



氷点槽を使って -0.0025 ± 0.0005 を実現

0 温度校正システムの製作

田澤 勇夫

Isao Tazawa

温度の測定精度を確保する上で重要なことは、高い信頼性の温度センサと温度計測機器が必要なことは当然ですが、定期的に温度校正を行い、継続的に精度を確保することが重要です。一般的に温度校正は温度センサ・メーカーや温度計測機器メーカーに依頼しますが、その費用は安くなく、また、依頼期間も短くないため、頻繁に行うわけにはいきません。

温度精度を確保するには、まずは水の三重点装置(Appendix 参照)による 0 で校正を行う必要があります。しかしながら、水の三重点装置は高価な上、取扱いが簡単ではありません。

そこで、安価で取扱いが容易な氷点槽(Appendix 参照)を用いた高精度温度校正システム(写真 1)を構築することを提案いたします。現在では氷点は温度定点(Appendix 参照)から除外されたとはいえ、上手に使うことにより数 mK の温度精度を確保することは可能です。

トレーサビリティ

トレーサビリティ体系

温度計測機器の精度を長期間にわたって維持するためには、使用する温度計測機器を国家標準と間接的に比較することにより、国家標準と比較できる体系を構築することが必要です。これにより計測精度を確保することが可能になります。この体系をトレーサビリティ(traceability)体系と言います。この体系の例を図 1 に示します。

白金測温抵抗体を用いた温度計測機器のトレーサビリティを確立するには、温度の基礎標準と抵抗の基礎標準との関係を明確にする必要があります。温度の基礎標準とは水の三重点などの温度定点を言い、抵抗の基礎標準とは特定副標準抵抗器のことを言います。

標準白金測温抵抗体

大半の研究機関や製造現場で用いられている白金測温抵抗体は JIS C1604 で規定された特性を持ち、工業用白金測温抵抗体と言います。この抵抗体を用いたのでは温度計測精度に限界があります。

トレーサビリティを確立するには、国際温度目盛 ITS-90(参考資料 1 を参照)に基づいて開発・製造された標準白金測温抵抗体を用いる必要があります。この抵抗体の構造を図 2 に示します。



写真 1 氷点槽による温度校正システムの外観
 -0.0025 を ± 0.0005 の再現性で実現

標準抵抗器

一般の電子機器に用いられている抵抗器に比べ格段に性能が優れているものが標準抵抗器に求められます。特に、安定性が高く、温度係数が小さいことが求められます。

各種抵抗器の性能比較を表1に示します。また、温度係数の詳細を図3に示します。すなわち、安定性が高く、温度係数が小さくて標準抵抗器に向いているのは、金属箔と巻き線抵抗器と言えます。金属箔抵抗器の外観と構造を図4に、そして、巻き線抵抗器の外観と構造を図5に示します。

表1 抵抗器の性能比較

抵抗の種類	抵抗値	温度係数	ノイズ	安定性	用途
炭素皮膜	低～高	×	×	×	一般電子回路
炭素ソリッド	低～高	×	×	○	高信頼性回路
金属皮膜	低～高		○	○	一般アナログ回路
金属薄膜	低～高	○		○	高精度アナログ回路
金属箔	低～中				超高精度アナログ回路
金属酸化物皮膜	低～高				中電力回路
巻き線	低～中	○			高精度電力回路
セメント	低				一般電力回路
ホウロウ	低～中				大電力回路
金属板	超低～低		○	○	電流検出・制限回路

安定性

標準抵抗器には経時的に特性が安定していることが求められます。図5に示すように、抵抗器の製造から1年位は抵抗値が大きくドリフトしますので、注意が必要です。安定性が非常に高いと言われている金属箔抵抗器による標準抵抗器でも初期の経年変化は数ppm/年がありますので、エイジングには十分に注意を払う必要があります。

温度係数

例えば、室温 25 ± 5 の環境下で、100 の照合用標準抵抗器を1m の精度で管理したい場合、その抵抗器に求められる温度係数は1ppm/以下でなくてはなりません。

各種抵抗器の温度係数を図6に示します。すなわち、最も温度係数が小さい抵抗器は金属箔であり、1ppm/以下の温度係数も可能です。しかしながら、巻き線抵抗器の温度係数は数ppm～数十ppm/であり、また、通電による自己加熱の影響も考えられるため、抵抗器を温度制御された恒温オイル槽の中に入れて使用する必要があります。

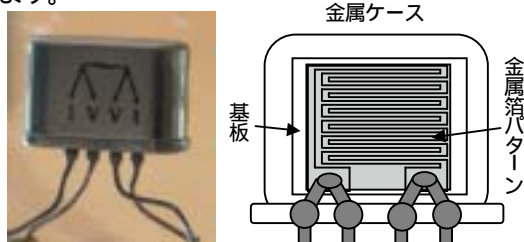


図4 金属箔標準抵抗器の外観と構造

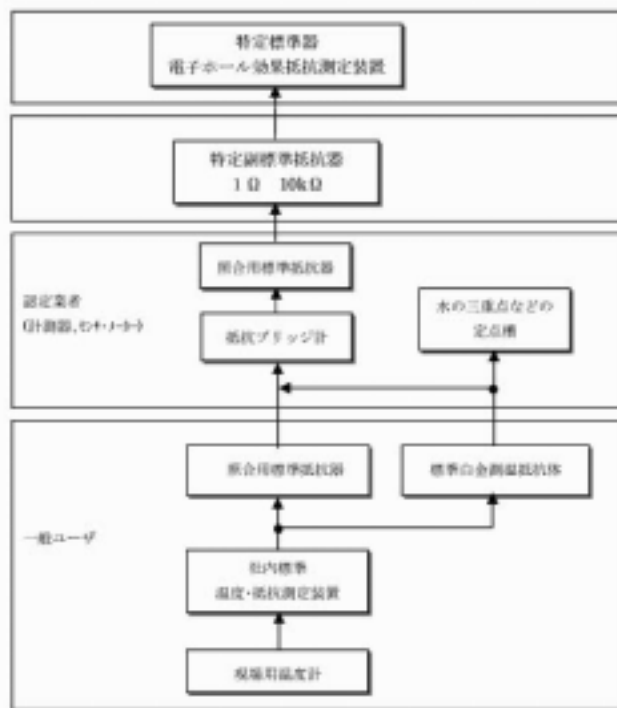


図1 温度・抵抗のトレーサビリティ体系の例

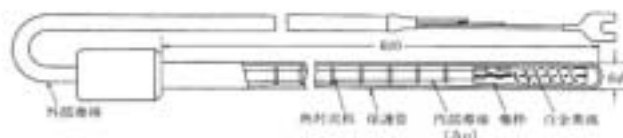


図2 標準白金測温抵抗体の構造

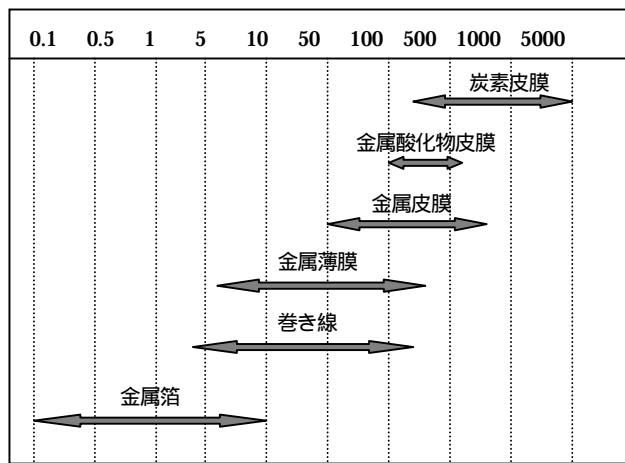


図3 抵抗器の温度係数(単位 ppm/)

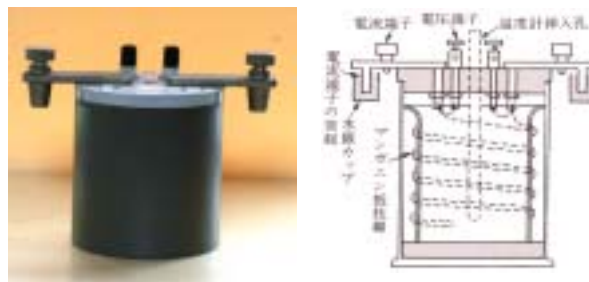


図5 巻き線標準抵抗器の外観と構造

ブリッジ計

トレーサビリティの確立のためには、白金測温抵抗体の抵抗値を正確に測定する必要があります。例えば、100 の抵抗値を 1m 以下の誤差で測定したい場合、数 ppm の精度が必要になります。しかし、電子回路設計者が抵抗測定において一般的に用いている DMM(Digital Multi Meter)では精度不足です。

このような用途においては、図6,7に示す交流ブリッジや電流比較ブリッジ計が必要になります。

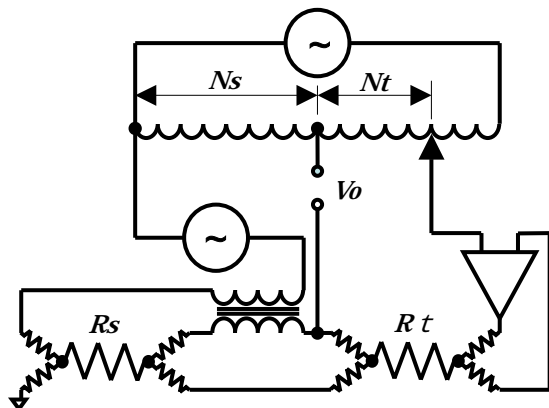


図6 交流(変成器)ブリッジ

$V_o=0$ になるように巻線数 N_t を調整すると
 $R_t = R_s \frac{N_t}{N_s}$ が成立。 R_s が標準抵抗

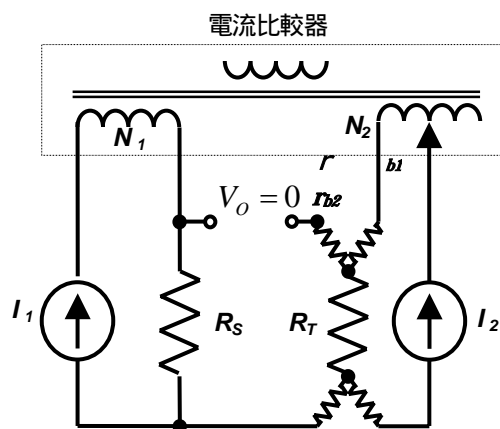


図7 電流比較ブリッジ

電流比較器の磁束が常に零になるように N_2 を自動制御することにより $I_1 N_1 = I_2 N_2$, $V_o=0$ では

$$R_t = R_s \frac{I_1}{I_2} = R_s \frac{N_2}{N_1}$$

水の三重点

トレーサビリティの確立のためには、水の三重点などの温度定点による定点校正を行う必要があります。

温度定点の中で水の三重点は最も高い精度を期待することができ、0 より少し高い温度 0.01 を ± 0.0002 の精度を実現することも可能です。水の三重点槽装置の構造を図8に示します。

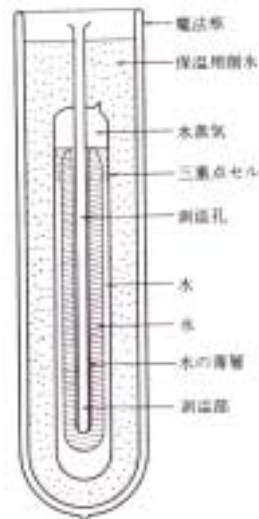


図8 水の三重点装置の構造

氷点槽の製作

氷点は国際温度目盛 IPTS-68(1968 年)では温度の 2 次基準点でありましたが、国際温度目盛 ITS-90(1990 年)においては定義定点から削除されました。しかし、安価で且つ、取扱いも容易なことから、工業用白金測温抵抗体等の実用温度計の校正に広く用いられています。図9に氷点槽の構造図を示します。魔法瓶(液体窒素用が良いでしょう)の中に氷と水が共存する状態を作り標準白金測温抵抗体を挿入します。

氷点槽の製作上で最も重要なことは、如何にして水と氷が共存する状態を作るかということです。このための注意点を次に示します。

- (1) 不純物ができる限り少ない精製水を用いる
- (2) 氷をできる限り均一に小さく砕く
- (3) 氷の補充と解け出した水の排水を適宜行う

(1)項について、不純物による凝固点降下(Appendix 参照)により氷点が下がり、不純物が多いと氷点が不安定になります。

(2)項について、氷をできる限り均一に小さく砕くには、業務用のかき氷機が最適ですが、写真2に示す家庭用かき氷器でも問題ありません。単に、氷に水を加えたのでは融解点(Appendix 参照)はできませんので、間違った方法になります。

(3)項について、砕いた氷はかさみますので、氷を適宜、追加する必要があります。その際、初めに解け出した水を排水した方が良いでしょう。この作業を2~3日、繰返して、温度が安定した点を見出して下さい。

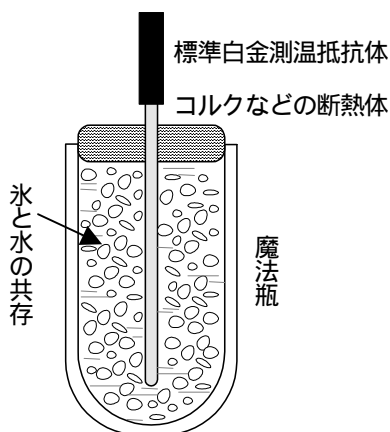


図9 氷点槽の構造



写真2 氷点槽製作に使用する家庭用かき氷機

温度・抵抗測定装置の高精度化

ブリッジ計に代わる抵抗測定装置として、高精度温度・抵抗測定装置 SP3000 の更なる高精度化のための改造を行います。

通常の空調された室内における SP3000 の抵抗測定精度は 1m 前後です。この精度は主に SP3000 の温度係数に起因しています。つまり、SP3000 の温度係数は $\pm 1 \sim 3\text{ppm/}$ であり、室温が $\pm 2 \sim 5$ 変化した場合、測定値が 1m 前後変動するからです。

今回、改造に使用する SP3000 の内臓標準抵抗を含むアナログ回路の周辺温度変化に対する抵抗測定値の実測データを図 10 に示します。环境温度-2.5 の変化に対して抵抗測定値が 0.65m 変化していますので、この SP3000 の温度係数は-2.6ppm/ となります。

この温度係数は標準抵抗を中心とするアナログ回路により生じていますので、標準抵抗を含むアナログ回路の周辺温度を安定化させることにより更なる高精度化を実現できると考えることができます。

そこで、今回は、図 11 で示すペルチェ・モジュールにより温度制御されたミニチュア恒温ボックスを製作し、その中に標準抵抗を含むアナログ回路を入れることにより、环境温度の安定化を図り、抵抗測定値を安定化します。

今回はペルチェ・モジュールに TEC1-07106 を用いました。この恒温ボックスのペルチェ電流とボックス内外の温度差の関係について、実測データを図 12 に示しま

す。ボックス内温度を 35 一定にし、恒温ボックス外部の温度が 15 から 35 に変化する場合、最大温度差は 20 になりますので、最大ペルチェ電流は 1A 程度になります。

アナログ回路のみで、温度測定、比例制御、定電流駆動を行える回路を図 13 に示します。アナログ回路での比例制御による恒温ボックス内臓タイプの超高精度温度測定装置 SP3000S 2 号機とマイコンによるデジタル比例制御を持つ SP3000S 1 号機を製作しましたが、簡単なアナログ比例制御でも十分な性能でした。

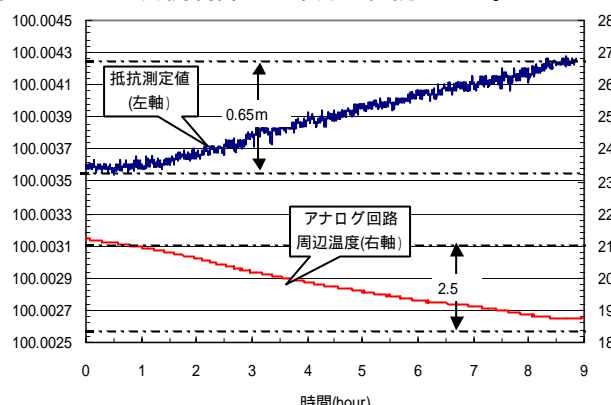


図 10 环境温度による高精度温度・抵抗測定装置 SP3000 指示値のドリフト

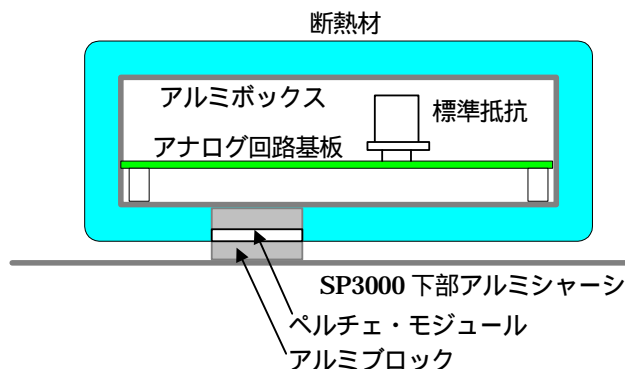


図 11 ペルチェによるアナログ回路の恒温ボックス化

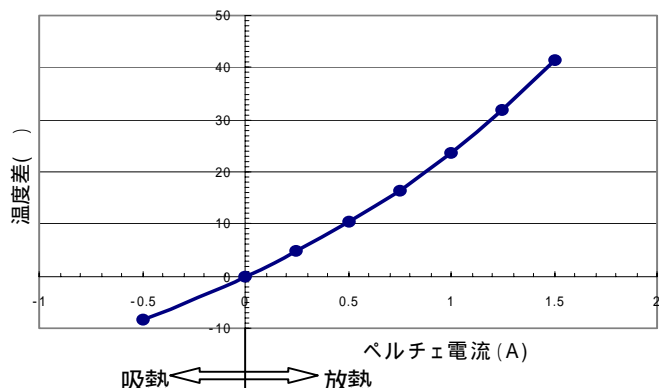


図 12 恒温ボックスのペルチェの冷却特性

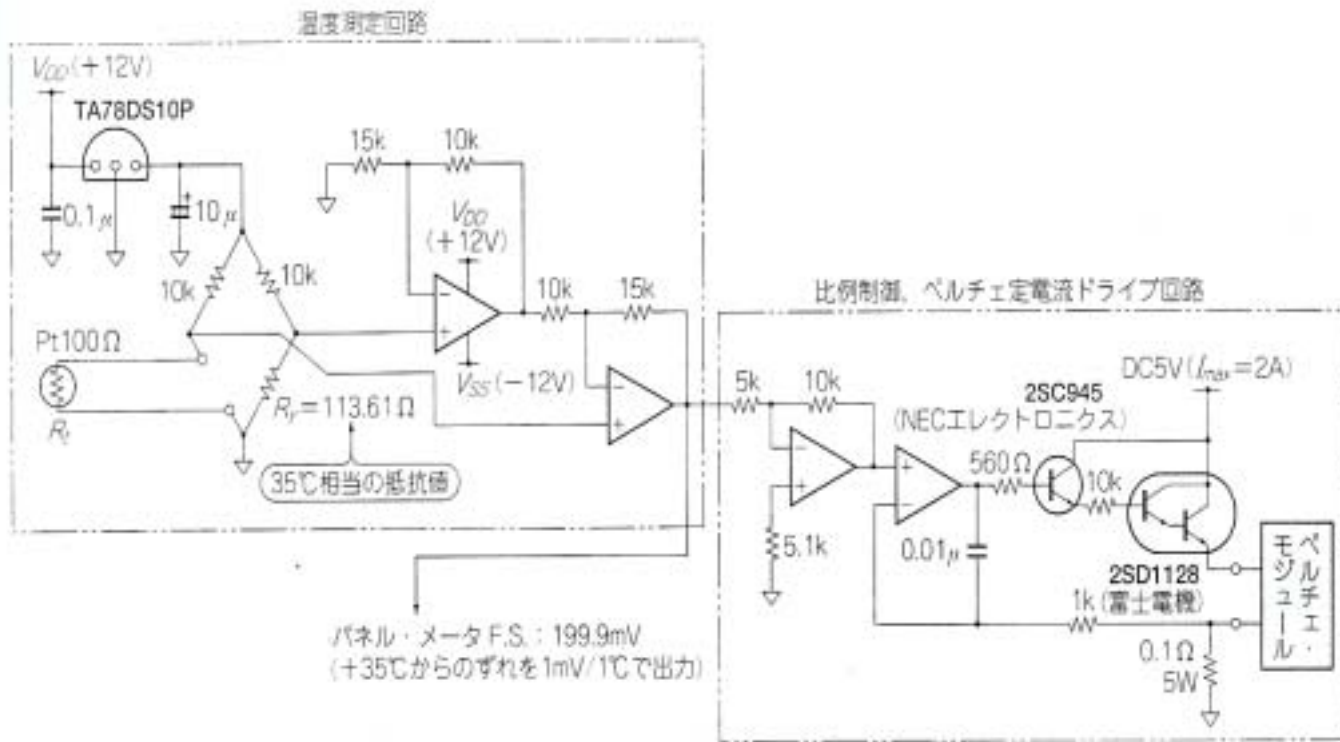


図 13 温度測定、比例制御、定電流駆動回路

評価試験結果

標準抵抗と氷点槽温度の測定

以上のように製作した氷点槽と標準白金測温抵抗体、そして超高精度温度(抵抗)測定装置 SP3000S からなるシステムに、標準抵抗 99.9997 を接続した場合の 12 時間連続測定データの図 14 に示します。すなわち、12 時間での抵抗測定値の変動幅が約 0.2m 位になっています。この値は温度値に換算すると約 0.0005 に相当します。

次に氷点槽の温度を測定した結果を図 15 に示します。すなわち、氷点槽の温度が -0.0025 ± 0.0005 の範囲に入っていることが分かります。(写真 3 を参照)

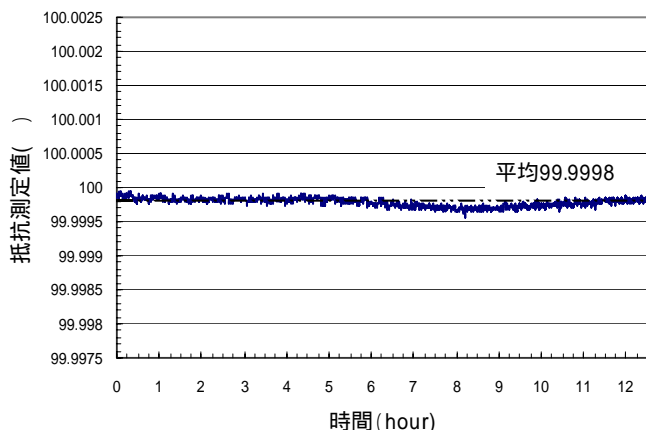


図 14 SP3000S による標準抵抗接続時の抵抗測定データ

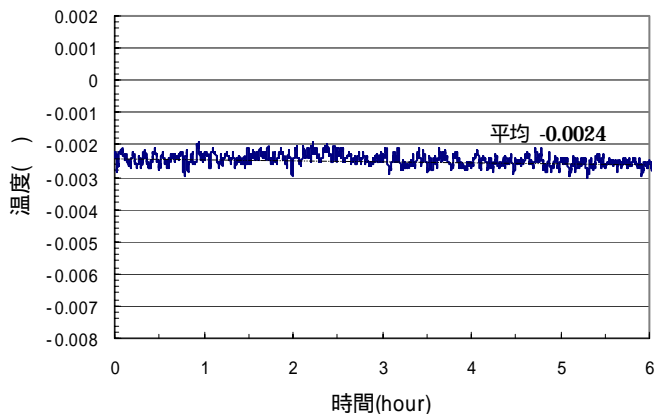


図 15 SP3000S による氷点槽の温度測定データ

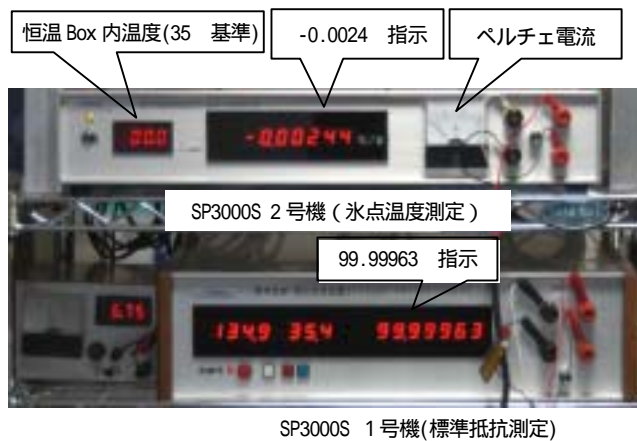


写真 3 温度測定の様子

氷点槽温度の垂直分布

氷点槽に挿入している標準測温抵抗体の位置を変えることにより、温度測定値がどのように変化するかを試験した結果を図 16 に示します。魔法瓶の底近くから約 20cm の間は温度測定値はほぼ一定です。それ以上に抵抗体の位置を上げていくと温度測定値が高くなりますが、この温度測定値の変化が氷点槽内の温度の変化と言うより、保護管の一部が氷点槽の外部に出ているためと推定することができます。

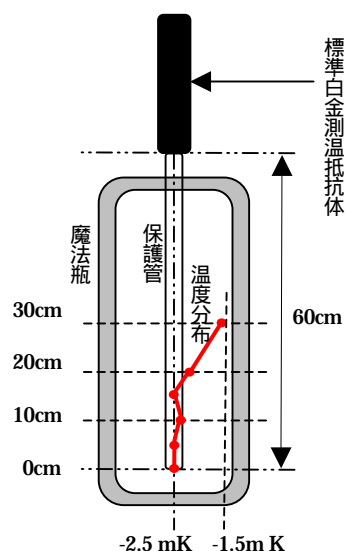


図 16 氷点槽の温度の垂直分布

氷点槽温度の長期再現性

以上のシステムにより、1 ヶ月に 1,2 回、氷点槽を製作し、1000 日以上期間にわたり氷点槽の温度を測定した結果を図 17 に示します。すなわち、氷点槽の温度は -0.0022 ± 0.0004 の範囲内にあります。

一般に氷点は気圧変動の影響を受けると言われていますが、(Appendix 参照)、この期間の測定の間、測定箇所をさいたま市(海拔 50m 以下)から那須(海拔 400m)に移したり、高気圧や低気圧の移動と関係なく測定していますので、このレベルの測定では気圧変動を気にしなくても良いと思います。

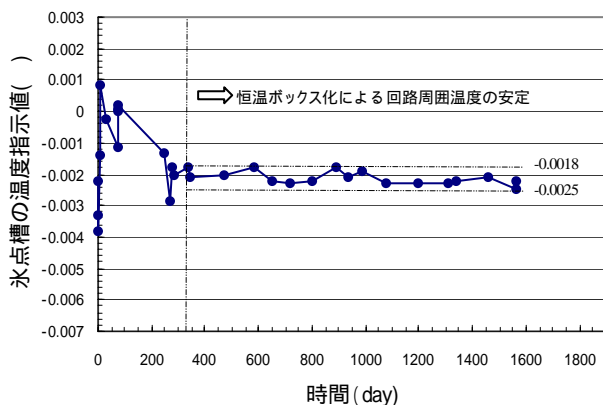


図 17 氷点槽温度の長期再現性

水の種類による氷点槽温度の変動

結論から言うと、気圧変動による影響に比べ水の選択は非常に重要であると考えます。那須塩原市水道水(那珂川源流部から取水)とさいたま市水道水(荒川本流から取水)を用いて製作した氷点槽の試験結果を図 18 と 19 に示します。すなわち、那須塩原市水道水による氷点槽温度は -0.00054 で、精製水に比べ $0.002 \sim 0.0025$ 低い値になっており、不純物による凝固点降下の影響が見られます。また、さいたま市水道水による氷点槽温度は更に低下しており、 $-0.0013 \sim -0.0017$ の間を変動しています。これは氷の解け方によって不純物濃度が変動しているためと推定することができます。

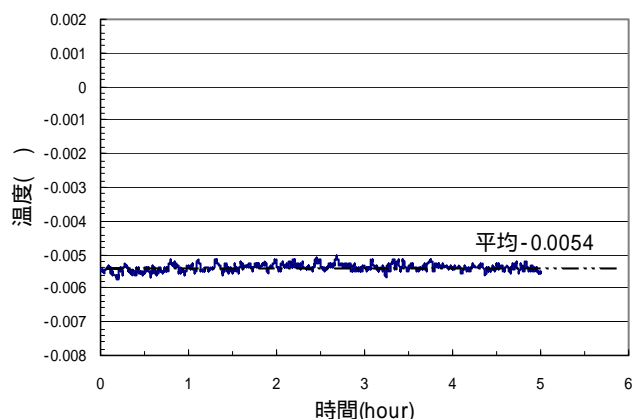


図 18 那須塩原市水道水による氷点槽の温度

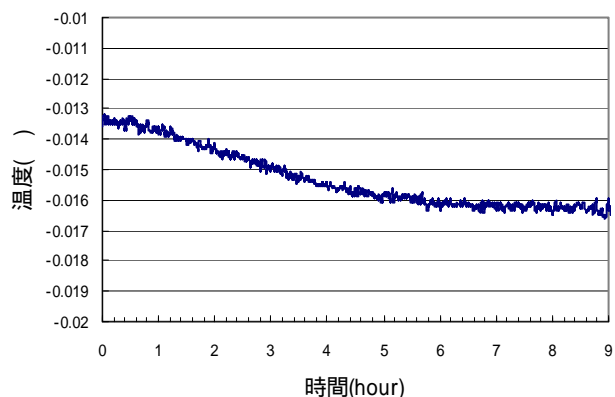


図 19 さいたま市水道水による氷点槽の温度

<参考文献>

- (1) 田澤勇夫；白金測温抵抗体と熱電対の正しい使いかた(前編)、2006 年 9 月号、トランジスタ技術、CQ 出版社
- (2) 田澤勇夫；白金測温抵抗体と熱電対の正しい使いかた(後編)、2006 年 10 月、トランジスタ技術、CQ 出版社
- (3) 田澤勇夫；ペルチェを使った範囲 ± 50 誤差 0.01 以内の恒温槽の製作(設計編)、2007 年 3 月号、CQ 出版社
- (4) 田澤勇夫；ペルチェを使った範囲 ± 50 誤差 0.01 以内の恒温槽の製作(製作編)、2007 年 5 月号、CQ 出版社