
300 лет Санкт-Петербургу
Материалы XXXII конференции СПбГИТМО(ТУ)

УДК 543.275.1.089.68

© В. В. Пеклер, Г. М. Мамонтов

СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ГИГРОМЕТРОВ И СРЕДСТВ ИХ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

В представленной работе проведен обзор наиболее широко распространенных методов измерений влажности газов, а также гигрометров, основанных на данных методах. Отмечены основные преимущества каждого метода, определяющие их область применения. Представлены основные характеристики эталонного оборудования, применяемого для метрологического обеспечения гигрометров. Даны рекомендации к дальнейшему совершенствованию гигрометров и эталонного оборудования.

ВВЕДЕНИЕ

Измерения и контроль влажности газовых сред являются актуальной задачей, как современной науки, так и ее различных приложений в народном хозяйстве. Влагосодержание в газе — параметр, играющий существенную роль при обеспечении качества и характеристик высокотехнологичных технических и промышленных процессов. Данный параметр в количественном выражении может характеризоваться различными физическими величинами, среди которых наиболее широко распространенными являются абсолютная влажность, молярная (объемная) доля влаги, объемное влагосодержание, температура точки росы, относительная влажность [1, 2]. Несмотря на то что все величины характеризуют одно и то же свойство влажного газа, в различных практических задачах применяют подходящую величину, наиболее полно характеризующую влажность газов. Так, для описания влажности атмосферного воздуха и его влияния на человека или на какие-либо физические объекты применяется относительная влажность, отражающая не только количественное содержание влаги в воздухе, но и качественное состояние близости влажного воздуха к состоянию насыщения, в наиболее полной мере описывая степень влияния влажности на биологический объект. В то же время при анализе влажности технологических газов наиболее информативной является величина, характеризующая непосредственно количество воды в заданном объеме, т. е. абсолютная влажность либо влагосодержание, прямым образом определяющие потребительские свойства газов. Термодинамической характеристикой влажного газа является температура точки росы, непосредственным образом описывающая не только количественное содержание воды в газе, но и качественное состояние водяного пара в раз-

личных термодинамических процессах нагрева—охлаждения, сушки—увлажнения, изменения термодинамических параметров состояния газа. Выбор конкретной величины влажности в конкретном практическом приложении осуществляется исходя из выдвигаемых требований к свойствам анализируемого газа.

Диапазон измерений влажности в анализируемых газовых средах может варьироваться в крайне широких пределах: от высоких концентраций влаги, соответствующих +80 ... +100 °С точки росы при температурах от 150 °С, до сверхнизких концентраций влаги на уровне следов, соответствующих температурам точки росы –80 ... –100 °С при температурах –20 ... +40 °С. Типовые технологические процессы, требующие контроля влажности, приведены в табл. 1.

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ГИГРОМЕТРИИ

Для измерения и контроля влажности в газовых средах применяются гигрометры, в основе которых лежат различные методы измерения влажности. Тот или иной метод имеет свои отличительные достоинства на конкретных измерительных задачах, что и определяет его выбор в каждом конкретном случае [2].

К наиболее широко распространенным в современной измерительной практике методам можно отнести конденсационный метод, емкостный и резистивный методы, кулонометрический метод, оптические методы ИК- и УФ-поглощения и психрометрический метод измерения относительной влажности.

Конденсационный метод

Сущность конденсационного метода измерения температуры точки росы заключается в охлаждении анализируемого газа до температуры,

Табл. 1. Сферы деятельности, в которых контроль и регулирование влажности играют существенную роль в обеспечении качества

Сфера деятельности	Технологический процесс
Газовая промышленность. Производство чистых газов	Контроль содержания влаги в качестве примеси в чистых газах и газовых средах
Полупроводниковая промышленность	Контроль влажности в технологических газах и газовых средах. Требуемый уровень содержания влаги от $-96\text{ }^{\circ}\text{C}$ точки росы и менее
Авиационная и космическая техника	Контроль состава и свойств газовых сред при испытаниях авиационной техники, реактивных двигателей. Метеорологические исследования. Специальная сварка и окраска. Осушенные технологические газы. Требуемый уровень содержания влаги до $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ точки росы и менее
Нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность	Контроль влажности в технологических газах. Контроль влажности жидкостей
Атомные электростанции	Контроль влажности газового хладагента в реакторе, в технологических газовых магистралях. Требуемый уровень содержания влаги от $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ точки росы до $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ точки росы.
Пищевая промышленность. Текстильная промышленность. Производство лекарственных препаратов. Производство бумажной продукции, изделий из керамики, резины. Телекоммуникации	Контроль влажности в технологических газах, в жидких и сыпучих материалах. Контроль влажности в чистых комнатах, в производственных помещениях

при которой начинается выпадение конденсата влаги, и измерении данной температуры. В конденсационном гигрометре точки росы конденсат в виде росы или льда выпадает на плоской зеркальной поверхности металлической пластины. Выпадение конденсата определяется оптической системой путем определения изменения интенсивностей отраженного и рассеянного с поверхности пластины света. Температура конденсации определяется по термометру сопротивления, встроенному в пластину. Результат измерений температуры точки росы может быть определен по моменту выпадения конденсата либо по моменту установления равновесной толщины конденсата. Конструкция гигрометров варьируется от погружных щупов до стационарных приборов с внешней системой пробоотбора. Наряду с оптической систе-

мой наличие конденсата может определяться путем измерения электрических параметров на поверхности пластины или частоты нанесенного на пластину кварцевого резонатора.

Основными преимуществами конденсационных гигрометров являются: наиболее высокая точность измерения влажности; высокая долговременная стабильность; широкий диапазон измерений.

К недостаткам можно отнести: сложность настройки и измерений; влияние наличия загрязнения в анализируемом газе на точность измерений; сложность определения агрегатного состояния конденсата при температурах ниже $0\text{ }^{\circ}\text{C}$; длительное время измерений на нижней границе диапазона; высокая стоимость приборов.

Преимущественной областью применения конденсационных гигрометров является контроль

температуры точки росы газовых сред нефтяной и газовой промышленности непосредственно в газовых магистралях. Кроме того, вследствие широкого температурного диапазона измерений конденсационные гигрометры применяются для измерений в процессах сушки при высоких температурах, в пищевой промышленности и в климатических камерах, а также в научных исследованиях, в качестве эталонных средств для передачи единицы влагосодержания от эталона, при градуировке и поверке рабочих гигрометров.

В настоящее время широко распространены преимущественно зарубежные высокоточные гигрометры точки росы для лабораторных и промышленных измерений серии DP фирмы "MBW Elektronik" (Швейцария); серии S4000 фирмы "MICHELL Instruments" (Великобритания); серии GE фирмы "General Eastern" (США). Среди отечественных гигрометров для нефтяной и газовой промышленности можно отметить серию "Конг-Прима" ОАО НПФ "Вымпел" (г. Москва).

Емкостный и резистивный методы

Сущность емкостного и резистивного методов заключается в измерении электрических параметров гигроскопического материала, нанесенного на датчик влажности и адсорбирующего молекулы воды. В большинстве современных датчиков реализована тонкопленочная технология создания гигроскопического слоя. Обычно гигрометры выполнены в виде щупов с установленными в непосредственной близости друг от друга датчиками влажности и температуры (вследствие наличия температурной зависимости датчика влажности), подключенных кабелем к преобразователю. Форма и размеры щупов определяются конкретной измерительной задачей. Датчики комплектуются фильтрами для предотвращения загрязнения чувствительного гигроскопического слоя. Отдельным типом датчиков емкостного типа являются датчики точки росы с оксидными и кремниевыми гигроскопическими материалами, имеющими расширенный в область низких влажностей диапазон измерений.

Основными преимуществами емкостных и резистивных гигрометров являются: простота использования; широкий спектр областей применения при наличии соответствующих адаптеров; возможность измерений в жидких и сыпучих материалах; приемлемая стоимость.

К недостаткам можно отнести: возможность сдвига градуировочной кривой и гистерезиса при использовании при повышенных температурах и влажностях; возможность повреждения агрессивными примесями; возможность выхода из строя при выпадении конденсата на поверхности чувствительного элемента.

Область применения емкостных и резистивных гигрометров наиболее широка: от контроля влажности производственных газовых сред, контроля влажности в помещениях и рабочих зонах, в хранилищах, холодильниках, метеорологических измерений, контроля сухих технологических газов в трубопроводах до измерений равновесной влажности в сыпучих материалах и поверхностной влажности.

В настоящее время широко распространены емкостные гигрометры серий ИВГ-1 и ИВГМ-7 ОАО "Практик-НЦ" (г. Зеленоград), серий ИВА ООО "Микрофор" (Москва), серий "Волна", "Исток" ОАО "Ангарское ОКБА" (г. Ангарск); гигрометры с полимерными датчиками фирм "Testo" (Германия), "Vaisala" (Финляндия), "Rotronic" (Швейцария); гигрометры с алюминий-оксидными датчиками "Shaw" (Великобритания), "Endress+Hauser" (Германия), "Panametrics" (Великобритания); с кремниевыми датчиками "МСМ" (Великобритания), "General Eastern" (США) и др.

Кулонометрический метод

Принцип кулонометрического метода заключается в следующем. Датчик кулонометрического гигрометра содержит два электрода, на которые нанесена пленка высокоэффективного сорбента — фосфорного ангидрида (P_2O_5), который имеет высокое удельное сопротивление в сухом виде и высокую проводимость после адсорбции воды из анализируемого газа. Газ пропускается через датчик над тонкой пленкой P_2O_5 с двумя металлическими электродами, к которым подводится постоянный ток, вследствие чего в датчике непрерывно протекают два процесса: поглощение влаги пленкой с образованием фосфорной кислоты и электролиз воды с регенерацией фосфорного ангидрида. При этом влага из газа должна полностью поглощаться чувствительным элементом, и электролиз воды должен быть полным. Для этого напряжение на электродах должно быть больше 2 В (потенциал разложения воды близок к этой величине), а сам датчик должен иметь длину, достаточную для поглощения из потока газа всей влаги. При соблюдении этих условий между обоими процессами наступает равновесие, и сила тока, протекающего через электроды, пропорциональна произведению влагосодержания на расход газа.

Основными достоинствами кулонометрических гигрометров являются: возможность измерений низких значений влажности с приемлемой точностью; возможность измерений влажности в различных газовых смесях, содержащих коррозионные примеси; малые расходы анализируемого газа; простота использования.

К недостаткам можно отнести: влияние точности установки расхода анализируемого газа

на точность измерений; ограниченное время работы измерительной ячейки, после чего требуется ее регенерация; длительное время измерений на нижней границе.

Область применения кулонометрических гигрометров — измерения влагосодержания осушенных технологических газов при отсутствии агрессивных и коррозионных примесей.

В настоящее время широко распространены кулонометрические гигрометры серии "Байкал" ОАО "Ангарское ОКБА" (г. Ангарск), гигрометры фирмы "Ametek" (США), серии EXST фирмы "Fluidysteme" (Франция).

Психрометрический метод

Психрометрический метод измерения влажности основан на измерении температур анализируемой среды двумя термометрами: "сухим" (обыкновенным) и "смоченным", имеющим резервуар, смоченный водой, и находящимся в термодинамическом равновесии с анализируемой средой. Испарение с поверхности "смоченного" термометра вызывает охлаждение, степень которого зависит от влажности. По психрометрическим таблицам по значению разности температур определяется значение относительной влажности анализируемого газа. Широко распространены аспирационные психрометры, в которых "смоченный" термометр обдувается встроенным вентилятором, что позволяет обеспечить более высокую точность измерений и снизить инерционность.

Основными достоинствами психрометров являются: их невысокая стоимость при высокой надежности и стабильности; широкий диапазон измерений; возможность работы при повышенной температуре и в условиях конденсации.

К недостаткам относятся: инерционность измерений; увлажнение анализируемой среды в процессе эксплуатации; меньшая в сравнении с другими методами точность измерений; необходимость регулярного обслуживания.

В настоящее время широко распространены психрометры типа ВИТ, аспирационные психрометры типа М-34 и МВ-4, электронные психрометры фирмы QuestTech (США).

Наиболее широко распространенные методы измерения влажности, классифицированные по метрологическим характеристикам, сведены в табл. 2.

СРЕДСТВА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ГИГРОМЕТРИИ

Для области гигрометрии, занимающейся высокими концентрациями влажности, в настоящее время существует Государственный первичный эталон относительной влажности, находящийся

в ВС НИИФТРИ, г. Иркутск, состоящий согласно ГОСТ 8.547-86 "Государственный первичный эталон и Государственная поверочная схема для средств измерений относительной влажности" [3] из комплекса следующих средств измерений:

- генератора влажного газа на методе двух давлений для положительной температуры;

- генератора влажного газа на методе двух давлений для отрицательной температуры;

- набора прецизионных гигрометров на кулонометрическом и сорбционно-частотном принципе действия для контроля за стабильностью работы генераторов влажного газа;

- вычислительного устройства.

Он обеспечивает следующие метрологические характеристики измерений влажности:

- диапазон измерений точки росы: от -80 до $+60$ °С;

- абсолютная погрешность измерений точки росы для положительного поддиапазона равна ± 0.2 °С и ± 0.5 °С для его отрицательного поддиапазона.

В ФГУП "ВНИИ метрологии им. Д.И. Менделеева", в лаборатории Государственных эталонов в области аналитических измерений, для задачи метрологического обеспечения гигрометрии применяется эталонный психрометрический комплекс, входящий в состав Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154, включающий в себя:

Генератор влажного газа "Полус", на методе фазового равновесия имеющий следующие метрологические характеристики [4, 5]:

- диапазон температуры точки росы от -100 до $+20$ °С;

- границы абсолютной погрешности ± 0.1 °С.

Генератор влажного газа "Родник-2" на методе двух давлений для положительной температуры до $+60$ °С, имеющий следующие метрологические характеристики:

- диапазон температуры точки росы от $+5$ до $+60$ °С;

- пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 0.1 °С;

- диапазон относительной влажности от 5 до 99 %;

- пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 0.5 %.

Гигрометр "Лена", реализующий кулонометрический принцип измерения влажности. Гигрометр имеет следующие метрологические характеристики:

- диапазон измерений абсолютной влажности от 0.008 до 20 000 ppm;

- пределы допускаемой приведенной погрешности ± 4 %.

Табл. 2. Наиболее широко распространенные методы измерения влажности

Метод измерений	Типовой диапазон		Обобщенный показатель влияния загрязнения *	Тип пробоотбора	Типовой диапазон погрешности
	Влажность	Температура			
Психрометрический	5 ... 100 %	Окр. среды	+	Погружной	5 ... 15 %
Резистивный	5 ... 95 %	-30 ... +60 °С	++	Проточный / погружной	2 ... 3 %
Емкостный	2 ... 98 %	-30 ... +60 °С	++	Проточный / погружной	1 ... 3 %
Емкостный-оксидный	-90 ... +60 °С точки росы	До +60 °С при отн. влажности <50 %	++	Проточный	1 ... 5 °С точки росы
Конденсационный	-100...+100 °С точки росы	-90...+90 °С	+++	Проточный / пробоотбор	0.2 ... 1.0 °С точки росы
Кулонометрический	<1 ... 1000 ppm	Окр. среды	+++	Пробоотбор	3...10 %
Спектроскопический	От < 1 ppm до насыщения	Окр. среды	++	Проточный / погружной	От 3 до 10 % и выше

Примечание. * Обобщенное влияние загрязненности анализируемой среды на точность измерений от [+++] — минимального влияния до [+] — значительного.

Гигрометр конденсационный "Michell Instruments S4000", имеющий следующие метрологические характеристики:

— диапазон измерений температуры точки росы от -80 до +80 °С;

— пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 0.2 °С.

Метрологические характеристики эталонного гигрометрического комплекса ФГУП ВНИИМ подтверждены международными и внутригосударственными сличениями. В настоящее время идет подготовка к проведению очередных международных ключевых сличений по проекту EUROMET.

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ГИГРОМЕТРОВ И СРЕДСТВ ИХ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Одной из основных проблем в гигрометрии на данный момент является отсутствие стандартизованных табличных зависимостей для парциально-давления водяного пара, коэффициентов сжимаемости для водяного пара, зависимостей для пе-

речета одних единиц влажности в другие. В различных странах виды существующих зависимостей существенно отличаются, что ведет к неточной интерпретации получаемых результатов измерений приборами различных производителей. В качестве стандартизованных можно принять широко распространенные в настоящее время в европейских странах уточненные в 1990 г. зависимости Д. Зонтага [6–8].

Актуальными являются измерения влагосодержания при высоких давлениях газа. Задачи измерений влажности в газах в таких условиях возникают в нефтегазовой промышленности, пневматических системах различного назначения и т. д. В настоящее время область гигрометрии для давлений свыше 10 МПа метрологически не обеспечена. Результаты экспериментальных исследований показывают, что реальное поведение газа в таких условиях существенно отклоняется от теоретически прогнозируемого, что делает невозможным градуировку приборов при нормальных давлениях с экстраполяцией результатов на более высокие давления. Тем не менее растет парк гигрометров, выполняющих измерения в таких услови-

ях, а значит, возрастает актуальность проведения научных исследований, направленных на разработку и создание средств метрологического обеспечения для области гигрометрии высоких давлений, в том числе уточнение формул и таблиц пересчета показателей влажности на различные давления. Это требует решения задачи создания эталона влажности для высоких давлений газа, предназначенного как для поверки рабочих средств измерений, так и для научных исследований.

Кроме того, актуальной задачей является измерение влажности в нефтяной и газовой отраслях промышленности в технологических газах, содержащих примеси углеводородов. Измерение температуры точки росы в таких газах приводит к искажениям результатов измерений вследствие влияния примесей углеводородов на температуру точки росы влаги. Для учета влияния примесей углеводородов на измеряемую величину влажности необходимо проведение предварительных экспериментальных исследований каждого конкретного технологического газа по определению поправочной зависимости на влияние примесей углеводородов. Кроме того, актуальной задачей является создание гигрометров, позволяющих проводить измерения как содержания влаги, так и углеводородов в данных технологических газах.

Другим направлением развития гигрометрии является метрологическое обеспечение области сверхнизкого влагосодержания. Как показано выше, контроль влажности на уровне менее 1 ppm должен быть обеспечен в высокотехнологичных производственных процессах. Для создания и метрологического обеспечения гигрометров, позволяющих проводить измерения в данной области, необходимо создание эталона влажности для данного диапазона. Данная задача, несмотря на актуальность, все еще остается нерешенной во всем мире. В настоящее время в национальных лабораториях европейских стран все еще ведутся разработки данного эталона, преимущественно использующего либо метод фазового равновесия, либо смешанный метод двух давлений—двух температур.

Наконец, следует отметить проблему обеспечения надежности и стабильности существующих емкостных и резистивных гигрометров, преимущественно отечественных. Влияние условий измерений, таких как скорость потока анализируемого газа, температура газа, содержание примесей,

в том числе масла и пыли, главным образом определяет стабильность характеристик датчиков влажности. Таким образом, необходимо совершенствование как датчиков влажности, направленное на повышение их стабильности, так и совершенствование систем отбора газовой пробы и систем фильтрации и осушки. Кроме того, гигрометры должны предоставлять возможность корректировки градуировочных характеристик гигрометра, что позволит увеличить их срок службы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Берлинер М.А. Измерение влажности. М.: Энергия, 1973. 400 с.
2. Берлинер М.А. Задачи и тенденции развития гигрометрии // Измерительная техника. 1982. № 9. С. 44.
3. ГОСТ 8.547-86 Государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений относительной влажности газов. М.: Изд-во стандартов, 1986. 4 с.
4. Mamontov G. Application of the phase equilibrium method for generation of $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ of humid gas frost-point temperature // Meas. Sci. Technol. 2000. N 11. P. 818–827.
5. Мамонтов Г.М., Конопелько Л.А., Пеклер В.В. Мониторинг влагосодержания атмосферы Арктики // III Международная конференция ЭКОБАЛТИКА 2000. Санкт-Петербург, 2000. С. 131–136.
6. Sonntag D. The history of formulations and measurements of saturation water vapour pressure // Proc. of the 3rd International Symposium on Humidity and Moisture (Teddington: NPL). 1998. V. 1. P. 93–102.
7. Greenspan L. Functional equations for the enhancement factors for CO_2 -free moist air // J. Res. NBS. 1975. N 80A. P. 41–44.
8. Психрометрические таблицы. М.: Гидрометеоиздат. 1981. 125 с.

**ГНЦ ФГУП "ВНИИ метрологии
им. Д.И. Менделеева"**

Материал поступил в редакцию 3.07.2003.

**CURRENT STATE AND FUTURE TRENDS
IN THE DEVELOPMENT OF HYGROMETERS
AND THEIR METROLOGICAL SUPPORT**

V. V. Pekler, G. M. Mamontov

D.I. Mendeleev Metrology Institute, Saint-Petersburg

An overview of the most widely used methods of humidity measurement as well as hygrometers based on these methods is given. The main advantages of each method predetermining their application areas are listed. The main characteristics of the standard equipment for the metrological support of the hygrometers are presented. Recommendations for further improvement of the hygrometers and standard equipment are given.