associados ao âmbito de acreditação do LCAM/LNEC no quadro do Sistema Português da Qualidade.

O objectivo desta iniciativa é divulgar a informação actualizada, ainda que de uma forma reservada, aos utentes do LCAM/LNEC, que assim poderão interpretar melhor os resultados das calibrações ou ensaios realizados.

2 CONTEÚDO DO RELATÓRIO

No presente relatório divulga-se, em anexo, o Procedimento 24.15 designado por "Procedimento de Calibração de Geradores de Humidade no LCAM/LNEC" (Versão 1), o qual constitui um procedimento interno por não ser conhecida nenhuma norma internacionalmente aceite aplicável a este tipo de calibração.

Este procedimento engloba um conjunto de ensaios que visam avaliar o grau de exactidão das indicações de um gerador de humidade relativamente às grandezas mensuráveis: temperatura, humidade relativa e temperatura de ponto de orvalho.

A calibração é efectuada por via indirecta, aplicando-se a um conjunto de transdutores de pressão e de termómetros de resistência de platina, desenvolvendo-se de forma equivalente aquela que é aplicada a instrumentação equivalente no âmbito da acreditação do laboratório. Como equipamento de referência para esta calibração, o LCAM/LNEC dispõe de padrões de temperatura e de pressão, bem como, de meios auxiliares (banhos com regulação térmica) que permitem estabelecer condições de referência em temperatura, acedendo aos valores de referência das grandezas de entrada que determinam os valores das grandezas de saída indicadas no gerador de humidade.

Os processos de aquisição de dados provenientes dos equipamentos de referência e do gerador de humidade são desenvolvidos utilizando software dedicado e o processamento dos dados para elaboração dos certificados é efectuado usando uma aplicação informática específica, desenvolvida no LCAM/LNEC.

O documento enumera, adicionalmente, as particularidades dos resultados obtidos nos ensaios e indica a informação a inserir nos certificados de calibração.

VISTOS

O Director do CIC

Francisco Carvalhal

Investigador Coordenador

AUTORIA

Álvaro Silva Ribeiro

Lic.º Física Tecnológica, Doutor Investigador Auxiliar

Luís Filipe Lages Martins

Eng.º Mecânico Bolseiro de Iniciação à Investigação Científica

João Onofre Benevente

Eng.º Técnico Técnico Especialista Principal

ANEXO 1

Procedimento para calibração de geradores de humidade no LCAM/LNEC



PROCEDIMENTO N.º E24.15 (VERS. 1)

INDICE

1 - INTRODUÇÃO	. 3
2 - PRINCÍPIO DE MEDIÇÃO	.3
3 - MÉTODO DE CALIBRAÇÃO	. 3
4 - PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO	. 4
4.1 - Introdução	.4
4.2 - Capacidade do LCAM para calibrar um gerador de humidade	. 4
4.3 - Preparação da calibração	. 4
4.4 - Avaliação prévia da indicação dos padrões	. 5
4.5 - Procedimento de calibração	.6
4.7 - Certificado de calibração	. 9
5 - DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA	. 9
Anexo 1 - Breve descrição da interface e ensaios de teste da ponte ASL-F700	. 9
Anexo 2 - Esquema de ligação do termómetro de platina à ponte ASL-F700	12

1 - INTRODUÇÃO

Para realizar a calibração de geradores de humidade (método das duas pressões) o LCAM dispõe de equipamento padrão constituído por termómetros de resistência de platina com ponte de medição dedicada, resistências padrão, banhos com regulação em temperatura, indicador de pressão dedicado e barómetro digital, os quais encontram-se rastreados a padrões primários da grandeza temperatura e da grandeza pressão.

2 - PRINCÍPIO DE MEDIÇÃO

A medição da temperatura é efectuada recorrendo ao aquecimento ou arrefecimento de banhos com controlo de temperatura, os quais servem de meios de transferência da temperatura para os termómetros de resistência (de referência do laboratório e do equipamento a calibrar).

No caso da grandeza pressão, a sua medição resulta da comparação da indicação do equipamento padrão com a indicação associada aos transdutores de pressão do gerador recorrendo a uma ligação adequada.

3 - MÉTODO DE CALIBRAÇÃO

O método de calibração baseia-se, no caso da temperatura, na obtenção de temperaturas de referência geradas num banho com regulação térmica e, simultaneamente, na medição da resistência eléctrica de termómetros de resistência de platina considerados como padrões de referência. Esta medição toma como referências auxiliares os valores convencionais de resistências padrão.

No caso da pressão, o método de calibração consiste na medição de patamares estáveis de pressão pelo equipamento de referência, o qual assegura também a própria geração da pressão de ensaio.

A partir dos valores de referência medidos e as respectivas contagens analógica/digital (A/D) efectuadas pelo gerador de humidade, é possível definir e programar curvas de calibração (temperatura/pressão *versus* contagem A/D) associadas a cada um dos termómetros de resistência e transdutores de pressão.

4 - PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO

4.1 - Introdução

Apresenta-se a seguir, um procedimento de calibração de geradores de humidade (método das duas pressões), elaborado pelo LNEC. A gama de medição de temperatura situa-se entre 0 °C e 70 °C enquanto que, no caso da medição de pressão, a gama de medição está compreendida entre a pressão atmosférica e a pressão absoluta de 1035 kPa. Considera-se que os termómetros de resistência e os transdutores de pressão encontram-se ligados ao processador interno do gerador de humidade, constituindo este conjunto a cadeia de medição a calibrar.

4.2 - Capacidade do LCAM para calibrar um gerador de humidade (método das duas pressões)

Quando solicitado para calibrar um gerador de humidade nas gamas referidas, o LCAM avaliará a sua capacidade para efectuar a operação tendo em conta a exactidão dos padrões de temperatura e pressão, assim como as características metrológicas aplicáveis dos banhos com regulação térmica.

4.3 - Preparação da calibração

4.3.1 – Preparação da calibração em temperatura

Com o gerador de humidade e respectivo compressor desligados, proceder à remoção dos painéis e materiais de isolamento térmico de forma a aceder aos terminais dos termómetros de resistência do pré-saturador, saturador, válvula de expansão e câmara de ensaio. Remover os termómetros de resistência referidos anteriormente e libertar os respectivos cabos de extensão.

Efectuar a drenagem do fluido de transferência de calor do gerador através da tubagem existente para o efeito.

Seleccionar a resistência padrão a utilizar com a ponte de medida do equipamento de referência e dois termómetros de referência e estabelecer as ligações destes com a ponte de medida. Assegurar a manutenção da resistência eléctrica de referência durante a realização da calibração usando o forno apropriado para esse efeito.

Ligar os equipamentos de medição, no laboratório, pelo menos 1 hora antes de executar a calibração.

Efectuar os ensaios prévios da ponte de medida de acordo com o disposto no manual do fabricante e referido no anexo 1 deste documento.

Proceder à ligação e teste de software utilizado em aquisição de dados, se aplicável.

4.3.2 – Preparação da calibração em pressão

Remover os transdutores de baixa e alta pressão relativamente às respectivas tomadas das linhas de pressão.

Ligar os equipamentos de medição, no laboratório, pelo menos 1 hora antes de executar a calibração.

Proceder à ligação e teste de software utilizado em aquisição de dados, se aplicável.

Garantir a compatibilidade entre as roscas do equipamento padrão e dos transdutores de pressão a calibrar, utilizando adaptadores adequados sempre que necessário.

Efectuar a purga (se aplicável) e garantir uma boa estanquidade.

Comprovar a estanquidade da ligação aplicando uma pressão igual ao alcance nominal máximo a ensaiar e verificando se há perdas.

4.4 - Avaliação prévia da indicação dos padrões

Observar se as indicações que são obtidas com os equipamentos de referência correspondem à temperatura e pressão à qual se encontram (temperatura e pressão ambiente).

Como o indicador de pressão de referência utilizado na calibração apenas apresenta valores de pressão relativa, deverá verificar-se o zero deste equipamento quando exposto à pressão ambiente, a qual é continuamente monitorizada através de um barómetro digital. Deste modo, o valor de pressão absoluta de referência a considerar em cada patamar será igual à soma da pressão atmosférica indicada pelo barómetro com a pressão relativa dada pelo indicador de pressão conectado a um dado transdutor.

4.5 - Procedimento de calibração

4.5.1 - Procedimento de calibração em temperatura

O ensaio consiste na obtenção das contagens A/D dos termómetros a calibrar para cada uma das temperaturas de referência seleccionadas e programadas num banho com regulação térmica e na determinação das respectivas temperaturas obtidas com os termómetros de referência.

O procedimento de calibração segue as seguintes etapas:

- a. Instalar os termómetros a calibrar e os dois termómetros padrão na câmara de imersão de um banho termo-regulado, a igual profundidade (nunca inferior a 8 cm) e de forma a minimizar a distância entre os elementos resistivos dos diversos sensores;
- b. Proceder à selecção dos termómetros de resistência do pré-saturador, saturador, válvula de expansão e câmara de ensaio, seleccionando no painel frontal do gerador as seguintes opções: EDIT/CAL > CAL > TEMP CAL > MARK/CLR; após realizar a selecção dos referidos termómetros pressionar OK;
- c. Seleccionar um conjunto de 3 patamares de calibração, correspondentes a cerca de 0 °C, 35 °C e 70 °C;
- d. Programar a corrente da ponte para 1 mA e, no caso de se utilizar um equipamento diferente para efectuar a leitura dos termómetros de platina de referência, seleccionar o modo de aquisição e a escala (quando aplicável) adequados à realização da leitura;
- e. Programar a temperatura do banho para a temperatura mais baixa das seleccionadas em c. e aguardar que o banho atinja um estado estacionário;
- f. Verificar se o estado estacionário da temperatura na câmara de imersão do banho é adequado à calibração: f1) avaliando a estabilidade através da diferença entre os valores máximo e mínimo das resistências medidas com um dos termómetros padrão (1) ou (3) num intervalo de tempo equivalente ao necessário para a execução de um ciclo completo de leituras (ver alínea g.), devendo aquela ser inferior ou igual a 0,008 °C; f2) avaliando a uniformidade através da diferença entre os valores médios das resistências obtidas com os termómetros padrão (1) e

- (3) num intervalo de tempo equivalente ao necessário para a execução de um ciclo completo de leituras (ver alínea g.), devendo aquela ser inferior ou igual a $0.01 \,^{\circ}$ C (até $70 \,^{\circ}$ C);
- g. Anotar os valores medidos pelo termómetro a calibrar (2) e em resistência, rácio ou temperatura para os termómetros padrão (1) e (3) com a seguinte sequência: 1-2-3-3-2-1;
- h. Seleccionar uma das resistências padrão, num momento em que se verifiquem as condições de estabilidade da leitura (≤ 0,008 °C), anotar a leitura da mesma, programar a corrente da ponte para √2 mA e efectuar uma nova leitura, permitindo obter estimativas das leituras corrigidas do efeito de auto-aquecimento;
- i. No painel frontal do gerador de humidade seleccionar a opção **LOW TEMP** e introduzir o valor médio das temperaturas lidas nos termómetros de referência (1) e (3), finalizando esta operação com a tecla **ENTER**;
- j. Instalar os termómetros noutro banho termo-regulado se necessário, de acordo com o descrito em a., programar o aquecimento do banho sucessivamente e por ordem crescente para as restantes temperaturas seleccionadas em c. e repetir o procedimento descrito de d. a i. após se atingir o estado estacionário; neste caso, as opções a seleccionar em i. são MID TEMP e HIGH TEMP, respectivamente para os banhos de 35 °C e 70 °C;
- k. Realizar o cálculo dos coeficientes da curva de calibração dos termómetros de resistência do gerador pressionando a tecla CALC COEF e memorizar os valores obtidos seleccionando a opção SAVE QUIT;
- l. Desligar o gerador e o(s) banho(s) e aguardar pela estabilização a uma temperatura próxima da temperatura ambiente retirando, em seguida, os termómetros.

No procedimento poder-se-á proceder à conversão dos rácios médios relativos aos padrões de referência, W_{ref} em temperaturas médias de referência. Para esse efeito, efectua-se a multiplicação do rácio médio de referência pelo valor da fracção constituída

pela resistência padrão, R_s , e pela resistência do termómetro de referência no ponto triplo da água, $R_{0,01}$, obtendo-se um valor $W(T_{90})$, de acordo com a expressão seguinte:

$$W(T_{90}) = W_{\text{ref}} \cdot \frac{R_{\text{S}}}{R_{0.01}}$$

e em seguida, utiliza-se o valor de $W(T_{90})$ conjuntamente com as tabelas de interpolação dos certificados de calibração, de modo a fazer corresponder a cada valor de rácio $W(T_{90})$ um valor de temperatura (de referência) colocando-se, este último, no boletim de calibração.

4.5.2 - Procedimento de calibração em pressão

O ensaio consiste na obtenção de patamares estáveis de pressão aplicados em comum ao indicador de pressão (equipamento de referência) e aos transdutores de pressão do gerador.

O procedimento de calibração segue as seguintes etapas:

- a. Para o transdutor de baixa pressão são definidos 3 patamares de ensaio em pressão absoluta: pressão atmosférica em psia¹, 30 psia (206,84 kPa) e 50 psia (344,74 kPa); no caso do transdutor de alta pressão os 3 patamares de ensaio são: 50 psia (344,74 kPa), 100 psia (689,48 kPa) e 150 psia (1034,21 kPa);
- b. Escolher o transdutor a calibrar seleccionando no painel frontal do gerador as seguintes opções: EDIT/CAL > CAL > PRES CAL > MARK/CLR; após realizar a selecção do transdutor pressionar OK;
- c. Atingido um patamar estável de pressão no equipamento de referência em torno do menor valor de referência dos patamares a realizar, seleccionar a opção LOW PRES e introduzir o valor da pressão absoluta de referência, finalizando esta operação com a tecla ENTER;
- d. Repetir c. para os restantes patamares de pressão, seleccionando as opções MID PRES e HIGH PRES, respectivamente;

-

¹ Contrariamente ao que é recomendado pelo SI, a calibração em pressão é efectuada em unidades imperiais *psia* (*pound-force per square inch absolute*) pelo facto de a programação intrínseca do gerador de humidade assim o exigir.

e. Efectuar o cálculo dos coeficientes da curva de calibração pressionando a tecla CALC COEF e memorizar os valores obtidos seleccionado a opção SAVE QUIT.

4.6 - Determinação das curvas de calibração

De acordo com o fabricante do equipamento [3], cada termómetro de resistência e transdutor de pressão possui uma curva de calibração dada pela seguinte expressão:

$$y = lin x^2 + span x + zero$$

onde y representa a grandeza temperatura ou pressão e x é a contagem A/D efectuada pelo sistema computorizado do gerador de humidade. Os coeficientes *lin*, *span* e *zero* são determinados a partir das calibrações efectuadas tendo em conta as contagens A/D e respectivos valores de referências de cada patamar de ensaio. Deste modo, ao serem realizados 3 patamares de ensaio, o sistema computorizado do gerador permite a resolução matemática de um sistema de 3 equações, tendo como incógnitas os coeficientes da curva de calibração.

4.7 - Certificado de calibração

Preencher o certificado de calibração de acordo com [1,2] referindo:

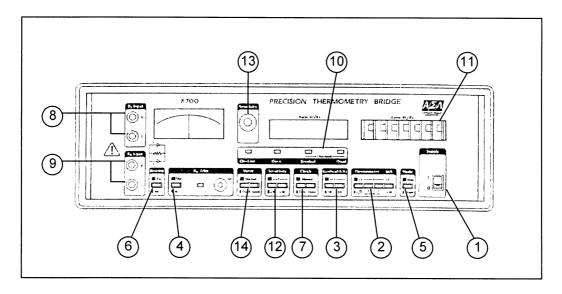
- A identificação do equipamento a calibrar;
- A identificação do equipamento e padrões de calibração utilizados;
- As equações das curvas de calibração e respectivas representações gráficas.

5 - DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

- [1] "The International Temperature Scale of 1990, ITS-90", National Physical Laboratory, Teddington, UK, 1991.
- [2] VIM "Vocabulário Internacional de Metrologia", 3ª Edição, Instituto Português da Qualidade, 1996.
- [3] "Series 2500 Benchtop Two-Pressure Humidity Generator Operation and Maintenance Manual", 4th Ed., Thunder Scientific Corporation, Albuquerque, USA, 2003.

ANEXO 1 – Breve descrição da interface e ensaios de teste da ponte ASL-F700

Interface da ponte de medida ASL F700



1. Alimentação I/O

2. Selector da corrente de alimentação da instrumentação

Combinações de opções (quatro comutadores In/Out):

1° comutador: 1 mA (Out), $\sqrt{2}$ (In)

2° comutador: x 1 (Out), x 5 (In)

3° comutador: x 1 (Out), x 2 (In)

4° comutador: x 1 (Out), x 0,1 (In)

3. Selector da frequência

1 Hz (Out/Out), 10 Hz (In/Out), 0,1 Hz (In/In)

4. Selector de R_s Trim

In /Out

5. Selector de modo de medição automática / manual Manual (Out) / Automática (In)

- 6. Selector de resistência padrão externa / interna Externa (Out) / Interna (In)
- 7. Selecção de funcionamento ou teste (Zero/Unity)
 Normal (Out/Out), Teste de zero (In/Out), Teste unitário (In/In)
- 8. Entrada da resistência R_T

- 9. Entrada da resistência R_s
- 10. Indicadores luminosos de sobrecarga e de aviso On-line, Oven, Overload (Residual e Quad)
- 11. Tambores de colocação manual de rácio R_T/R_s 0,000 000 a 3,999 999
- 12. Selector de sensibilidade comutadores 1 (Out/Out), 10 (In/Out), 100 (In/In)
- 13. Selector de sensibilidade ajuste manual 0,00 a 9,99
- 14. Selector de configuração de sinal Normal (Out/Out), Quad (In/Out), Residual (In/In)

Ensaios de teste

A verificação prévia do adequado funcionamento da ponte de medida ASL F700 envolve a realização de três testes:

a. Verificação do zero

Colocação de uma resistência nos terminais de R_T

Configuração/balanceamento da ponte:

Corrente de 1 mA	(2)
Frequência de 1 Hz	(3)
Modo de teste "Zero Check"	(7)
x 10 sensitivity	(12)
Configuração de sinal "Normal"	(14)
R _s Trim – Out	(4)
Resistência interna	(6)
Rácio R _T /R _s igual a 0,000 000	(11)
Sensibilidade = 9,00	(13)

Resultado do teste a verificar:

Sem indicações de aviso de sobrecarga (overload) e de temperatura da resistência interna (oven) (10) e o valor apresentado deve ser $0 \pm 10 \%$ FSD.

b. Verificação da unidade

Colocação de uma resistência nos terminais de R_T (com ligação de 4 fios).

Configuração/balanceamento da ponte:

Corrente de 1 mA	(2)
Frequência de 1 Hz	(3)
Modo de teste "Unity Check"	(7)
x 10 sensitivity	(12)
Configuração de sinal "Normal"	(14)
R _s Trim – Out	(4)
Resistência interna	(6)
Rácio R _T /R _s igual a 1,000 000	(11)
Sensibilidade = 9,00	(13)

Resultado do teste a verificar:

Sem indicações de aviso de sobrecarga (overload) e de temperatura da resistência interna (oven) (10) e o valor apresentado deve ser 0 ± 10 % FSD.

c. Verificação do rácio entre duas resistências

Colocação de uma resistência nos terminais de R_T (com ligação de 4 fios), de preferência padrão de 100 Ω .

Configuração/balanceamento da ponte:

Corrente de 1 mA	(2)
Frequência de 1 Hz	(3)
Modo de teste "Normal"	(7)
x 1 "Sensitivity"	(12)
Configuração de sinal "Normal"	(14)
R _s Trim – Out	(4)
Resistência interna	(6)
Rácio R _T /R _s igual a 0,000 000	(11)
Sensibilidade = 9,00	(13)

Resultado do teste a verificar:

O valor apresentado deve ser 0 ± 10 % FSD. Ampliar a sensibilidade x10 e x100 (12) e verificar que, apesar da reconfiguração, mantém-se a posição da escala.

ANEXO 2 – Esquema de ligação do termómetro de platina à ponte ASL-F700

Identificação dos terminais do cabo de ligação do termómetro padrão de resistência de platina de 25.5 Ω (mod. 670)



Esquema de ligação de uma PRT à ponte de medida F 700, utilizando como referência a resistência interna da ponte

