# Badanie mostków termometrycznych przy wykorzystaniu kalibratora RBC

## Testing thermometry bridges using the Resistance Bridge Calibrator

**Katarzyna Kur, Emil Burcon, Marek Kozicki**
Główny Urząd Miar

**Aleksandra Kowal, Justyna Dobosz, Henryk Manuszkiewicz**
Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN

Międzynarodowa Skala Temperatury z 1990 roku definiuje punkty stałe oraz liczbowe wartości ich temperatury. Dla zakresu temperatury, od punktu potrójnego wodoru w równowadze do punktu krzepnięcia srebra, jako termometry interpolacyjne stosuje się platynowe czujniki termometru rezystancyjnego (SPRT). W tego typu czujnikach do pomiaru temperatury wykorzystuje się zmianę rezystancji czujnika zależną od zmiany temperatury. Wartości temperatury definicyjnych punktów stałych MST-90 określane są z błędem do 0,1 mK. Osiągnięcie takiej dokładności pomiaru temperatury wymaga pomiaru rezystancji termometru platynowego z błędem nie większym niż 10 μΩ w całym zakresie jego stosowalności. Dokładność realizacji skali temperatury w dużej mierze zależy od dokładności pomiaru rezystancji. W pracy przedstawione są wyniki związane z wyznaczeniem błędów pomiaru mostków termometrycznych.

The International Temperature Scale of 1990 defines temperature fixed points and their numerical values. For the temperature range from the triple point of equilibrium hydrogen to the freezing point of silver, standard platinum resistance thermometers (SPRT) are used as interpolation instruments. In this type of thermometers, the temperature measurement is based on the change of sensor resistance which is dependent of the change of temperature. The temperature values of the ITS-90 fixed points are specified with the error of 0,1 mK. Achieving such an accuracy requires the error of thermometer resistance measurement not worse than 10 μΩ in its entire temperature range. The accuracy of the temperature scale realization depends largely on the accuracy of resistance measurement. This paper presents the results of determination of the measurement errors of thermometry bridges.

**Słowa kluczowe:** mostki termometryczne, kalibrator RBC, nieliniowość
**Keywords:** : thermometry bridges, Resistance Bridge Calibrator, nonlinearity

## Wprowadzenie

Międzynarodowa Skala Temperatury z 1990 roku [1] definiuje punkty stałe oraz liczbowe wartości ich temperatury. Dla zakresu temperatury od punktu potrójnego wodoru w równowadze (13,8033 K) do punktu krzepnięcia srebra (961,78 °C) jako termometry interpolacyjne stosuje się platynowe czujniki termometru rezystancyjnego, tzw. czujniki SPRT. W tego typu czujnikach do pomiaru temperatury wykorzystuje się zmianę rezystancji czujnika zależną od zmiany temperatury.

Pomiary rezystancji realizowane są za pomocą dedykowanych termometrycznych mostków rezystancyjnych. Mierzonym parametrem jest iloraz rezystancji: $X = R_T/R_S$, gdzie $R_T$ to rezystancja czujnika SPRT w danej temperaturze, a $R_S$ to rezystancja opornika wzorcowego.

Wartości temperatury definicyjnych punktów stałych MST-90 określane są z błędem 0,1 mK. Osiągnięcie takiej dokładności pomiaru temperatury wymaga dokładności pomiaru rezystancji termometru platynowego (o czułości $dR/dT$ = 0,1 Ω/K) z błędem nie większym niż 10 μΩ w całym zakresie jego stosowalności. W tym miejscu widać wyraźnie, że dokładność realizacji skali temperatury w dużej mierze zależy od dokładności pomiaru rezystancji.

Ważnym zagadnieniem zatem jest sprawdzanie dokładności używanych mostków. Do ich sprawdzania wykorzystuje się komercyjne urządzenie: kalibrator RBC (Resistance Bridge Calibrator). Urządzenie to złożone jest z połączonych ze sobą, w systemie Hamonda, czterech bazowych rezystorów ($R_1 \div R_4$) o nominalnych wartościach rezystancji wynoszących odpowiednio: 79,3316 Ω, 47,4995 Ω, 36,5896 Ω i 28,2421 Ω. Rezystory te można

łączyć zarówno szeregowo, jak i równolegle, uzyskując 35 współzależnych wartości rezystancji. Błąd pomiaru jest na poziomie 0,1 ppm, pod warunkiem stabilizacji temperatury otoczenia w zakresie ±1 °C.

Wspólny projekt badawczy realizowany przez GUM i INTiBS skupiał się na badaniu dokładności różnego rodzaju, dostępnych w obu instytucjach, mostków termometrycznych przy wykorzystaniu RBC [2, 3]. Badano wpływ zmiany temperatury RBC na niepewność wzorcowania, w celu wyznaczenia optymalnych warunków pracy RBC.

## Metoda pomiarowa

Zdaniem producenta na dokładność kalibratora RBC mają wpływ głównie trzy czynniki, są to: stabilizacja termiczna rezystorów bazowych, błędy związane ze złączem czterozaciskowym oraz z siecią rezystorów. Jednakże, ze względu na budowę urządzenia, dwa ostatnie czynniki mają mały wpływ na jego dokładność [4].

Jeden z najbardziej znaczących czynników wpływających na niepewność wzorcowania mostka przy pomocy kalibratora RBC związany jest ze współczynnikami temperaturowymi jego rezystorów bazowych i zmiennością ich rezystancji w zależności od temperatury otoczenia. Biorąc to pod uwagę, podjęto badania związane ze znalezieniem zależności niepewności wzorcowania mostka ze zmianą temperatury RBC, a dzięki temu wyznaczenie najbardziej optymalnych warunków pracy urządzenia RBC.

Do pomiarów użyto dwóch kalibratorów RBC model 100M (wersja manualna). Jednakże w każdym z nich zastosowano inny sposób stabilizacji temperatury urządzenia. W urządzeniu będącym na wyposażeniu Laboratorium Wzorca Temperatury INTiBS PAN rezystory bazowe zostały umieszczone w miedzianym bloku, do którego podłączony został grzejnik i czujnik temperatury (typu Pt-100). Całość sterowana była przy pomocy zewnętrznego regulatora PID. Urządzenie będące na wyposażeniu Laboratorium Temperatury Zakładu Chemii Fizycznej i Środowiska GUM zostało umieszczone w styropianowej osłonie wraz z czujnikiem do monitorowania temperatury, a stabilizacja temperatury była uzyskana poprzez odpowiedni dobór temperatury w pokoju laboratoryjnym sterowanej przez klimatyzator.

Wykonano pomiary dla dwóch mostków, Isotech MicroK 70 i ASL F900, dla trzech różnych wariantów stabilizacji temperatury kalibratora. W pierwszym przypadku kalibrator znajdował się w pokoju, w którym temperatura zmieniała się w zakresie ±1 °C. W drugim przypadku ten sam kalibrator umieszczono w osłonie izolacyjnej, co pozwoliło na zmienność temperaturową nie przekraczającą ±0,05 °C. Następnie zastosowano kalibrator INTiBS, którego temperatura była sterowana przez zewnętrzny regulator PID ze zmiennością: (26 ± 0,002) °C.

Kolejnym krokiem było wykonanie wzorcowania mostków z wykorzystaniem kalibratora RBC ze stabilizacją PID. Pomiary wykonano dla 44 kombinacji układu rezystorów bazowych, w tym 35 kombinacji dla połączenia prostego i 9 kombinacji dla połączenia odwrotnego. Mierzony zakres stosunków rezystancji zawierał się w przedziale od 0,15 do 1,26. Zakres ten odpowiada zakresowi ilorazów rezystancji uzyskiwanych podczas pomiarów temperatury czujnikiem SPRT w przedziale temperatur od −189,3442 °C (punkt potrójny argonu) do 961,78 °C (punkt krzepnięcia srebra). Za wzorcowy opornik służył rezystor 100 Ω.

Wyniki z pomiarów opracowano za pomocą oprogramowania dołączonego do kalibratora RBC. Uzyskane wartości ilorazów rezystancji dla różnych kombinacji połączenia rezystorów bazowych RBC pozwoliły, za pomocą odpowiedniego algorytmu, na wyznaczenie wartości bazowych ilorazów rezystancji: $R_1/R_S$, $R_2/R_S$, $R_3/R_S$, $R_4/R_S$. Algorytm ten, wykorzystujący metodę najmniejszych kwadratów, tak dobiera wartości bazowych ilorazów rezystancji, aby występowała dla nich jak najmniejsza wariancja różnic pomiędzy zmierzonymi i wyliczonymi wartościami ilorazów rezystancji dla wszystkich zrealizowanych kombinacji połączenia rezystorów bazowych RBC zgodnie ze wzorem:

$$s^2 = \frac{1}{N-\rho}\sum_{i=1}^{N}(X_{i,\mathrm{meas}} - X_{i,\mathrm{calc}})^2 \qquad (1)$$

gdzie:

$s^2$ – wariancja różnic pomiędzy zmierzonymi i wyliczonymi wartościami ilorazów rezystancji dla wszystkich zrealizowanych kombinacji połączenia rezystorów bazowych RBC,

$N$ – liczba pomiarów,

$\rho$ – liczba dopasowanych parametrów, $\rho = 4$ gdy wartości wszystkich rezystancji oporników bazowych nie są znane,

$X_{i,\mathrm{meas}}$ – zmierzony iloraz rezystancji dla $i$-tej kombinacji połączenia rezystorów bazowych,

$X_{i,\mathrm{calc}}$ – iloraz rezystancji wyliczony z dopasowanych wartości bazowych ilorazów rezystancji: $R_1/R_S$, $R_2/R_S$, $R_3/R_S$, $R_4/R_S$ dla $i$-tej kombinacji połączenia rezystorów bazowych.

Wyznaczane jest odchylenie standardowe różnic pomiędzy zmierzonymi i wyliczonymi wartościami ilorazów rezystancji oraz niepewność rozszerzona mostka dla prawdopodobieństwa 95 %:

$$U = \pm k s\sqrt{1+\frac{\rho}{N}} \qquad (2)$$

gdzie $s$ to odchylenie standardowe, a $k$ to współczynnik rozszerzenia.

Program umożliwia również obliczenie poprawki wskazań mostka, wówczas równanie (1) przyjmuje postać:

$$s^2 = \frac{1}{N-\rho}\sum_{i=1}^{N}(X_{i,\mathrm{meas}} + \Delta X(X_{i,\mathrm{meas}}) - X_{i,\mathrm{calc}})^2 \quad (3)$$

gdzie $\Delta X(X)$ oznacza równanie poprawkowe, $\rho$ to ilość parametrów wyznaczonych metodą najmniejszych kwadratów (przyjmuje wartość 4, plus liczba dopasowanych stałych w równaniu poprawkowym).

Ogólne, równanie poprawkowe można zapisać przy pomocy równania [4]:

$$\Delta X(X) = A + BX + CX^2 + DX^3 \quad (4)$$

gdzie:

$A$ – błąd związany z offsetem wskazań mostka,
$BX$ – błąd związany z liniowością,
$CX^2$ – błąd nieliniowości rzędu parzystego,
$DX^3$ – błąd nieliniowości rzędu nieparzystego.

## Wyniki pomiarów

W tab. 1 przedstawiono wyniki uzyskane podczas badań wpływu zmiany temperatury kalibratora na niepewność wzorcowania/sprawdzania mostka Fluke Hart Scientific 1595A. Można zauważyć, że poprawa stabilności temperaturowej kalibratora wpływa na poprawę otrzymywanych wyników. Zmiana dryfu temperatury kalibratora z 1 °C/h na 0,5 °C/h spowodowała dwukrotne zmniejszenie otrzymanej niepewności sprawdzenia mostka, a stabilizacja temperatury w zakresie ±0,002 °C, podczas trwania pomiaru, doprowadziła do 8-krotnego zmniejszenia otrzymanej niepewności, z 0,262 ppm do 0,032 ppm.

Tab. 1. Wpływ zmienności temperatury kalibratora RBC z zastosowanym regulatorem PID na wyniki pomiarów mostka Fluke Hart Scientific 1595A

| Fluke Hart Scientific 1595A | |
|---|---|
| Warunki temperaturowe kalibratora RBC | Niepewność standardowa mostka (ppm) |
| dryf 1 °C/h | 0,262 |
| dryf 0,5 °C/h | 0,109 |
| (26 ± 0,002) °C | 0,032 |

Wyniki sprawdzania mostków Isotech MicroK 70 oraz ASL F900 przedstawiono w tab. 2. Podobnie jak dla pomiarów mostka Fluke Hart Scientific, zwiększenie stabilności temperaturowej doprowadziło do poprawy uzyskiwanych wyników – zmniejszenia niepewności standardowej sprawdzenia mostków, z (0,051 ÷ 0,056) ppm do (0,015 ÷ 0,020) ppm. Dodatkowo wykazano, że niezależnie od zastosowanej metody stabilizacji temperatury kalibratora, aktywnej (zewnętrzny regulator PID) czy też pasywnej (osłona izolacyjna), wyniki sprawdzeń mostków są porównywalne dla tych metod.

Tab. 2. Wpływ zmienności temperatury kalibratora RBC na wyniki pomiarów mostków Isotech MicroK 70 i ASL F900 w zależności od sposobu jej stabilizacji

| Warunki temperaturowe kalibratora RBC | Isotech MicroK 70 | ASL F900 |
|---|---|---|
| | Niepewność standardowa mostka (ppm) | Niepewność standardowa mostka (ppm) |
| ±1 °C | 0,051 | 0,059 |
| osłona izolacyjna (±0,05 °C) | 0,015 | 0,017 |
| (26 ± 0,002) °C | 0,020 | 0,020 |

Po zbadaniu wpływu zmienności temperatury kalibratora i wyznaczeniu najbardziej optymalnych warunków prowadzenia badań przystąpiono do sprawdzenia pozostałych mostków, będących na wyposażeniu laboratoriów GUM i INTiBS. Pomiary zostały wykonane przy pomocy kalibratora z zewnętrznym regulatorem PID, a ich wyniki przedstawiono w tab. 3. Wyniki dotyczące nieliniowości mostków odnoszą się tylko do pomiarów wykonanych dla 35 kombinacji rezystorów bazowych kalibratora dla połączenia prostego, zaś niepewność standardowa do wyników wykonanych dla wszystkich 44 kombinacji zarówno dla połączenia prostego, jak i odwrotnego.

Wszystkie badane mostki charakteryzują się nieliniowością poniżej 0,1 ppm, a w większości przypadków wynik ten jest podobny do tego uzyskanego dla pełnego sprawdzenia.

Tab. 3. Wyniki pomiarów przy użyciu kalibratora RBC dla różnych typów mostków

| Mostek | Nieliniowość (ppm) | Niepewność standardowa (ppm) | Błąd deklarowany przez producenta (ppm) |
|---|---|---|---|
| MI 6015T | 0,057 | 0,371 | 0,02 |
| Fluke Hart Scientific 1595A | 0,031 | 0,032 | 0,2 |
| ASL F18 | 0,049 | 0,442 | 0,1 |
| ASL F900 | 0,020 | 0,020 | 0,02 |
| Isotech MicroK70 | 0,017 | 0,020 | 0,07 |

## Podsumowanie

Przeprowadzone badania wykazały, że przy użyciu manualnej wersji kalibratora RBC można wzorcować mostki rezystancyjne o wysokiej dokładności. Kluczowym aspektem pomiarów jest utrzymanie stabilnej temperatury kalibratora. Zbyt duża zmienność temperaturowa urządzenia

wpływa na otrzymywanie zawyżonych wartości niepewności sprawdzania mostka. W pracy przedstawiono dwa sposoby stabilizacji temperatury kalibratora (osłona izolacyjna, regulator PID) i każdy z nich prowadził do znaczącej poprawy i otrzymywania satysfakcjonujących, powtarzalnych wyników. Wyniki uzyskiwane przy pomocy starszej, manualnej wersji urządzenia, będącego na wyposażeniu GUM i INTiBS, po stabilizacji termicznej są porównywalne z wynikami uzyskiwanymi przy pomocy nowszego, automatycznego typu kalibratora, który można stabilizować termicznie w specjalnych wannach olejowych dla rezystorów wzorcowych. Wyniki sprawdzania mostków przeprowadzone za pomocą kalibratora automatycznego zostały przedstawione w artykule [5].

## Bibliografia


[1] Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990, Sèrves, Bureau International des Poids ed Mesures, 1990.

[2] G. F. Strouse, K. D. Hill: Performance assessment of resistance ratio bridges used for the calibration of SPRTs. AIP Conference Proceedings, vol. 684, no. 1, 2003.

[3] T. Podgornik i in: Nonlinearity testing of equipment used in temperature measurements, 2009.

[4] Resistance Bridge Calibrators Model RBC100M & RBC 400M. User Maintenance Manual/Handbook (RBC Iss. 02–03/11), ISOTECH, 2011.

[5] J. V. Pearce, J. Gray, R. I. Veltcheva: Characterisation of a selection of AC and DC resistance bridges for standard platinum resistance thermometry. International Journal of Thermophysics (2016), 37-109.