

Efecto de la temperatura de calentamiento en sensores de humedad capacitivos y resistivos fabricados con NaCl, KBr y KCl.

Sheyla Jiménez^a, Luciana Scarioni^{*,a}, Kelim Vano^b

^aLaboratorio de Películas Delgadas. Departamento de Física. Facultad Experimental de Ciencia y Tecnología. Universidad de Carabobo. Carabobo, Venezuela.

^bInstituto de Química Inorgánica. Departamento de Química Analítica. Facultad de Ciencias Naturales. Universidad Leibniz de Hannover. Hannover, Alemania.

Resumen.-

La presente investigación reporta pastillas de polvo de NaCl, KBr y KCl utilizados como material sensible a la humedad en la fabricación de sensores de tipo resistivo y capacitivo. Los sensores fueron calentados a 60, 80, 100 y 120 °C por 4 días. Después de cada calentamiento, las pastillas se expusieron a la humedad en un generador de humedad a dos presiones, con el fin de medir las variaciones de la resistencia y la capacitancia en función de la humedad relativa. Los resultados muestran un aumento en la resistencia y capacitancia con la temperatura. Del estudio de Microscopía Electrónica de Barrido, se observó un aumento en la porosidad de las muestras al aumentar la temperatura. Los sensores calentados a 120 °C, mostraron valores altos de sensibilidad con respecto a los otros sensores calentados a 60, 80 y 100 °C. Los resultados muestran que el NaCl presenta un mejor alcance para desarrollar sensores resistivos y el KBr para sensores capacitivos.

Palabras clave: Resistencia, Capacidad, Sensores de Humedad, Sales Inorgánicas.

Warm temperature effect on capacitive and resistive humidity sensors manufactured with NaCl, KCl and KBr.

Abstract.-

The present investigation reports pellets of NaCl, KBr and KCl powder used as sensible humidity materials in the fabrication of resistance and capacitive sensors. The sensors were annealed at 60, 80, 100 and 120 °C for 4 days. After of annealing, the pellets were exposed to humidity in a two pressures humidity generator, in order to measure the variations of resistance and capacitance with the relative humidity. Results show that the capacitance and the resistance increase with the annealing temperature. From the Scanning Electron Microscopic studies, it is observed that as annealing temperature increases the porosity of samples increases. The sensors annealed at 120°C showed higher sensitivity compared with the sensors measured at room temperature. Results show that NaCl has a better scope for developed resistive sensors and KBr for capacitive sensors.

Keywords: Resistance, Capacitance, Humidity sensors, Pellets.

Recibido: Abril 2013

Aceptado: Agosto 2013

1. Introducción.

El estudio de los principios físicos que explican el funcionamiento de los diferentes tipos de sensores de humedad requiere de una discusión previa acerca de la humedad en sí misma. La humedad es una de las cantidades físicas más importantes. Esta tiene un gran efecto en nuestro

*Autor para correspondencia

Correo-e: lscarion@uc.edu.ve (Luciana Scarioni)

ambiente y medirla nos da la oportunidad de controlarla o conocer estos efectos. Su unidad, kilogramos por metros cúbico (kg/m^3), es una unidad derivada del Sistema Internacional de Unidades (SI) [1], designada así en la Vigésima Cuarta Conferencia General de Pesas y Medidas (CGMP).

En General, existen diferentes formas de expresar la humedad, a menudo dependiendo de la industria o de la aplicación particular. La humedad en gases se expresa en libras de vapor de agua por millón de pie cúbicos de gas. A diferencia de los líquidos y los sólidos donde se expresa como un porcentaje del agua de la masa total (base del peso húmedo), pero también se puede dar en una base de peso seco. La humedad en líquidos con baja solubilidad se expresa generalmente en partes por millón (ppm). La palabra humedad denota la presencia de vapor de agua en aire u otro gas. La humedad relativa hr , la cual es la relación entre la cantidad de vapor de agua que contiene un metro cúbico de aire en unas condiciones determinadas de temperatura y presión y la que tendría si estuviera saturado a la misma temperatura y presión, es el parámetro que se utiliza frecuentemente para especificar la humedad (Ecuación (1)).

$$hr = \left(\frac{e}{e_s} \right) 100 \quad (1)$$

Donde e es la presión de vapor efectiva y e_s , es la presión de saturación del vapor.

La fabricación y estudio de sensores de humedad de tipo resistivo y capacitivo ha sido tema de investigación en los últimos años, los de tipo capacitivo son los más utilizados en las aplicaciones comerciales teniendo un alcance de 75 % en el mercado [2, 3, 4, 5, 6, 7].

El rendimiento de los sensores de humedad está determinado principalmente por las propiedades de los materiales higroscópicos usados para la fabricación y el diseño de los electrodos [8]. Las aplicaciones en las mediciones de humedad ha aumentado con el tiempo, de acuerdo a las exigencias del mercado y por los efectos que tiene la humedad sobre la calidad, salud y seguridad [9].

Entre los diferentes materiales utilizados en la fabricación de sensores de humedad se encuentran las sales higroscópicas, acetatos inorgánicos, haluros, nitratos, sulfatos, carbonatos, fosfatos y óxidos [4]. Los óxidos de metales muestran ventajas en su funcionamiento debido a su alta estabilidad química, amplio rango de operación y rápida respuesta a los cambio de humedad [10, 11].

Diversos mecanismos han sido propuestos para explicar las variaciones de la resistencia eléctrica con la humedad. Estos consideran las capas de moléculas de agua química y físicamente absorbidas así como la condensación capilar del agua dentro de poros minúsculos. El funcionamiento de un sensor de humedad depende fuertemente de la microestructura porosa y de la reactividad de la superficie al agua [12]. La presencia de un gran volumen poroso con una conveniente distribución de tamaño del poro es fundamental para alcanzar una alta sensibilidad en la medición de humedad [13]. Los sensores fabricados por la técnica de peletización del material utilizando una prensa hidráulica para la fabricación han tenido un gran auge en los últimos años [4], demostrando una enorme eficacia, bajo costo y de fácil manipulación.

En este trabajo, se reporta la fabricación de sensores de humedad en forma de pastillas de tipo capacitivo y resistivo utilizando NaCl, KBr y KCl como material sensible a la humedad. Las pastillas fueron fabricadas con una prensa hidráulica, a una carga de 4 toneladas formando pastillas de 5 mm de diámetro y diferentes espesores, luego se calentaron a diferentes temperaturas y se colocaron en un generador de humedad a dos presiones. Las mediciones de la resistencia y de la capacidad fueron realizadas en el rango de 45 a 90 % hr . Un estudio de microscopía electrónica de barrido fue realizado a las pastillas fabricadas.

2. Principio de funcionamiento de los sensores de humedad resistivos y capacitivos.

La morfología del elemento sensible utilizado en la fabricación de los sensores de humedad determina la absorción y desorción de vapor de agua. En los sensores de tipo resistivos, la

absorción de vapor de agua a través de una superficie de una sal inorgánica afecta a la fisi-sorción molecular y produce una reacción química inducida en la superficie [5]. En los sensores de tipo resistivo, la absorción de vapor de agua origina la disociación de los grupos funcionales iónicos, dando lugar al aumento de la conductividad eléctrica [14].

El cambio en la resistencia a diferentes niveles de humedad, se relaciona con el mecanismo de absorción física o química del vapor de agua sobre la superficie de NaCl, KBr o KCl. A niveles de humedades menores a 50 %hr, tiene lugar el proceso de quimi-sorción. Dado que el agua es una molécula polar, el oxígeno es cargado negativamente y es electrostáticamente atraído por la carga catiónica positiva de la superficie. En las sales, la densidad de carga de la capa catiónica es alta, dando origen a que la fuerza electrostática sea lo suficientemente alta para formar un enlace químico entre el hidrógeno y el oxígeno de la molécula de agua. Generalmente la fuerza electrostática es lo suficientemente alta para romper el enlace entre el oxígeno y uno de los átomos de hidrogeno de la capa de vapor de agua inicialmente absorbida. De esta manera, la monocapa inicial es generalmente quimi-sorbida [15, 16]. Para los sensores de tipo capacitivo, la absorción de vapor de agua produce un aumento de la permitividad dieléctrica, produciendo de esta manera un aumento en los valores de la capacidad. Los cambios en la capacidad dependen del área de los electrodos, espesor y propiedades dieléctricas del elemento sensible.

3. Procedimiento experimental.

Los materiales utilizados para la fabricación de los sensores fueron NaCl, KCl y KBr en polvo (99,9 % de pureza).

Las muestras se prepararon mediante una prensa hidráulica con una carga de 4 toneladas durante 5 minutos para formar pastillas de 5 mm de diámetro y espesores desde 0,1 a 7 mm.

Las pastillas fabricadas fueron calentadas en una estufa a 60, 80, 100 y 120 °C y luego expuestas a la

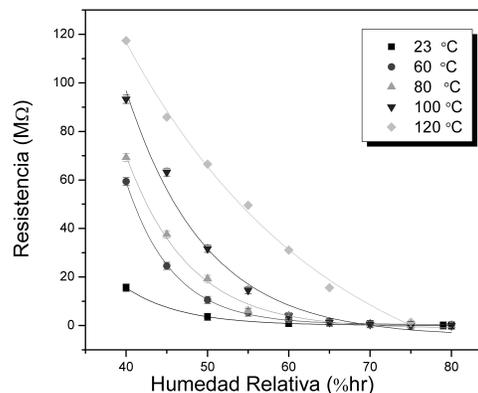


Figura 1: Variación de la resistencia vs %hr para sensores resistivos a temperatura ambiente y calentados a temperaturas de: 60, 80, 100 y 120 °C para el NaCl.

humedad en una cámara de humedad en ambiente controlado (Marca ETS modelo 5518).

Las mediciones de resistencia y capacidad se realizaron con un multímetro (HP 34401A), y con un LCR meter (BK Precision Modelo 875A) respectivamente.

Las mediciones de humedad relativa se realizaron con un higrómetro estándar (Visala M170).

Las microfotografías han sido tomadas con un Microscopio Electrónico de Barrido (Philips, Modelo XL 30).

4. Resultados y discusión.

Las Figuras 1, 2 y 3, muestran la variación de la resistencia con el %hr para los sensores de NaCl, KBr y KCl a temperatura ambiente y calentados a 60, 80, 100 y 120°C. De las gráficas se observa un aumento en la variación de la resistencia vs %hr con la temperatura de calentamiento. El comportamiento observado en la Figura 1, 2 y 3, se explica en términos de un aumento de la porosidad con la temperatura de calentamiento. La conducción eléctrica en estas pastillas puede deberse principalmente a la conducción iónica a lo largo de la superficie creada por la interconexión de los poros.

En las Figuras 4, 5 y 6, se muestra la variación de la capacidad con el %hr para los sensores de NaCl, KBr y KCl a temperatura ambiente y

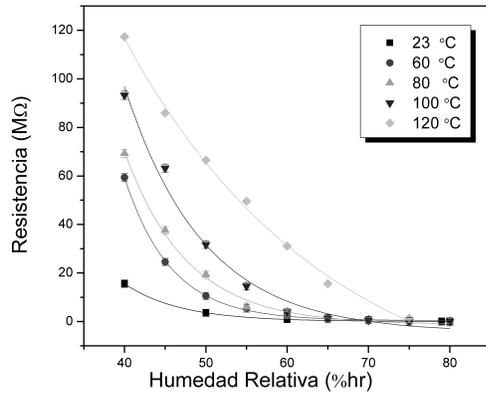


Figura 2: Variación de la resistencia vs %hr para sensores resistivos a temperatura ambiente y calentados a temperaturas de: 60, 80, 100 y 120 °C para el KBr.

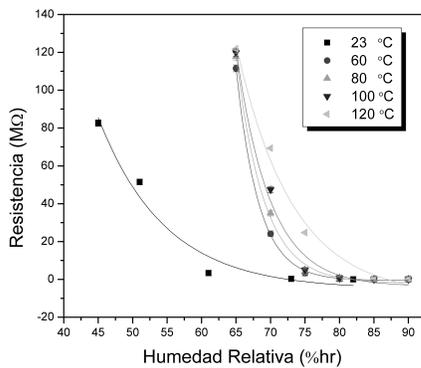


Figura 3: Variación de la resistencia vs %hr para sensores resistivos a temperatura ambiente y calentados a temperaturas de: 60, 80, 100 y 120 °C para el KCl.

calentados a 60°C y 80°C. Los resultados muestran un aumento en la variación de la capacitancia vs % hr con la temperatura de calentamiento.

En las Figuras 4 y 5, correspondientes a los sensores de NaCl y KBr, se observa un aumento significativo de la capacitancia para %hr mayores a 60% y 70% respectivamente. En la Figura 6, se observa un aumento significativo en la capacitancia cuando el sensor es medido a temperatura ambiente y luego calentado a 60°C.

En las Figuras 7 (a) y 7 (b), se muestran las micrografías de las pastillas de NaCl, a temperatura ambiente y calentada a 120 °C respectivamente. Las micrografías muestran una distribución no

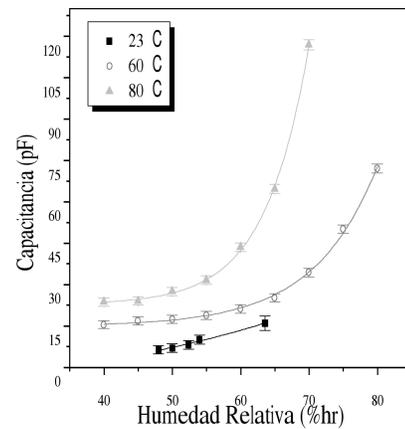


Figura 4: Variación de la capacitancia vs % hr para sensores capacitivos a temperatura ambiente y calentados a temperaturas ambiente y calentados a 60 °C y 80 °C para el NaCl.

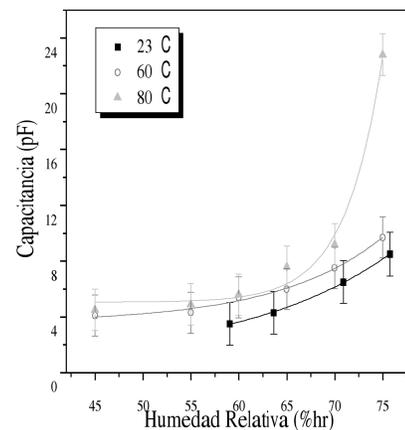


Figura 5: Variación de la capacitancia vs % hr para sensores capacitivos a temperatura ambiente y calentados a temperaturas ambiente y calentados a 60 °C y 80 °C para el KBr.

uniforme en el tamaño de los granos con un aumento de la porosidad a medida que aumenta la temperatura, siendo este aumento en la porosidad el responsable de la alta capacidad de absorción del material.

Las Figuras 8 (a) y 8 (b), y las Figuras 9 (a) y 9 (b) muestran las micrografías de las pastillas de KBr y KCl a temperatura ambiente y a 120 °C. Al igual que para la pastilla de NaCl se observa una distribución irregular en el tamaño del grano y un aumento de la porosidad de las muestras con el aumento de la temperatura de calentamiento.

Estos resultados muestran un aumento de la porosidad para todas las muestras con el aumento

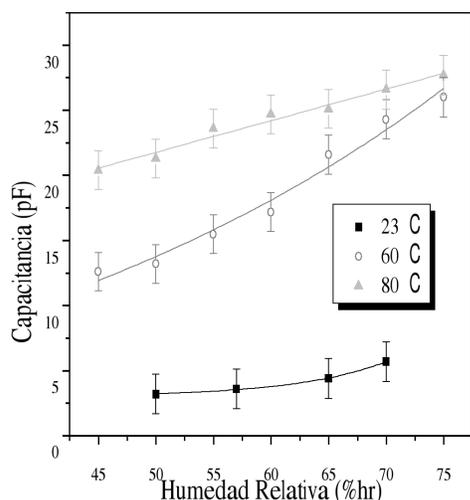
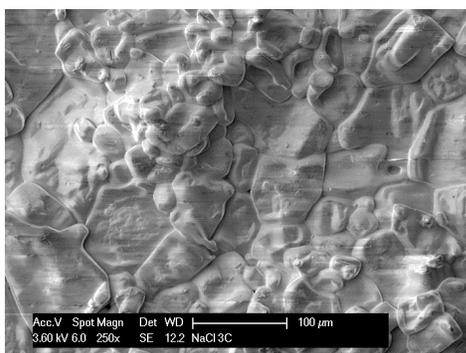
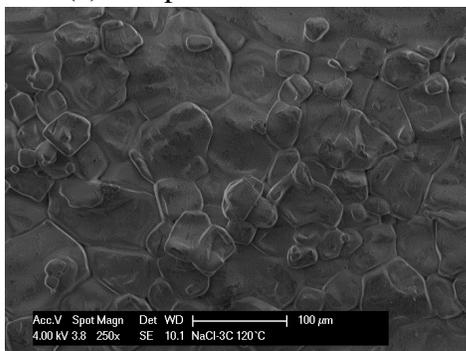


Figura 6: Variación de la capacitancia vs % hr para sensores capacitivos a temperatura ambiente y calentados a temperaturas ambiente y calentados a 60 °C y 80 °C para el KCl.

de la temperatura de calentamiento, lo que origina un aumento en la capacidad del material para adsorber vapor de agua.

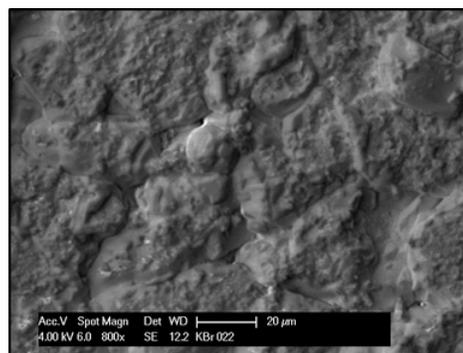


(a) Temperatura Ambiente.

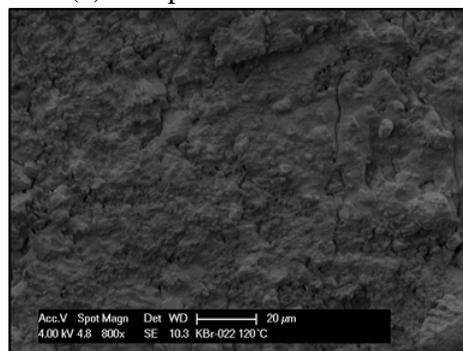


(b) Temperatura 120 °C.

Figura 7: Micrografía de la pastilla de NaCl. Aumento de 250X.



(a) Temperatura Ambiente.



(b) Temperatura 120 °C.

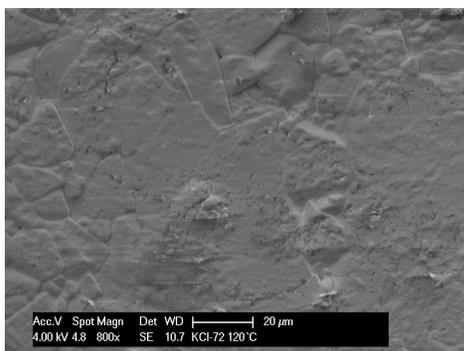
Figura 8: Micrografía de la pastilla de KBr. Aumento de 800X.

5. Conclusiones.

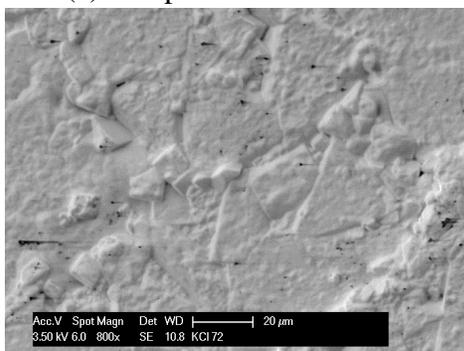
Sensores resistivos y capacitivos han sido fabricados e investigados, usando NaCl, KBr y KCl como material sensible a la humedad. Las variaciones en la resistencia y la capacitancia vs %hr, fueron estudiadas con la variación de la temperatura de calentamiento. Los resultados mostraron un aumento de la sensibilidad con la temperatura, alcanzando el sensor resistivo fabricado con NaCl una sensibilidad de 3,11 MΩ/ %hr a 120°C, mientras que en los sensores capacitivos el fabricado con KBr mostró una sensibilidad de 10,44 pF/ %hr a 80°C. Se observó en las micrografías, un aumento en la porosidad de las muestras a medida que aumenta la temperatura de calentamiento. Este tipo de sensores son muy simples, de bajo costo y de fácil fabricación

Referencias

- [1] Bell, S.A. (1996). "A Guide to the Measurement of Humidity". National Physical Laboratory [en línea],



(a) Temperatura Ambiente.



(b) Temperatura 120 °C.

Figura 9: Micrografía de la pastilla de KCl. Aumento de 800X.

- N° 103 [citado 2012-03-15]. Disponible en Internet: <http://www.npl.co.uk>.
- [2] Ritteersma, Z.M. (2002). Recent achievements in miniaturised humidity sensors—a review of transduction techniques. *Sensors Actuators A*, Vol. 96, No 2-3, pp. 196–210.
- [3] Yadav, B.C. & R.K. Shukla. (2003). “Titania films deposited by thermal evaporation as humidity sensor”. *Indian Journal of Pure and Applied Physics*, Vol. 41, No 9, pp. 681-685.
- [4] Yadav, B.C., N.K. Pandey, A. K. Srivastava & P. Sharma. (2007). “Optical humidity sensors based on titania films fabricated by sol-gel and thermal evaporation methods”. *Measurement Science and Technology*, Vol. 18, No 1, pp. 260–264.
- [5] Ahmad, Z., M.H Sayyad, M. Saleem, S. Khasan, K.S. Karimov & M. Shah. (2008). “Humidity-dependent characteristics of methyl-red thin film-based Ag/methyl-red/Ag surface-type cell”. *Physica. E*, Vol. 41, No 1, pp. 18-22.
- [6] Shah, M., M.H. Sayyad & K.S. Karimov. (2008). “Fabrication and Study of Nickel Phthalocyanine based surface type capacitive sensors”. *Proceedings of world academy of science engineering and technology [en línea]*. N° 19 [citado 2012-06-15]. Disponible en Internet: www.waset.org.
- [7] Wen, T., J. Gao, J. Shen & Z. Zhou. (2001). “Preparation and characterization of TiO₂ thin films by the sol-gel process”. *Journal of Materials Science*, Vol. 36, No 24, pp. 5923 – 5926.
- [8] Yadav, B.C., K. Amit & S. Preeti. (2007). “Resistance Based Humidity Sensing Properties of TiO₂”. *Sensors & Transducers Journal*, Vol 81, No 7, pp. 1348-1353.
- [9] Haiyan, H. & L. Xiong. (2010). “Effect of sintering temperature on humidity sensitivity of a MgCr₂O₄-TiO₂ ceramics sensor”. *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 11, No 2, pp. 154-157.
- [10] Agarwal, S & G. L. Sharma. (2002). “Humidity sensing properties of (Ba, Sr) TiO₃ thin films grown by hydrothermal–electrochemical method”. *Sensors Actuators B*, Vol. 85, No 3, pp. 205-211.
- [11] Srivastava, R. (2012). “Investigation on Temperature Sensing of Nanostructured Zinc Oxide Synthesized via Oxalate Route”. *Journal of Sensor Technology*, Vol. 2, No 1, pp. 8-12.
- [12] Shimizu, Y., H. Arai & T. Seiyama. (1985). “Theoretical studies on the impedance-humidity characteristics of ceramic humidity sensors”. *Sensors Actuators*, Vol. 7, No 1, pp. 11-22.
- [13] Fu, G., H. Chen, J. Zhnag & H. Kohler. (2002). “Humidity sensitive characteristics of Zn₂SnO₄–LiZnVO₄ thick films prepared by the sol-gel method”. *Sensors Actuators B*, Vol. 81, No 2-3, pp. 308-312.
- [14] Ahmad, Z., M.H. Sayyad & K.S. Karimov. (2008). “Capacitive hygrometers based on natural organic compound”. *Optoelectronics and Advanced Materials – Rapid Communications*, Vol 2, No 8, pp. 507-510.
- [15] Qi, Q., Y. Feng., T. Zhang., X. Zheng & G. Lu. (2009). “Influence of crystallographic structure on the humidity sensing properties of KCl-doped TiO₂ nanofibers”. *Sensors and Actuators B*, Vol. 139, No 2, pp. 611–617.
- [16] Srivastava, A.K. & B.C. Yadav. (2010). “Humidity sensing properties of TiO₂-Sb₂O₅ nanocomposite”. *Materials Science-Poland*, Vol. 28, No 2, pp. 491-502.