

# МЕТОДЫ И СРЕДСТВА КАЛИБРОВКИ МАЛОГАБАРИТНЫХ АМПУЛ РЕПЕРНОЙ ТОЧКИ ГАЛЛИЯ

Е. В. Васильев, И. Я. Краснополин

С повышением требований к точности измерений температуры в электронике, гидрофизике, биологии, медицине и в новейших технологиях возникает потребность в доступном портативном метрологическом оборудовании для калибровки и поверки современных индивидуально градуируемых средств измерений температуры повышенной точности.

В настоящее время, когда все более широкое применение в метрологической практике получают современные переносные калибраторы температуры, открываются возможности для воспроизведения в них постоянных температурных точек, реализуемых в малогабаритных ампулах. Вместе с этим создаются объективные условия для повышения точности калибровки и поверки термометров за счет применения термодинамического метода, основанного на реперных точках МТШ-90. Этот метод поверки предусмотрен в [1] и предназначен для поверки эталонных 1-го и 2-го разрядов платиновых термометров сопротивления. Однако классические ампулы реперных точек дороги и требуют применения соответствующих дорогих установок для их воспроизведения, что до недавнего времени было основной причиной, сдерживающей более широкое применение термодинамического метода калибровки и поверки прецизионных термометров в метрологической практике.

За последние годы рядом зарубежных фирм были разработаны более дешевые ампулы реперных точек и установки для их реализации.

В России (ВНИИМС) были выполнены работы по дальнейшему

уменьшению размеров ампул реперных точек галлия и индия с целью применения их в составе портативных калибраторов температуры с внутренним диаметром твердотельного термостата 26 мм и более.

Известна система [2] для контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров в условиях эксплуатации, в которой применена малогабаритная ампула галлия [3], конструктивно совместимая с калибраторами температуры серии АТС и RTC с диаметром термостата 30 мм и более. Эта система является образцом установки для калибровки малогабаритных ампул и прецизионных термометров сопротивления методом реперных точек. На фотографии (Рис. 1) изображена установка, предназначенная для калибровки

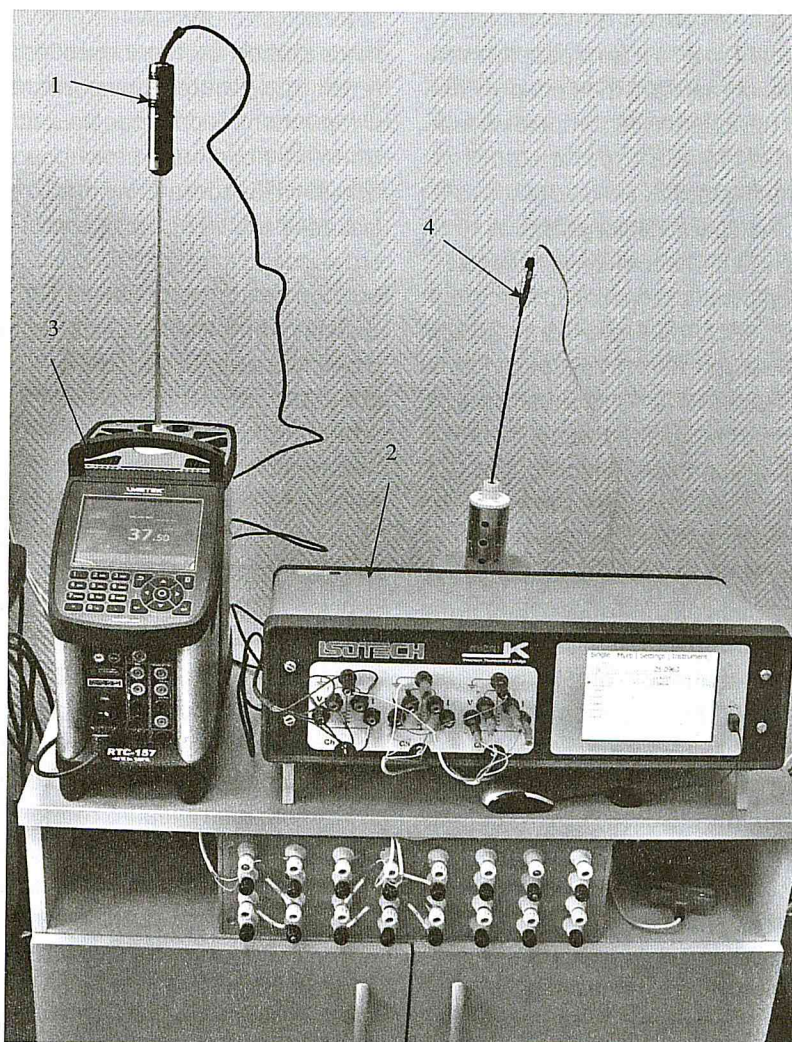


Рис. 1. Установка для калибровки малогабаритных ампул галлия и других металлов

малогобаритных ампул галлия ( $t=29,7646\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) и воспроизведения других реперных и постоянных температурных точек в диапазоне температур, воспроизводимых калибраторами температуры серии АТС и RTC. Два калибратора температуры серии RTC-156В и RTC-700 фирмы Jofra, Дания, воспроизводят температуры в диапазоне от минус  $45\text{ }^{\circ}\text{C}$  до плюс  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

Данная установка отличается от системы [2] более высокой точностью измерителя сопротивления, в качестве которого применен современный термометрический мост MicroK 400 фирмы Isothermal Technology Ltd., Великобритания. Это позволяет расширить область ее применения по сравнению с системой [2]. С помощью данной установки можно проводить калибровку малогабаритных ампул, а также поверку эталонных 2-го и 3-го разряда платиновых термометров сопротивления, прецизионных термометров, включая термометры, конструктивно несовместимые с установками для воспроизведения реперных точек МТШ-90 в классических ампулах.

В данной статье содержатся: описание установки для калибровки малогабаритных ампул, результаты калибровки эталонного платинового термометра сопротивления типа ЭТС-25 фирмы Leeds@Northrup, США, и прецизионного термометрического моста MicroK 400, входящих в установку, а также методы и результаты калибровки малогабаритной ампулы галлия с помощью установки, изображенной на рис.1.

Ниже приведены основные метрологические и технические характеристики эталонных приборов и метрологического оборудования, входящих в состав установки.

1. **Эталонный платиновый термометр сопротивления** (рабочий эталон по ГОСТ 8.558-93) модели 8157-25, № 1846725 фирмы Leeds@Northrup, США, с номинальным значением сопротивления  $25\text{ }\Omega$  при  $0^{\circ}\text{C}$ . Чувствительный элемент выпол-

нен в виде крестообразного каркаса из высококачественной слюды. Диапазон измерений от 0 до  $419,527\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Нестабильность за межповерочный интервал при температуре тройной точки воды ( $0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) не более  $1,5\cdot 10^{-4}\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

2. **Прецизионный термометрический мост MicroK 400** фирмы Isothermal Technology Ltd., Великобритания. В данном цифровом приборе применяется новый сигма-дельта аналого-цифровой преобразователь, обеспечивающий высокие метрологические характеристики прибора. Термометрический мост MicroK 400 является современным микропроцессорным трехканальным прибором, в котором обеспечиваются нулевой дрейф при работе с эталонными термометрами сопротивления, малое время измерений, возможность одновременного подключения трех эталонных термометров сопротивления, возможность подключения различных типов эталонных термопреобразователей (термометров сопротивления и термопар). В приборе нашли применение новейшие полупроводниковые устройства для коммутации (взамен релейных), что обеспечивает его высокую надежность. Кроме того, прибор имеет встроенный 6,4-дюймовый цветной сенсорный дисплей и обслуживается операционной системой Windows CE. Для обеспечения минимальной ТЭДС в измерительной цепи контактные позолоченные клеммы выполнены из теллуристой меди. Диапазон измерений сопротивления от 0 до  $500\text{ к}\Omega$ . Диапазон измерений напряжения постоянного тока  $\pm 125\text{ мВ}$ .

Погрешность в температурном эквиваленте при работе с 25-омным платиновым термометром сопротивления не превышает  $0,1\text{ мК}$  при  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $0,4\text{ мК}$  во всем диапазоне измерений 25-омного платинового термометра сопротивления. Время одного измерения не более 2 с. Измерительный ток можно выбирать из ряда значений, предлагаемых в меню. Это позволяет измерить сопротивление термометра при различной мощности рассеяния и определить поправку, связанную с перегревом измерительным током

$1\text{ мА}$ , при измерении температуры плавления галлия эталонным платиновым термометром сопротивления.

3. **Калибратор температуры RTC-157В** фирмы Jofra, Дания, (рис.1), является современным микропроцессорным переносным средством поверки приборов для измерений температуры в диапазоне от минус  $45$  до плюс  $155\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Дискретность показаний ( $1; 0,1; 0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Нестабильность поддержания температуры  $\pm (0,005; 0,01)^{\circ}\text{C}$ . Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности установления заданной температуры по внутреннему термометру  $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$  и внешнему штатному платиновому ТС углового типа  $\pm 0,04\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Разность температуры по высоте зоны  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $40\text{ мм}$ , в которой помещается малогабаритная ампула, не более  $0,03\text{ }^{\circ}\text{C}$  (при минус  $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ );  $0,02\text{ }^{\circ}\text{C}$  (при  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ );  $0,03\text{ }^{\circ}\text{C}$  (при  $+155\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Габаритные размеры гнезда твердотельного термостата (высота  $150$ , диаметром  $30$ ) мм обеспечивают конструктивную совместимость с малогабаритными ампулами галлия и индия, разработанными во ВНИИМС.

Калибратор температуры выполняет функцию термостатирующего устройства, обеспечивающего необходимые температурные режимы для предварительного охлаждения ампулы галлия и последующего нагревания вместе с эталонным термометром сопротивления для реализации фазового перехода 1-го рода – плавления чистого галлия (чистота  $99,9999\%$ ). Установка проверялась в процессе многократного воспроизведения кривой плавления галлия (ампула ВНИИМС Г-25–7,5 № 1).

4. **Микропроцессорный термометр** для контроля температуры окружающего воздуха, подключенный ко второму каналу термометрического моста, обеспечивает непрерывное измерение температуры воздуха в лаборатории вблизи термометрического моста. После окончания работ, измеренные значения температуры сохраняются в памяти моста, что позволяет определить температуру окружающего воздуха в любой момент времени.

Эталонный платиновый термометр сопротивления (рабочий эталон по ГОСТ 8.558-93) модели 8157-25, № 1846725 фирмы Leeds@Northrup был поверен во ВНИИМ им.Д.И. Менделеева. Расширенная неопределенность градуировки (при коэффициенте охвата  $k=2$ ) в тройной точке воды оценена как  $5,1 \cdot 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}$ . В точке плавления галлия расширенная неопределенность измерений составляет  $6,0 \cdot 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}$ . Нестабильность за межповерочный интервал при температуре тройной точки воды ( $0,01 \text{ }^\circ\text{C}$ ) не более  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}$ .

Важным этапом экспериментальных исследований установки является калибровка импортного прецизионного моста MicroK 400. Первичная калибровка была проведена изготовителем (Isothermal Technology Ltd., Великобритания).

Калибровка производилась в соответствии с методикой, изложенной в техническом описании [4] изготовителя, на аппаратуре эталона единицы электрического сопротивления ГВЭТ14-30-08 ВНИИМС. Учитывая, что основной функцией термометрического моста MicroK 400 является измерение сопротивления (или отношения сопротивлений) платиновых термометров сопротивления, в статье процедура калибровки термометрического моста изложена в сокращенном виде и касается только канала измерения сопротивления.

Измерение сопротивления мостом MicroK 400 проводится методом замещения: источник стабильного тока подключается поочередно к измеряемому резистору (платиновому термометру) и опорному (эталонному) резистору, в качестве последнего служит, в зависимости от диапазона измеряемых сопротивлений, один из внутренних опорных резисторов моста номиналом 1 Ом, 10 Ом, 25 Ом, 100 Ом и 400 Ом.

К точности опорных резисторов предъявляются не слишком жесткие требования, поскольку для определения температуры необходимо знать отношение сопротивлений платинового термометра в измеряемой точке и в реперной точке –

тройной точке воды – в соответствии с Международной температурной шкалой 1990 г. (МТШ-90). Поэтому долговременная стабильность сопротивления опорных резисторов не очень важна, более важна кратковременная стабильность (между измерениями в реперной точке и при неизвестной температуре).

При калибровке мостом MicroK 400 измерялось сопротивление эталонной меры 100 Ом из состава эталона ГВЭТ14-30-08 по отношению к каждому из опорных резисторов моста (400 Ом, 100 Ом и 25 Ом). Эталонная мера 100 Ом находилась в воздушном термостате 9300 фирмы Measurement International, Канада, при  $t=20 \pm 0,02 \text{ }^\circ\text{C}$ . Ее сопротивление измерялось в тот же день мостом-компаратором постоянных токов 6010Q фирмы Measurement International, Канада, с расширенной неопределенностью не более  $2 \cdot 10^{-7}$ . Из сравнения значений сопротивления эталонной меры, полученного двумя способами, можно найти поправки к значениям сопротивлений опорных резисторов моста MicroK 400, связанных с их нестабильностью за время  $\sim 1,5$  года.

Значения сопротивлений опорных резисторов с номиналом 10 Ом и 1 Ом были получены аналогичным способом, только в качестве эталонов сравнения использовались эталонные меры 1 Ом и 10 Ом, расположенные в том же термостате 9300. Значения сопротивления всех эталонных мер (100 Ом, 10 Ом и 1 Ом) находились путем передачи размера единицы по цепочке от 1 кОм к 100 Ом, от 100 Ом к 10 Ом и от 10 Ом к 1 Ом. Для повышения достоверности результатов передача размера проводилась от двух разных эталонных мер 1 кОм эталона ГВЭТ 14-30-08. Значение сопротивления мер 1 кОм было найдено при сравнении с квантованным холловским сопротивлением датчика эталона ГВЭТ 14-30-08 в октябре 2010 г. Оба набора значений сопротивления мер, полученных от 2-х эталонных мер 1 кОм, согласовывались между собой в пределах расширен-

ной неопределенности  $\sim 2 \cdot 10^{-7}$ . Все сличения проводились с помощью моста-компаратора постоянного тока 6010Q. Каждое сличение содержало 15 измерений с реверсом полярности, среднее значение отношения определялось из 10 последних измерений в серии, стандартная неопределенность типа A  $\sim (1 - 5) \cdot 10^{-8}$ .

Как оказалось, относительные изменения сопротивления опорных резисторов моста MicroK 400 составили:  $7,8 \cdot 10^{-6}$  для 400 Ом,  $8,1 \cdot 10^{-6}$  для 100 Ом,  $8,1 \cdot 10^{-6}$  для 25 Ом,  $11 \cdot 10^{-6}$  для 10 Ом,  $4,4 \cdot 10^{-6}$  для 1 Ом. При этом при измерении отношения сопротивлений мостом MicroK 400 относительная стандартная неопределенность типа A составляла от  $6 \cdot 10^{-8}$  до  $3 \cdot 10^{-6}$  для опорных резисторов от 400 Ом до 1 Ом.

Согласно спецификации изготовителя возможная нестабильность резисторов 400–10 Ом за год составляет  $5 \cdot 10^{-6}$ , а для резистора 1 Ом –  $25 \cdot 10^{-6}$ . За 1,5 года нестабильность может составить  $7,5 \cdot 10^{-6}$ . Однако обращает на себя внимание тот факт, что дрейф всех резисторов происходит в одну сторону (уменьшение сопротивления) и для 3-х старших резисторов происходит с одной и той же скоростью.

Полученные в результате калибровки новые значения сопротивлений опорных резисторов термометрического моста с помощью компьютера записаны в энергонезависимую память прибора через последовательный интерфейс (RS-232).

Существенное значение для предельной точности измерения температуры с помощью моста MicroK 400 является нелинейность шкалы сопротивлений (или шкалы отношений сопротивлений). Для исследования отклонений от линейности фирма Isothermal Technology Ltd. рекомендует использовать калибратор точных отношений сопротивлений на основе набора 4-х зажимных резисторов, включаемых последовательно-параллельно [5].

В отсутствие такого калибратора исследование отклонения от ли-

нейности моста MicroK 400 было проведено следующим способом. В качестве набора резисторов с номиналом 10 Ом – 100 Ом использовалась декада 10x10 Ом многозначной меры сопротивления МС3001. Фольговые резисторы этой меры погружены в ванну с силиконовым маслом ПС100. Терморегулятор меры поддерживает температуру в ванне  $t = 34,88 \pm 0,01 \text{ }^\circ\text{C}$ , и, хотя градиент температуры по ванне довольно велик ( $\sim 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ ), температура в течение нескольких часов остается стабильной с указанной выше точностью.

Мостом-компаратором постоянных токов 6010Q измерялось отношение сопротивлений набора резисторов меры МС3001 (20 Ом, 30 Ом,...100 Ом) и сопротивления меры 100 Ом эталона ГВЭТ 14-30-08. Затем термометрическим мостом измерялось отношение сопротивлений этого же набора резисторов меры МС3001 по отношению к внутреннему опорному резистору 100 Ом (измерительный ток 1 мА, шкала моста 125 Ом). Методом наименьших квадратов находилась линейная аппроксимация данных, полученных мостом MicroK 400, относительно значений, измеренных компаратором 6010Q. Разность значений сопротивлений меры МС3001, измеренных термометрическим мостом и вычисленных с помощью аппроксимирующей линейной функции, представляет собой функцию отклонения от линейности моста MicroK 400, поскольку нелинейность моста-компаратора постоянных токов 6010Q составляет менее  $1 \cdot 10^{-8}$ .

На рис. 2 представлены результаты двух серий измерений отклонения от линейности моста MicroK 400. Чтобы не загромождать рисунок, планки неопределенности результата измерений показаны только для одной серии измерений 11.02.2011 г. Для другой серии неопределенности имеют тот же порядок величины (показана только статистическая неопределенность – типа А, вычисленная как стандартная неопределенность ряда из 100 измерений в каждой точке).

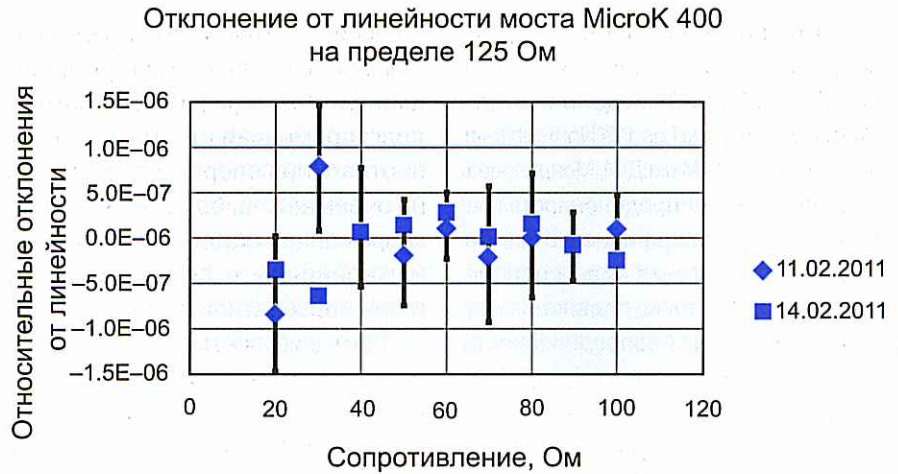


Рис. 2. Относительное отклонение от линейности моста MicroK 400 при измерении сопротивлений 20–100 Ом на пределе 125 Ом

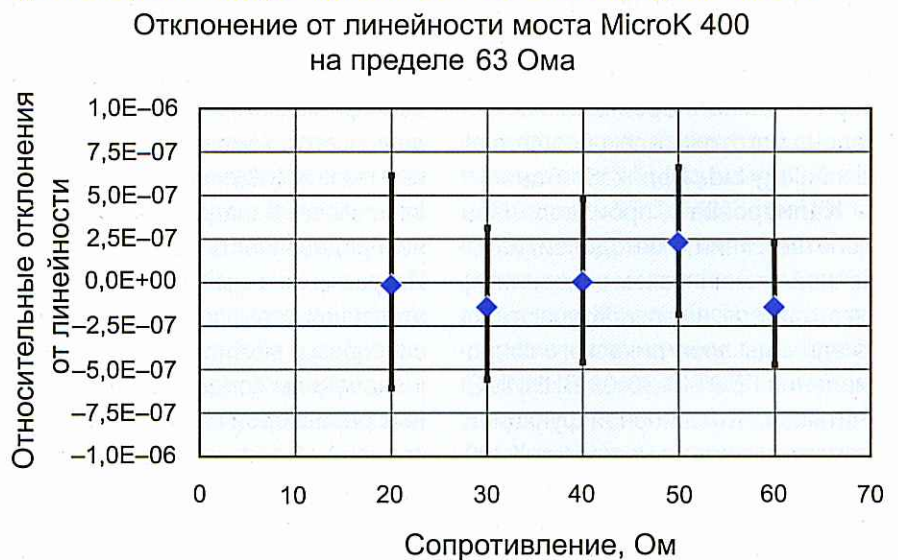


Рис. 3. Относительное отклонение от линейности моста MicroK 400 на пределе 63 Ом при измерительном токе 2 мА

Видно, что отклонения от линейности не превышают  $1 \cdot 10^{-6}$ , более того, при  $R_i > 30 \text{ Ом}$  все точки лежат в интервале  $\pm 3 \cdot 10^{-7}$ . Следует отметить, что указанные на рисунке 2 планки неопределенности представляют стандартное отклонение, выводимое на дисплей моста, и это отклонение является стандартным отклонением ряда наблюдений, а не стандартным отклонением среднего значения. При наличии шумов со спектральной плотностью вида  $1/F$ , где  $F$  – частота спектральной компоненты шума, неопределенность результата измерений правильнее характеризовать дисперсией Аллана [6]. Однако, в данной работе не ставилась цель исследования больших выборок измерений мостом с последующим анализом методом Аллана.

Ясно, что увеличение разброса при измерении малых сопротивлений (20–30 Ом) связано с увеличением роли шумов при измерении малых напряжений на резисторах при измерительном токе 1 мА. Поэтому для уменьшения влияния шумов измерения были повторены при измерительном токе 2 мА на пределе 63 Ом. На рисунке 3 приведены результаты измерения отклонения от линейности моста MicroK 400 при измерении сопротивлений тех же резисторов меры МС3001 на пределе 63 Ом.

Видно, что в этом случае отклонения от линейности не превышают  $\pm 2,5 \cdot 10^{-7}$  в диапазоне от 20 до 60 Ом. Полученные отклонения не превышают неопределенности результата

измерений сопротивления мостом  $4 \cdot 10^{-7}$ , указанной изготовителем. Указанная неопределенность измерения сопротивления соответствует неопределенности измерения температуры стандартным платиновым термометром в тройной точке воды  $\sim 0,1$  мК.

Результаты поверки эталонного термометра сопротивления и калибровки термометрического моста явились основой для калибровки малогабаритных ампул галлия и других реперных и постоянных точек температуры. Метод калибровки малогабаритной ампулы галлия с помощью разработанной установки основан на воспроизведении кривой плавления в калибраторе температуры и непрерывном измерении температуры галлия с помощью эталонного платинового термометра сопротивления и прецизионного термометрического моста. Для реализации этого метода предусмотрены несколько операций, выполнение которых обеспечивает получение экспериментальных данных, необходимых для определения метрологических характеристик, приписываемых ампуле по результатам калибровки.

В процессе статистической обработки данных калибровки с помощью программы Excel вычисляют среднее значение температуры плато кривой плавления галлия продолжительностью не менее 4-х часов и стандартное отклонение, полученные при реализации кривой плавления в калибраторе с известной температурой. Кроме этого рассчитывают средние значения температуры и скорость изменения температуры в мК/ч по часовым интервалам плато.

На рис. 4 изображена кривая плавления галлия, полученная с помощью установки, изображенной на рис.1.

Особенностью и достоинством установки является возможность выполнения подготовительной операции замораживания галлия в том же калибраторе, в котором реализуется кривая его плавления.

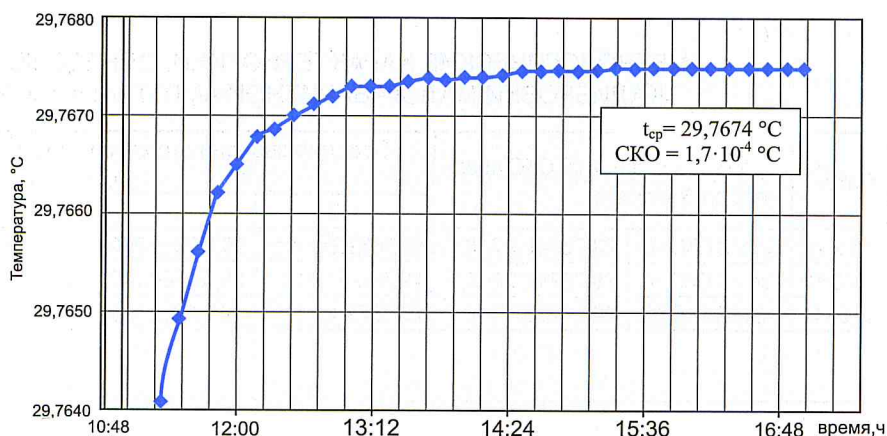


Рис. 4. Кривая плавления галлия (Г-25–7,5 № 1), полученная при калибровке с помощью ГВЭТ 34-29-09 (с использованием ТС типа Leeds&Northrup, № 1 (РЭ), термометрического моста типа MicroK 400 и калибратора температуры типа RTC-157B), 04.03.2011 г.

Малогабаритную ампулу помещают в гнездо твердотельного термостата калибратора, заливают несколько миллилитров воды в термометровый карман ампулы для улучшения теплопередачи к чувствительному элементу термометра и погружают в ампулу эталонный термометр. С помощью калибратора температуры охлаждают галлий до температуры  $0$  °C, что занимает не более 10 минут, после чего задают температуру в калибраторе с небольшим превышением (на  $0,1$ – $0,3$  °C) над температурой плавления галлия ( $29,7646$  °C). Температура в процессе охлаждения и нагревания ампулы измеряется и записывается в непрерывном режиме с помощью термометрического моста и подключенного к нему эталонного термометра и сохраняется в памяти компьютера моста. В дальнейшем массив измерительной информации подвергается статистической обработке в программе Excel.

По результатам статистической обработки массива измерительной информации от 04.03.11 г. построена кривая плавления галлия (рис. 4). Результаты измерений температуры плавления галлия по трем реализациям плато представлены в таблице 1.

Как видно из рис. 4 и данных, приведенных в таблице 1, скорость изменения температуры после выхода на плато резко уменьшается и эти изменения можно оценить в долях мК.

Статистическая обработка данных, полученных по трем реализациям плато кривой плавления галлия продолжительностью 5 часов каждого дает следующие результаты: среднее значение температуры составляет  $29,76739$  °C, стандартное отклонение среднего равно  $1,8 \cdot 10^{-5}$  °C. При этом следует отметить, что хорошо воспроизводятся не только средние значения температур за 5 часов, но и средние значения по часовым интервалам плато.

В процессе экспериментальных исследований установки для калибровки малогабаритных ампул в условиях малого погружения эталонного термометра сопротивления стержневого типа была проверена адекватность условий калибровки с учетом длины чувствительного элемента. В таблице 2 представлены размеры чувствительных элементов эталонных платиновых термометров сопротивления.

Экспериментально было определено влияние изменения глубины погружения термометра в ампулу после выхода кривой плавления галлия на плато. В процессе этого эксперимента температуру галлия измеряли на нескольких уровнях, начиная от нулевого, соответствующего погружению термометра на дно термометрового кармана ампулы и после каждого последовательного подъема термометра на высоту 5 мм в пределах 25 мм. На рис.5 изображен график изменения температуры

Таблица 1.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ, ОПРЕДЕЛЕННЫЕ В ПРОЦЕССЕ КАЛИБРОВКИ МАЛОГАБАРИТНОЙ АМПУЛЫ ГАЛЛИЯ (Г-25–7,5 № 1)

Дата	Средние значения $t$ и СКО среднего за 5 ч плато		Средние значения температуры и СКО результатов измерений мостом по часовым интервалам											
			1-й	2-й	3-й	4-й	5-й							
4.03.11	$t_{ср.}, ^\circ\text{C}$	СКО, $^\circ\text{C}$	29,76741	$1,7 \cdot 10^{-5}$	29,7672	$2,0 \cdot 10^{-4}$	29,76738	$1,7 \cdot 10^{-4}$	29,76746	$1,7 \cdot 10^{-4}$	29,7675	$1,7 \cdot 10^{-4}$	29,7675	$1,6 \cdot 10^{-4}$
9.03.11	$t_{ср.}, ^\circ\text{C}$	СКО, $^\circ\text{C}$	29,76742	$1,7 \cdot 10^{-5}$	29,76725	$1,8 \cdot 10^{-4}$	29,76742	$1,7 \cdot 10^{-4}$	29,76746	$1,6 \cdot 10^{-4}$	29,76748	$1,7 \cdot 10^{-4}$	29,76748	$1,7 \cdot 10^{-4}$
10.03.11	$t_{ср.}, ^\circ\text{C}$	СКО, $^\circ\text{C}$	29,76736	$1,7 \cdot 10^{-5}$	29,7672	$1,9 \cdot 10^{-4}$	29,7674	$1,7 \cdot 10^{-4}$	29,7674	$1,8 \cdot 10^{-4}$	29,7674	$1,7 \cdot 10^{-4}$	29,7674	$1,6 \cdot 10^{-4}$

Таблица 2.

Тип эталонного термометра	Длина и наружный диаметр корпуса, мм	Длина чувствительного элемента, мм	Тип чувствительного элемента
Leeds@Northrup модели 8157-25	465	52	Pt проволока на крестообразном каркасе из слюды
	7,0	10*	
ЭТС-25	550	52	Pt спираль в капиллярных трубочках из кварца
	7,0	12*	
ПТС-10М	530	50	Pt спираль на кварцевом каркасе в форме геликоида
	6,6	10*	

\* Расстояние от дна кварцевой трубки до нижнего края чувствительного элемента.

при изменении глубины погружения эталонного термометра сопротивления.

Размеры внутреннего фторопластового стакана и термометрового кармана малогабаритной ампулы (Г-2,5–7,5 № 1) обеспечивают полное погружение чувствительного элемента эталонного термометра Leeds@Northrup длиной 62 мм. При этом уровень жидкого галлия над верхним краем чувствительного элемента составляет не менее 30 мм.

На рис. 5 представлен график изменения температуры, измеряемой эталонным термометром сопротивления типа Leeds@Northrup в малогабаритной ампуле при реализации плато плавления галлия, при изменении глубины погружения термометра. Как видно из графика, подъем термометра на высоту в пределах 15 мм не вызывает значимых изменений температуры. Это подтверждает адекватность условий измерений температуры в малогабаритной ампуле галлия эталонным термометром сопротивления типа Leeds@Northrup с длиной чувствительного элемента 62 мм.

При калибровке ампулы галлия необходимо определить среднее значение температуры с учетом поправки на перегрев чувствительного элемента

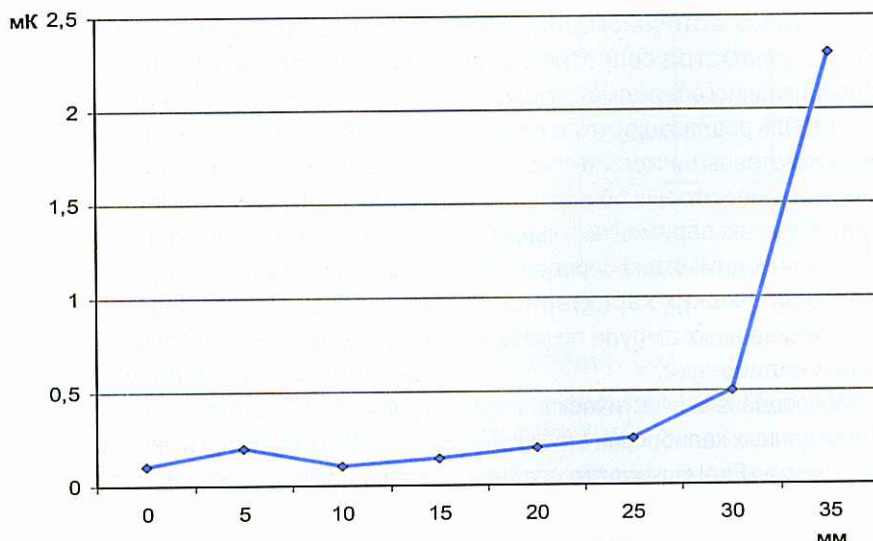


Рис.5. Влияние глубины погружения эталонного термометра Leeds@Northrup в миниампулу Г-25–7,5 № 1 на результат измерения температуры

термометра измерительным током. Приведенные в таблице 1 средние значения температуры плавления галлия получены при измерительном токе 1 мА, который вызывает перегрев термометра. Величина перегрева зависит от конструкции чувствительного элемента термометра и условий теплообмена погружаемой в ампулу части термометра. При калибровке ампулы кольцевой воздушный зазор между внутренними стенками термометрового кармана, в котором находится термометр, и корпусом

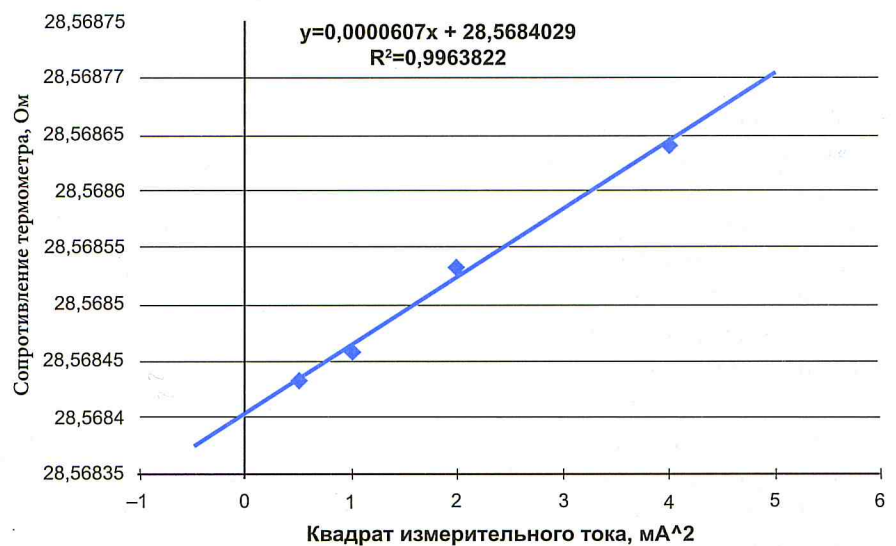
термометра заполнялся водой до уровня, превышающего длину чувствительного элемента на 20 мм. В этих условиях предварительно был определен перегрев эталонного термометра для внесения соответствующей поправки при калибровке малогабаритной ампулы галлия Г-25–7,5 № 1. Перегрев эталонного термометра типа Leeds@Northrup определялся с помощью установки для калибровки малогабаритных ампул в процессе реализации кривой плавления галлия. После выхода

Таблица 3

Источники неопределенности	Тип распределения	Метод расчета	Оценка стандартной неопределенности
Тип А			
Воспроизводимость (СКО сред.), n=3, °C	нормальное	Стандартное отклонение среднего	0,000018
Тип В			
Градуировка эталонного термометра, °C	нормальное	$U_s/2$ , $U_s=0,0006$	0,0003
Нестабильность эталонного ЭТС, °C	равномерное	$a/\sqrt{3}$ , $a=0,0015$	0,00088
Нелинейность моста, °C	равномерное	–	< 0,0001
Нестабильность опорных сопротивлений, °C	равномерное	$a/\sqrt{3}$ , $a=8,1 \cdot 10^{-6}$ (для 25 Ом)	0,000046
Суммарная стандартная неопределенность измерения температуры в ампуле галлия, °C			0,00094
Суммарная расширенная неопределенность (k=2) измерения температуры в ампуле галлия, °C			0,00188

Примечание: Все составляющие приведены в температурном эквиваленте. Соответствующие измеренные значения составляющих термометрического моста в омах представлены в тексте статьи.

на плато плавления галлия термометрический мост был переведен в режим измерений сопротивления термометра и проведены измерения сопротивления при нескольких значениях измерительного тока (0,7; 1,0; 1,4 и 2,0) мА. Полученные данные были обработаны методом регрессионного анализа, что позволило определить значение сопротивления термометра, соответствующее нулевой мощности рассеяния, и оценить в температурном эквиваленте величину перегрева термометра. Соответствующая поправка к среднему значению температуры плавления галлия за время плато, полученному в процессе реализации кривой плавления галлия, была внесена в результаты измерений. На рис.6 показан график зависимости сопротивления эталонного термометра типа Leeds@Northrup от квадрата измерительного тока. Поправка на перегрев данного термометра



в малогабаритной ампуле галлия составила 0,56 мК. Ошибка определения сопротивления при нулевом токе  $\sim 6 \cdot 10^{-6}$  Ом, что в температурном эквиваленте составляет 60 мК.

В таблице 3 представлен бюджет неопределенности измерений температуры плавления галлия в малогабаритной ампуле (Г-25–7,5 № 1).

Таким образом, с помощью разработанной установки можно калибровать малогабаритные ампулы галлия методом прямого измерения температуры плавления галлия на плато продолжительностью 5 часов с расширенной неопределенностью 0,0019 °C.

## ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ Р 8.571-98. ГСИ. Термометры сопротивления платиновые эталонные 1-го и 2-го разрядов. Методика поверки.
- Патент на полезную модель № 79333 РФ. Система контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров в процессе их эксплуатации / Е. В. Васильев, А. А. Игнатов, А. Н. Бахарев // Изобретения. Полезные модели. 2008. № 36.
- Патент на изобретение № 2334960 РФ. Малогабаритная ампула реперной точки для градуировки прецизионных термометров и термопреобразователей в калибраторах температуры твердотельными термостатами / Е. В. Васильев, А. А. Игнатов, А. Н. Бахарев // Изобретения. Полезные модели. 2008. № 27.
- MicroK. Руководство пользователя. Isothermal Technology Ltd., Великобритания. [www.microk.co.uk](http://www.microk.co.uk).
- White D. R. A Method for Calibrating Resistance Thermometry Bridges. [www.isotech.co.uk/files/product\\_file3-95.pdf](http://www.isotech.co.uk/files/product_file3-95.pdf).
- Witt T. J. Using the Allan variance and power spectral density to characterize DC nanovoltmeters. IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 50, p.445, 2001.