

ПРИМЕНЕНИЕ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ДАТЧИКОВ Pt1000 С420 В СВЕРХПРОВОДЯЩИХ УСТАНОВКАХ И ДРУГИХ ПРИЛОЖЕНИЯХ

В. М. Микляев^а, Ю. П. Филиппов^{а,1}, А. Ю. Филиппов^б

^а Объединенный институт ядерных исследований, Дубна

^б Национальный исследовательский университет «МЭИ», Москва

На основе многолетних экспериментальных исследований большой партии датчиков, вероятно, впервые представлена информация о реальных характеристиках тонкопленочных платиновых температурных датчиков номиналом 1000 Ом в широком диапазоне температур (от 3,8 до 370 К): зависимость сопротивления от температуры, чувствительность, кратковременная и долговременная стабильность, реакция на термоциклирование в диапазоне от 293 до 77,3 К, термическое сопротивление в жидком азоте и гелии, точность измерений и интерполяционные полиномы, а также радиационная стойкость при гамма-облучении. Проведено сравнение полученных калибровочных данных со стандартом DIN EN 60751 и эквивалентными данными для датчика из чистой платины. Показано, что относительно декларируемых характеристик исследуемый тип датчика существенно недооценен производителем: при криогенных температурах точность его измерений улучшается с понижением температуры, а не ухудшается, как отмечено в публикациях по данной теме. Рассмотрены способы повышения класса точности датчиков. Также представлена информация о практическом применении этих датчиков в рамках сверхпроводящего ускорительного проекта XFEL (Гамбург) и в других областях.

On the basis of long-term experimental studies of a large batch of sensors, information on the real characteristics of thin-film platinum temperature sensors with a nominal value of 1000 Ω is probably presented for the first time in a wide temperature range from 3.8 to 370 K: the dependence of resistance on temperature, sensitivity, short-term and long-term stability, reaction to thermal cycling in the range from 293 to 77.3 K, thermal resistance in liquid nitrogen and helium, measurement accuracy and interpolation polynomials, as well as radiation resistance. A comparison of the obtained calibration data with DIN EN 60751 standard and equivalent data for the pure platinum sensor was performed. It is shown that with respect to the declared characteristics the investigated sensor type is significantly underestimated by the manufacturer: at cryogenic temperatures, its measurement accuracy improves with decreasing temperature and does not deteriorate, as noted in the literature. Ways to improve the accuracy class of sensors are considered. Information is also provided on the practical application of these temperature sensors in the framework of the superconducting accelerator project XFEL (Hamburg) and other fields of activity.

PACS: 07.20.Mc; 29.20-c

¹E-mail: fyp@dubna.ru

ВВЕДЕНИЕ

Тонкопленочный датчик температуры Pt1000 С420 представляет собой миниатюрный параллелепипед размерами $3,9 \times 1,9 \times 1,0$ мм с двумя токовыми выводами из AgPd-проволоки диаметром 0,25 мм и длиной 15 мм [1]. Производителем он отнесен к классу В, предполагающему следующие точности измерений температур ΔT в соответствии с соотношением, которое рекомендовано для него стандартом DIN EN 60751 [1]:

$$\Delta T [^{\circ}\text{C}, \text{K}] = \pm (0,3 + 0,005 |t|), \quad (1)$$

т. е. $\Delta T = \pm 1,3$ К при $t = -200^{\circ}\text{C}$ (73,15 К), $\Delta T = \pm 0,3$ К при $t = 0^{\circ}\text{C}$ (273,15 К) и $\Delta T = \pm 0,8$ К при $t = 100^{\circ}\text{C}$ (373,15 К). Максимальный дрейф сопротивления $R_0(0^{\circ}\text{C}) = 1000$ Ом не превышает 0,03% после 1000 ч при температуре 150°C (423,15 К). Электрическое сопротивление изоляции — более 100 МОм при 20°C [1]. Одной из наших задач в рамках сверхпроводящего ускорительного проекта XFEL [2] являлся подбор датчиков температур для системы экранирования резонаторов, работающих в условиях гамма-облучения в диапазоне от 40 до 300 К с пределом допускаемой погрешности измерения $\Delta T_{\text{max}} \leq \pm 1,0$ К во всем диапазоне с определением зависимости $T(R)$, а не $R(T)$ посредством единого универсального полинома. Очевидно, что декларированные погрешности измерений датчика Pt1000 С420 (1) не удовлетворяют этим требованиям. Кроме того, предварительные измерения в жидком азоте при атмосферном давлении ($T_s \approx 77,3$ К) показали, что усредненное сопротивление для одной из партий этих датчиков $R(77,3 \text{ К}) \approx 198$ Ом, что более чем на 5 Ом отличается от значения, соответствующего стандарту DIN EN 60751: $\sim 203,2$ Ом. При декларированной чувствительности $dR/dT \approx 4,3$ Ом/К такое отклонение сопротивления соответствует неудовлетворительному для решаемой задачи температурному смещению $\delta T \approx 1,2$ К. Следует также отметить, что стандарт DIN EN 60751 ограничен величиной $T = 73,15$ К (-200°C), а соответствующая экстраполяция до значений 40 К представляется довольно сомнительной процедурой. К тому же датчики предполагалось использовать и для определения теплопритоков к элементам криостатов для сверхпроводящих резонаторов по разности температур, в связи с чем возникает необходимость оценки неопределенности сопротивлений и соответствующих температурных отклонений датчиков при $T < 77,3$ К, чего в доступных изданиях найти не удалось. Полученная информация может быть полезна для создания других криогенных систем, например, сооружаемого сверхпроводящего коллайдера NICA [3]. Кроме того, такие датчики могли бы использоваться в системах диагностики высокочастотных датчиков паросодержания и двухфазных расходомеров водорода и сжиженного природного газа, созданных на их основе [4], где Т-датчики применяются для определения температуры потока, от которой зависят диэлектрические свойства криоагентов и, в конечном итоге, погрешности определения паросодержания и расхода, что должно быть минимизировано. Практический интерес представляет также оценка возможностей применения датчиков Pt1000 С420 при гелиевых температурах ($T \approx 4$ К) хотя бы в качестве недорогих индикаторов. Кроме того, декларированная погрешность измерения $\Delta T = \pm 0,8$ К при $t = 100^{\circ}\text{C}$ (373,15 К) представляется хотя и гарантированной, но завышенной, что затрудняет возможное применение этих датчиков в других областях, в частности в нефтегазовой отрасли при создании бессепарационных трехфазных расходомеров «нефть – газ – пластовая вода» [4]. В доступных изданиях не

удалось найти данных о долговременной стабильности, радиационной стойкости и термическом сопротивлении рассматриваемого типа датчика в жидком азоте и гелии.

В связи с изложенным целью данной статьи является восполнение отмеченных выше пробелов на основе детального исследования характеристик датчиков Pt1000 С420 в области криогенных температур, а также возможное повышение их класса точности по сравнению с декларированными характеристиками вплоть до температур кипения воды при атмосферном давлении.

МЕТОДЫ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Методика экспериментов была следующей. Для предварительной оценки качества температурных датчиков, предназначенных для работы при криогенных температурах, две партии (из 100 и 20 шт.) были подвергнуты многократному термоциклированию между комнатной температурой (~ 293 К) и температурой кипения жидкого азота при атмосферном давлении ($\sim 77,3$ К) с целью проанализировать разницу между последним (n) и первым измерениями в жидком азоте: $\delta R_{tc}(77,3 \text{ К}) = R_n - R_1$. Следующий шаг — отбор датчиков по величинам $\delta R_{tc}(77,3 \text{ К})$, их калибровка в диапазоне 4–303 К с помощью сертифицированной системы АК-30 [5] и оценка на этой основе предельных допустимых погрешностей измерений ΔT , которые складываются из неопределенностей в точках калибровки, неопределенностей, вызванных нестабильностью сопротивлений датчиков Pt1000, и неопределенностей, обусловленных отклонением выбранного аппроксимирующего полинома от точек калибровки. Для оценки кратковременной стабильности была выполнена повторная калибровка некоторых датчиков через полгода. Эти же датчики использовались в дальнейшем для определения долговременной стабильности в течение 8 лет при комнатной температуре, в жидком азоте и жидком гелии при атмосферном давлении.

Для калибровки резистивных датчиков температуры использовался специальный калибратор АК-6.30 [5], разработанный и изготовленный совместно с Отделением криометрологии ВНИИФТРИ — одним из соразработчиков Международной температурной шкалы 1990 г. (МТШ-90). Мини-криостат калибратора имеет наружный диаметр 56 мм, а его длина составляет около 1 м. С его помощью можно калибровать одновременно 17 резистивных датчиков температуры. Он охлаждается до температуры 4,2 К и ниже потоком гелия, проходящим через капиллярную трубку в днище и вентиль на крышке мини-криостата, который соединен с вакуумным насосом. С помощью теплопроводной пасты КПП-8 калибруемые датчики вставляются в медный блок сравнения, который легко извлекается из теплового экрана и вакуумной полости мини-криостата. Заданная температура измеряется эталонным родий-железным термометром сопротивления RIRT-1 производства ВНИИФТРИ, калиброванным с точностью ± 1 мК во всем диапазоне температур: от 1 до 300 К. Его сопротивление составляет 100 Ом при 273,15 К. В соответствии с паспортом производителя конструкция блока сравнения и электроника позволяют обеспечить неопределенности в точках калибровки от ± 2 до ± 3 мК в диапазоне от 1,5 до 300 К. Подробности можно найти в описании аналогичного 9-канального калибратора [6]. Для повышения производительности калибратор оснащен дополнительным блоком сравнения. Все измерения, функции управления и обработка полученных данных выполняются посредством

системы АК-6 и программного обеспечения, совместимого с ПК IBM. Погрешность измерения напряжения постоянного тока вследствие нелинейности составляет менее 0,002 %, а относительная погрешность измерения $\Delta R/R$ — менее 0,01 %. Общая точность измерения постоянного напряжения в диапазоне ± 10 мВ равна $\sim \pm 0,1$ мкВ и определяется в основном случайной ошибкой из-за шума [6]. Время измерения с изменением полярности источника постоянного тока не превышает 80 мс. Калибровки соответствуют МТШ-90. В свою очередь, упомянутый выше мини-криостат вставляется в обычный криостат с внутренним диаметром 250 мм, куда подается жидкий гелий [5].

Во время измерений после калибровки датчиков применялся температурный монитор собственного производства [7]. Он представляет собой плату электроники в пластиковом корпусе размерами $172 \times 76 \times 24$ мм и массой около 0,2 кг, подключенную к СОМ-порту ноутбука (рис. 1). Для определения сопротивления датчика температуры использован четырехпроводной метод измерения относительно образцового резистора. Во избежание влияния паразитных напряжений измерения проводятся так же, как в калибраторе, с источником постоянного тока переменной полярности. Для проверки точности измерений время от времени к монитору подключалась сертифицированная прецизионная мера сопротивления МС3006 0,001%-й точности вместо измеряемого резистора R_m . Пятнадцать измеряемых резистивных датчиков (или только один датчик) можно присоединить к Т-монитору через стандартный кабельный разъем. Эти датчики соединены последовательно. Электронная плата монитора включает в себя, в частности, источник постоянного тока с реверсивной полярностью, мультиплексоры, эталонные резисторы 0,005%-й точности с учетом их температурной зависимости и 24-битный интегрирующий АЦП. Блок монитора снабжен датчиком температуры, показания которого позволяют корректировать значения эталонных резисторов в зависимости от температуры. Величину измерительного тока можно регулировать от 0,5 мкА до 5 мА. Используемый вариант снабжен эталонными резисторами 100 Ом и 1 кОм, позволяющими измерять сигналы датчиков, сопротивление которых может быть от ~ 10 Ом до ~ 20 кОм. Относительная точность измерения сопротивлений $\Delta R/R < 0,01$ %.

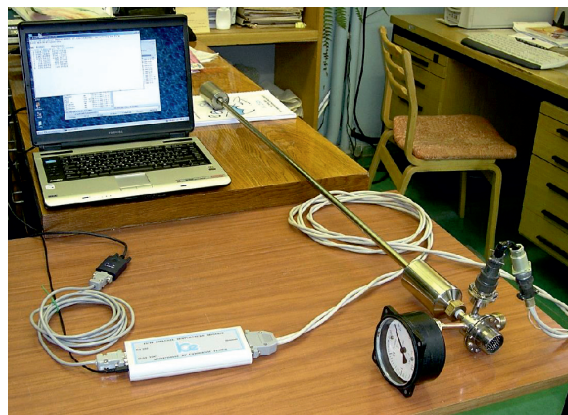


Рис. 1. Температурный монитор, подключенный к ноутбуку, и экспериментальный штوك для измерения показаний резистивных температурных датчиков в жидком гелии

Программное обеспечение температурного монитора позволяет находить средние значения сопротивлений (R -режим) и средние значения температур $T(R)$ при повторяющихся многократных измерениях, регистрировать динамические процессы $T(R, t)$ с графическим отображением на экране, где t — время, сравнивать измеренные величины с реперным значением R_r или T_r , производить запись результатов в файл. При необходимости можно рассчитывать требуемые температуры насыщения $T_s = T_r$ для гелия, водорода и азота по показаниям образцового барометра. Программное обеспечение позволяет также вводить в память ноутбука необходимые для расчета коэффициенты для нескольких полиномов типа $T = f(R)$ в текстовом виде.

В ходе испытаний исследуемые температурные датчики располагались в 15-канальной сборке, снабженной тепловым якорем из манганинового провода диаметром 0,15 мм во избежание нагрева из-за теплопритока через провода. Для расширения диапазона применения датчиков Pt1000 часть их была откалибрована и проверена при температуре около 370 К. Калибровка и проверочные измерения при комнатной температуре T_r и выше проводились в термосе с вакуумной теплоизоляцией. Во время измерений при T_r термос наполнялся вакуумным маслом, которое обеспечивает хороший термический контакт и электрическую изоляцию, а также значительно снижает конвекцию во внутреннем объеме из-за сравнительно высокой вязкости. Для повышения точности во всех случаях использовались усредненные значения сопротивлений при десятикратном повторении постоянной измеряемой величины. В качестве эталона во время проверки датчиков при T_r , а также при калибровке с максимальной температурой использовался проволочный платиновый датчик PRT-7 производства ВНИИФТРИ номиналом 100 Ом при 273,15 К с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,01$ К.

Остановимся теперь на результатах и их обсуждении, начиная с термоциклирования исследуемых датчиков.

ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЕ В ЖИДКОМ АЗОТЕ

Прежде чем сопоставлять реальные и декларируемые характеристики датчиков Pt1000 С420 для нужд криогеники, были проведены традиционные испытания довольно большой партии (из 120 шт.) по их многократному термоциклированию между комнатной температурой и температурой насыщения жидкого азота при атмосферном давлении $T_s \approx 77,3$ К. При этом датчики погружались в сосуд Дьюара на постоянную глубину, что обеспечивало постоянство T_s при измерениях. По сопротивлению $R(77,3$ К) эти датчики целесообразно разделить на две группы: 20 шт. с $R(77,3$ К) $\approx (200,00 \pm 0,45)$ Ом и 100 шт. с $R(77,3$ К) $\approx (198,00 \pm 0,35)$ Ом. При чувствительности $dR/dT(77,3$ К) $\approx 4,3$ Ом/К такое отличие сопротивлений соответствует разнице температур примерно 0,5 К, что может объясняться разной степенью чистоты чувствительных тонкопленочных элементов. В свою очередь, полученные результаты испытаний целесообразно разделить на две группы: предварительное термоциклирование и термоциклирование после калибровок. Особенность предварительного термоциклирования состоит в том, что существенное изменение сопротивления наблюдалось только между вторым и первым измерениями $\delta R_{tc}(77,3$ К) = $R_2 - R_1$, которые могут различаться как между группами с разными преобладающими сопро-

тивлениями $R(77,3 \text{ К}) \approx 200 \text{ Ом}$ и $R(77,3 \text{ К}) \approx 198 \text{ Ом}$, так и внутри этих групп. Например, в группе с $R(77,3 \text{ К}) \approx 200 \text{ Ом}$ половина датчиков (10 шт.) показали отклонения $\delta R_{tc}(77,3 \text{ К})$ от 0,6 (эквивалентно 0,14 К) до $-0,4 \text{ Ом}$, а оставшиеся 10 шт. — от 0,3 до $-0,2 \text{ Ом}$. В другой группе, где $R(77,3 \text{ К}) \approx 198 \text{ Ом}$, отклонения были заметно меньше: от 0,3 до $-0,4 \text{ Ом}$ для $\sim 10\%$ датчиков, до 0,2 Ом для $\sim 8\%$ датчиков и в диапазоне $\delta R_{tc}(77,3 \text{ К}) \approx \pm 0,1 \text{ Ом}$ для большинства из $\sim 82\%$ датчиков. Дальнейшее термоциклирование практически не влияло на показания датчиков обеих групп при пяти- и десятикратном повторениях: максимальные значения $\delta R_{tc}(77,3 \text{ К}) = R_{10} - R_1$ не превышали $\pm 0,03 \text{ Ом}$, что эквивалентно $\pm 0,007 \text{ К}$. Таким образом, происходит своеобразная низкотемпературная «закалка» температурного датчика при резком понижении температуры на $\sim 220 \text{ К}$ со стабилизацией его сопротивления. Проведение сравнительно точных измерений в области криогенных температур требует с некоторой гарантией, по крайней мере, трехкратного предварительного термоциклирования рассматриваемых датчиков.

Что касается термоциклирования датчиков обеих контрольных групп (по 7 шт. в каждой) после калибровки, то результаты получились следующими. Величины $\delta R_{tc}(77,3 \text{ К}) = R_2 - R_1$ были всегда отрицательными и не превышали значения $-0,02 \text{ Ом}$ или $-0,01\%$ (эквивалентно $-0,005 \text{ К}$). Следующие циклы вплоть до 10 не приводили к сколько-нибудь заметным отклонениям, которые не превышали величин $\pm 0,02 \text{ Ом}$ или иногда были меньше. В сборке для испытания датчиков на 15-й позиции для сравнения устанавливался проволочный аналог PRT-7 из чистой платины производства ВНИИФТРИ. Его показания при термоциклировании были практически одинаковы. Поведение датчиков при температуре окружающей среды после термоциклирования представлено в разд. «Экспериментальная проверка».

ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ КАЛИБРОВКИ В ДИАПАЗОНЕ ОТ 3,8 ДО 303 К

Для определения реальных характеристик рассматриваемых датчиков необходимо оценить отмеченные выше неопределенности, из которых складывается предельная допустимая погрешность измерения ΔT . Неопределенности, вызванные нестабильностью резистора Pt1000, и неопределенности, обусловленные отклонением выбранного аппроксимирующего полинома от точек калибровки, можно оценить по результатам калибровок при снижении и повышении заданных температур в калибраторе. Калибровки обеих партий датчиков по 10 шт. в каждой с $R(77,3 \text{ К}) \approx 200 \text{ Ом}$ и $R(77,3 \text{ К}) \approx 198 \text{ Ом}$ проводились в соответствии с нашей традиционной методикой для криогенных датчиков температуры в 33 точках в диапазоне от 3,8 до 303 К [5].

В качестве примера калибровочная кривая для одного из датчиков с $R(77,3 \text{ К}) \approx 198 \text{ Ом}$ в области криогенных температур приведена на рис. 2. Здесь же для сравнения показаны пересчитанные зависимости $R(T)$ в соответствии со стандартом DIN EN 60751, а также эквивалентные данные для датчика с $R(273,15 \text{ К}) = 1000 \text{ Ом}$, если бы он был сделан из проволоки из чистой платины с термическим коэффициентом $\alpha = 0,003926 \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ [8]. Из рис. 2 видно, что в диапазоне $73,15 \text{ К} (-200^\circ\text{C}) < T < 100 \text{ К}$ DIN-кривая и зависимость для чистой платины (Pt-pure) занимают крайние позиции, а калибровка для Pt1000 C420 — промежуточное положение. При сопро-

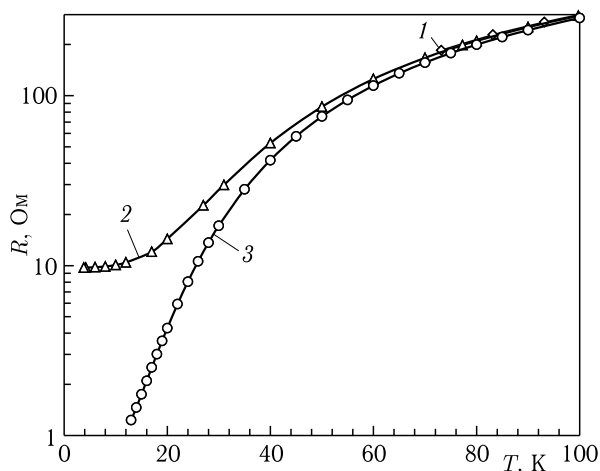


Рис. 2. Зависимости сопротивления R от температуры T : 1 — DIN EN 60751; 2 — Pt1000 C420, HST, Germany, $R(77,3 \text{ K}) = 198,24 \text{ Ом}$, $T_{\min} = 3,8 \text{ K}$; 3 — чистая платина (Pt-pure)

тивлении $R = 185,2 \text{ Ом}$, соответствующем $T = 73,15 \text{ K}$ по DIN EN 60751, датчик Pt1000 C420 показывал бы $\sim 74,3 \text{ K}$, т.е. больше чем на 1 K, а при калибровке для чистой платины более чем на 2 K меньше $-76,7 \text{ K}$. С понижением температуры расхождения растут, и, например, при сопротивлении $R = 40 \text{ Ом}$, соответствующем $T \approx 39,4 \text{ K}$ по кривой для чистой платины, датчик Pt1000 C420 показывал бы почти на 4 K меньше: $\sim 35,6 \text{ K}$. При $R = 1000 \text{ Ом}$ значения температур для трех сравниваемых калибровочных кривых отличаются от $T = 273,15 \text{ K}$ примерно на 0,2 K, а при $R = 1108 \text{ Ом}$ отклоняются от $T \approx 300,4 \text{ K}$ по кривой для чистой платины не более чем на $\pm 0,3 \text{ K}$.

Типичная чувствительность для Pt1000 C420 в зависимости от температуры представлена на рис. 3. Здесь же показана зависимость чувствительности от температуры

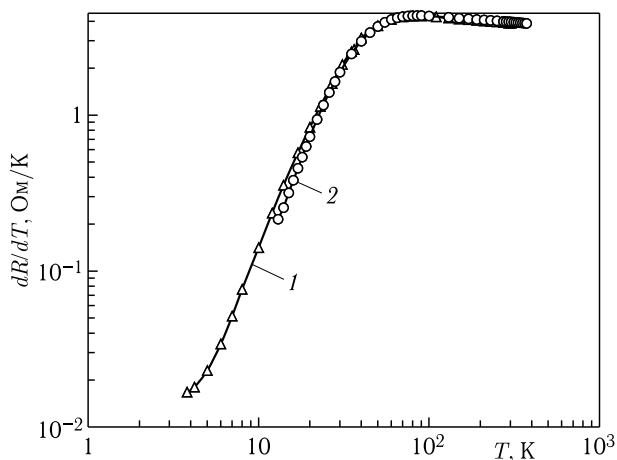


Рис. 3. Зависимости чувствительности dR/dT термодатчиков от температуры T : 1 — Pt1000 C420; 2 — чистая платина (Pt-pure)

для так называемой чистой платины (Pt-pure) того же номинала 1000 Ом. Сравнение показывает, что в диапазоне от 300 до ~ 50 К чувствительности рассматриваемого датчика и гипотетического аналога из чистой платины практически одинаковы: они растут от 3,886 Ом/К (3,96 Ом/К для чистой платины) при $T = 293$ К до максимального значения $\sim 4,31$ Ом/К (80 К), снижаясь затем до $\sim 3,6$ Ом/К (50 К). Однако при $T = 20$ К отношение производных составляет 1,14, а при $T = 15$ К — увеличивается уже до $\sim 1,3$. Это вызвано более высокими значениями сопротивлений Pt1000 C420: например, при $T = 20$ К отношение сравниваемых сопротивлений составляет около 4, что, вероятно, обусловлено не только особенностями тонкопленочной технологии, но и влиянием возможных примесей на механизм проводимости, а чувствительность Pt1000 C420 равна $\sim 0,83$ Ом/К (20 К). При гелиевых температурах чувствительность падает до сравнительно низкого значения $\sim 0,017$ Ом/К (4 К) при $R(4\text{ К}) \approx 10$ Ом, однако эти значения представляются вполне приемлемыми для оценки возможностей Pt1000 C420 в качестве температурного индикатора в этом диапазоне. Датчик из чистой платины мог бы иметь сопротивление около 0,4 Ом (4 К) при $dR/dT \approx 0,0139$ Ом/К [8], что существенно усложняет измерения при этих параметрах [8].

Для предварительного анализа данных $R(T)$ разных датчиков можно воспользоваться традиционным подходом — через отношение сопротивлений $W = R(T)/R_0$, где $R_0 = R(273,15\text{ К})$. Такие данные в диапазоне 20–303 К представлены в табл. 1, из которой видно, что при температуре $T_c = 303$ К расхождение между величинами $\Delta W = W_{\text{DIN}} - W_{\text{min}}$ относительно мало, что соответствует $\sim 0,16$ К, однако уже при $T_c = 110$ К отклонения ΔW могут приводить к заметно большим эквивалентным расхождениям температур: около 0,5 К ≈ 2 Ом/4,26 Ом/К. При $T_c \leq 40$ К различия между показаниями разных тонкопленочных датчиков начинают превышать величины $\sim 0,3$ К, достигая ~ 1 К при $T_c = 20$ К. То есть чем ниже T_c , тем ярче проявляются индивидуальные особенности датчиков. Это может быть объяснено получением чувствительных пленок путем осаждения легированной платины [9], и можно предположить, что при этом в чувствительном элементе есть примеси и связанные с ними дефекты. При достаточно низкой температуре, когда фонное рассеяние становится очень малым, этот фактор начинает доминировать в рассеянии и сопротивление перестает уменьшаться с падением температуры, причем для разных датчиков наличие примесей может быть неодинаковым, что и выражается в индивидуальных особенностях. Приведенные расхождения довольно заметны, и для обеспечения лучшей точности измерений требуются индивидуальные калибровки датчиков.

В соответствии с техническими требованиями задача состояла в том, чтобы представить калибровочную зависимость в виде $T = f(R)$, а не $R = f(T)$. Подоб-

Таблица 1. Зависимости $W = R(T)/R_0$ от температуры в точках калибровки T_c для 200-Ом датчиков

W	$T_c, \text{ К}$							
	303	273,15	110	77,3	60	40	31	20
W_{max}	1,11587	1,000	0,34096	0,20089	0,12815	0,05567	0,03292	0,01726
W_{min}	1,11548	1,000	0,34016	0,20003	0,12727	0,05476	0,32030	0,01642
W_{DIN}	1,11613	1,000	0,34222	0,20315	—	—	—	—

ную зависимость для платиновых термодатчиков с термическим коэффициентом $\alpha = 0,00385^\circ\text{C}^{-1}$, но лишь в диапазоне $-200 \leq t \leq 0^\circ\text{C}$, рекомендует ГОСТ 6651-2009:

$$t [^\circ\text{C}] = \Sigma D_i (W - 1)^i, \quad (2)$$

где $i = 1, 2, 3, 4$; $D_1 = 255,819$; $D_2 = 9,1455$; $D_3 = -2,192363$; $D_4 = 1,7909$. Однако расчеты по этой зависимости приводят к неприемлемым расхождениям с экспериментальными данными, что особенно существенно сказывается с понижением температуры (около 0,5 К при температуре 77,3 К и более 2 К при 40 К). В связи с этим представляется целесообразным использовать собственные наработки по аппроксимации подобных данных для криогенных датчиков температуры [5, 11]. Анализ результатов индивидуальных калибровок показал, что для аппроксимации полученных данных заданного типа $T(R)$ в диапазоне 3,8–303 К лучше всего подходит следующий полином:

$$T = \exp \left[\Sigma A_i \left(\ln \frac{R}{B} \right)^i \right], \quad (3)$$

где T [К], R [Ом], $B = 500-600$, i — целое число от 0 до 11. Такой же полином использовался для другой разновидности применяемых в проекте XFEL температурных датчиков с отрицательным температурным коэффициентом на базе резисторов ТВО в диапазоне от 1,6 до 300 К [11], которые используются в системе криостатирования сверхпроводящих резонаторов. Сравнительно небольшие отклонения δT_p этого полинома от точек калибровки будут обсуждаться ниже. Полином (3) был также использован для аппроксимации данных стандарта DIN EN 60751 [1] в диапазоне от 73 до 373 К. При коэффициенте $B = 1$ и числах $i = 0-6$ максимальные отклонения δT_p расчетов от табличных значений не превышают 0,012 К. Остальные коэффициенты следующие:

$$\begin{aligned} A_0 &= 5,4119737206\text{E}+01, & A_1 &= -4,9852782969\text{E}+01, \\ A_2 &= 2,0519244852\text{E}+01, & A_3 &= -4,5244011796\text{E}+00, \\ A_4 &= 5,6484275807\text{E}-01, & A_5 &= -3,7536082616\text{E}-02, \\ A_6 &= 1,0340489445\text{E}-03. \end{aligned}$$

Следует отметить, что форма кривой $2 R(T)$ на рис. 2 с характерной точкой перегиба и довольно широкий температурный диапазон не позволили использовать и известный полином Каллендара–Ван Дюзена [10], приведенный ниже, который также не подходит для Pt1000 С420 во всем исследованном диапазоне температур. Кроме того, эта неявная зависимость не всегда удобна для практики, так как требует итераций для нахождения температуры по измеренному значению R и перевода полученного значения в кельвины в системе СИ, применяемой в криогенике, а также второго соотношения для диапазона $t > 0^\circ\text{C}$:

$$R(t [^\circ\text{C}]) = R_0 [1 + at + bt^2 + c(t - 100)t^3] \text{ при } -200 < t < 0^\circ\text{C}, \quad (4)$$

где a , b и c — коэффициенты, $R_0 = R(0^\circ\text{C})$.

Как отмечалось, результаты индивидуальных калибровок использовались в дальнейшем для оценок неопределенностей показаний рассматриваемых датчиков, обусловленных нестабильностью сопротивления и отклонением точек калибровки от расчетов по аппроксимирующему полиному. Разница между эквивалентными температурами при снижении и повышении заданных в калибраторе температур δT_{ins} представлена в табл. 2 и 3 для датчиков из двух групп по 10 шт. в каждой с преобладающими сопротивлениями $R(77,3 \text{ K}) \approx 200 \text{ Ом}$ и $R(77,3 \text{ K}) \approx 198 \text{ Ом}$ соответственно. Величины δT_{ins} определялись как $\delta T_{\text{ins}} = (R_{\text{up}} - R_{\text{down}})/(dR/dT)_T$, где R_{up} и R_{down} — сопротивления при повышении и понижении температур соответственно, а $(dR/dT)_T$ — чувствительность при заданной температуре. Из табл. 2 видно, что абсолютные неопределенности, вызванные нестабильностью резистора Pt1000, не превышают значение 45 мК (293 К) или $\delta T_{\text{ins}}/T_c \approx 0,015\%$ для худшего датчика (№ 7) и 15 мК (273,15 К) для лучшего 200-Ом датчика (№ 2). Эти датчики определены по среднеквадратичной величине отклонений. При криогенных температурах $T_c \leq 110 \text{ K}$ наибольшие среднеквадратичные величины отклонения соответствуют $T_c = 40 \text{ K}$, при

Таблица 2. Разница $\delta T_{\text{ins}} = (R_{\text{up}} - R_{\text{down}})/(dR/dT)_T$ (мК) между температурами при снижении и повышении температур T_c для группы с $R(77,3 \text{ K}) \approx 200 \text{ Ом}$

$T_c, \text{ K}$	δT_{ins} для датчика									
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5	№ 6	№ 7	№ 8	№ 9	№ 10
293	23	14	19	20	20	21	45	26	33	22
273,15	26	15	22	22	23	22	37	31	37	24
190	39	3	-10	19	23	-10	29	5	27	-18
110	7	-8	-1	4	2	-4	4	-2	-1	-8
77,3	5	-3	-1	3	2	-1	1	2	5	-4
60	1	-3	-1	0	-1	-2	1	-1	2	3
40	-6	-6	-6	-5	-6	-6	-6	-3	-4	-4
31	1	0	-1	-1	0	0	2	-1	-1	2
20	-2	-4	-5	-5	-2	-4	-6	-5	-6	-2

Таблица 3. Разница $\delta T_{\text{ins}} = (R_{\text{up}} - R_{\text{down}})/(dR/dT)_T$ (мК) между температурами при снижении и повышении заданных в калибраторе температур T_c для группы с $R(77,3 \text{ K}) \approx 198 \text{ Ом}$

$T_c, \text{ K}$	δT_{ins} для датчика									
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5	№ 6	№ 7	№ 8	№ 9	№ 10
293	18	12	17	22	12	22	27	19	14	21
273,15	14	27	14	13	20	8	19	22	20	-3
190	-11	25	6	23	35	3	-3	28	5	15
110	-1	8	-6	1	3	7	-1	-1	-3	1
77,3	-2	-1	-4	-1	2	7	-2	-1	-1	1
60	-1	1	-3	-1	1	3	-1	1	2	3
40	-1	-1	-2	-1	0	1	-1	2	2	1
31	-1	-1	-2	-2	-1	1	-2	-1	-2	-2
20	-1	-1	-3	-2	4	-1	-1	-1	-1	-1

которой наибольшие абсолютные отклонения не превышали -6 мК или $\delta T_{\text{ins}}/T_c \approx 0,018\%$. При $T_c \leq 40$ К абсолютные отклонения за счет нестабильности резистора не превышали преимущественно величину $\delta T_{\text{ins}} = -6$ мК, что при $T_c = 20$ К составляет $\delta T_{\text{ins}}/T_c \approx 0,03\%$. Похожую картину отражает табл. 3 для 198-Ом датчиков, где лучший (№ 3) и худший (№ 5) экземпляры отличаются несколько меньшими величинами δT_{ins} по сравнению с 200-Ом датчиками по среднеквадратичной величине отклонений.

В табл. 4 представлены максимально возможные отклонения $\delta T_{\text{ins-max}}$, которые получены на основе данных табл. 2 и 3. По этим данным видно, что при сравнительно высоких температурах $T_c \geq 190$ К относительные величины $\delta T_{\text{ins-max}}/T_c$ не превышают $0,02\%$, а при криогенных температурах $T_c \leq 110$ К достигают максимума $-0,03\%$ при $T_c = 20$ К.

Остановимся теперь на неопределенностях из-за отклонений полинома (3) от значений в точках калибровки δT_p . Такие данные представлены в табл. 5 и 6 для лучших и худших 200-Ом и 198-Ом датчиков по среднеквадратичной величине отклонений δT_{ins} . Здесь же приведены максимальные величины δT_{p-max} , которые не всегда соответствуют худшим по величине δT_{ins} датчикам. Эти результаты показывают, что

Таблица 4. Максимально возможные абсолютные и относительные отклонения $\delta T_{\text{ins-max}}$ при различных температурах калибровки T_c для двадцати 200-Ом и 198-Ом датчиков

Отклонение	$T_c, \text{ К}$								
	293	273,15	190	110	77,3	60	40	31	20
$\delta T_{\text{ins-max}}, \text{ мК}$	45	37	39	± 8	7	-3	-6	± 2	-6
$\delta T_{\text{ins-max}}/T_c, \%$	0,015	0,014	0,02	$\pm 0,007$	0,009	-0,005	-0,015	$\pm 0,007$	-0,03

Таблица 5. Абсолютные и относительные отклонения δT_p и $\delta T_{p-max}/T_c$ между температурами в точках калибровки T_c и значениями, рассчитанными посредством полинома (3) для группы с $R(77,3 \text{ К}) \approx 200$ Ом

Отклонение	$T_c, \text{ К}$								
	293	273,15	190	110	77,3	60	40	31	20
Лучший датчик	59	-94	50	-28	-37	25	20	-16	9
Худший датчик	16	85	44	21	-10	16	9	-7	7
$\delta T_{p-max}, \text{ мК}$	62	-94	52	-42	-37	29	-20	-18	9
$\delta T_{p-max}/T_c, \%$	0,02	-0,034	0,027	-0,038	-0,048	0,048	-0,05	-0,052	0,045

Таблица 6. Абсолютные и относительные отклонения δT_p и $\delta T_{p-max}/T_c$ между температурами в точках калибровки T_c и значениями, рассчитанными посредством полинома (3) для группы с $R(77,3 \text{ К}) \approx 198$ Ом

Отклонение	$T_c, \text{ К}$								
	293	273,15	190	110	77,3	60	40	31	20
Лучший датчик	53	-60	33	-26	-22	21	-1	-14	8
Худший датчик	-29	79	-61	23	4	-16	6	5	1
δT_{p-max}	53	-92	-61	-26	-22	21	16	-14	8
$\delta T_{p-max}/T_c, \%$	0,018	-0,034	0,032	-0,024	-0,028	0,035	-0,04	-0,045	0,04

Таблица 7. Предельно возможные относительные $\Delta T_{\max}/T_c$ и абсолютные ΔT_{\max} погрешности датчиков Pt1000 С420 с индивидуальной калибровкой при разных температурах

Погрешность	T_c , К								
	293	273,15	190	110	77,3	60	40	31	20
$\Delta T_{\max}/T_c$, %	$\pm 0,025$	$\pm 0,037$	$\pm 0,038$	$\pm 0,039$	$\pm 0,049$	$\pm 0,048$	$\pm 0,053$	$\pm 0,053$	$\pm 0,056$
ΔT_{\max} , мК	± 73	± 101	± 72	± 43	± 38	± 29	± 21	± 17	± 11

отклонения δT_p вносят заметно больший вклад в суммарную погрешность датчиков по сравнению с влиянием нестабильности δT_{ins} .

Располагая данными, представленными в табл. 4–6, можно оценить, наконец, предельно возможные относительные погрешности датчиков Pt1000 С420 с индивидуальной калибровкой с помощью соотношения $\Delta T_{\max}/T_c = [(\delta T_c/T_c)^2 + (\delta T_{\text{ins-max}}/T_c)^2 + (\delta T_{p-\text{max}}/T_c)^2]^{1/2}$. Результаты расчетов представлены в табл. 7, причем из табл. 5 и 6 брались максимальные значения. Величина $\delta T_c = \pm 3$ мК также принималась максимальной. Из табл. 7 видно, что при $T_c = 273,15$ К реальная суммарная погрешность рассматриваемого типа датчика $\Delta T_{\max} = \pm 0,101$ К втрое лучше, чем соответствующая декларированная характеристика $\Delta T = \pm 0,3$ К [1], а при $T_c = 77,3$ К многократно превосходит декларированную величину ($1,28 \text{ К}/0,038 \text{ К} \approx 33$). С понижением температуры значения ΔT_{\max} уменьшаются, достигая $\sim \pm 11$ мК при $T_c = 20$ К, что видно на рис. 4. С достаточной для практики точностью зависимость $\Delta T_{\max}(T_c)$ можно оценить с помощью соотношения

$$\Delta T_{\max}[\text{мК}] = \pm(0,345 T_c [\text{К}] + 6,9), \quad (5)$$

которое показывает, что реальное поведение датчиков Pt1000 С420 разительно отличается от характеристики (1), рекомендованной для них стандартом DIN EN 60751 [1]: в соответствии с выражением (1) декларированные предельные отклонения ΔT линейно растут в области криогенных температур, тогда как аналогичные реальные величины, полученные посредством соотношения (5) на основе экспериментальных данных, существенно снижаются по мере падения T_c . Качественно соотношение (5) имеет такой же характер, как зависимость $\Delta T_{\max}(T_c)$ для известного криогенного датчика температуры на базе резистора ТВО [10].

Перейдем теперь к экспериментальной проверке обеих партий датчиков.

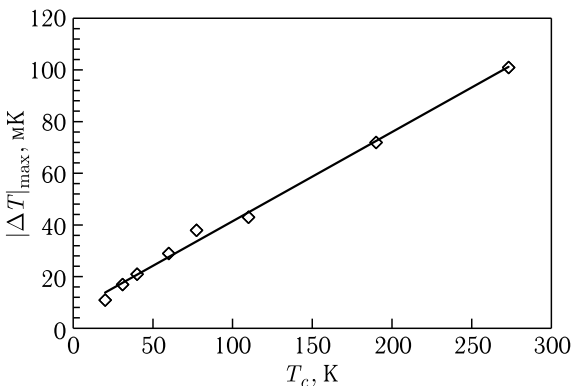


Рис. 4. Зависимость предельно возможной максимальной абсолютной погрешности ΔT_{\max} датчиков Pt1000 С420 с индивидуальной калибровкой от температуры T_c в диапазоне $20 < T_c < 273,15$ К (по данным табл. 7)

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ПРОВЕРКА

Адекватность приведенных в табл. 7 результатов проверялась для обеих групп датчиков — 200-Ом и 198-Ом (по 7 шт. в каждой группе) при комнатной температуре, при температуре таяния льда (273,15 К) и в жидком азоте при атмосферном давлении. Начнем с проверки при $T = 273,15$ К, которая осуществлялась двумя путями: расчетом температур по полиному (3) и сравнением с величиной 273,15 К, а также сопоставлением разностей сопротивлений δR_0 во время калибровки и в точке таяния льда и определением эквивалентного отклонения $\delta T_0 = \delta R_0 / (dR/dT)_0$, когда $(dR/dT)_0 \approx 3,92$ Ом/К. Для 200-Ом датчиков расхождения между эталоном (273,15 К) и расчетами находились в диапазоне от -103 до 47 мК, а максимальное отрицательное отклонение, согласующееся с результатами табл. 7 и рис. 4, объясняется величиной $\delta T_{p-\max}$, которая в соответствии с данными табл. 5 может составлять -94 мК. В свою очередь, значения δT_0 были в пределах от -28 до -41 мК. Для 198-Ом датчиков расхождения между эталоном и расчетами находились в диапазоне от -84 до 98 мК, а значения δT_0 были в пределах от -2 до 31 мК, причем для пяти из семи исследованных датчиков отклонения показаний были в диапазоне от -2 до 9 мК. Полученные для обеих групп отклонения δT_0 , вполне пригодные для многих практических приложений, могут объясняться не только индивидуальными особенностями датчиков, но и некоторым несовершенством способа воспроизводства точки плавления льда. Необходимо подчеркнуть, что при использовании полиномов типа (3) величина R_0 не играет такой базовой роли, как при применении соотношений вида (4), и показания $T(R_0)$ служат рядовыми величинами переходных криогенных процессов, а приведенная выше их максимальная погрешность вполне приемлема для большинства практических приложений, которые обсуждаются ниже.

Что касается проверок при комнатной температуре $T_r = 297,50$ К, то максимальные и минимальные отклонения показаний, рассчитанных по полиному (3), по сравнению с эталонными значениями датчика PRT-7 были 60 и 30 мК для 200-Ом датчиков и 21 и -20 мК для 198-Ом датчиков. В жидком азоте при $T \approx 77,3$ К соответствующие расхождения расчетов с температурой насыщения T_s составляли от 37 до 21 мК для 200-Ом датчиков и от 31 до -12 мК для 198-Ом датчиков. То есть при комнатной температуре и в жидком азоте измеренные отклонения от эталонных значений довольно хорошо согласуются с предельно возможными абсолютными погрешностями, представленными в табл. 7: ± 73 мК (293 К) и ± 38 мК (77,3 К). Что касается поведения датчиков при температуре окружающей среды после термоциклирования в жидком азоте, то в пределах ± 10 мК эти результаты практически не отличаются от тех, что представлены в этом разделе.

СТАБИЛЬНОСТЬ

Кратковременная стабильность оценивалась через полгода по результатам повторной калибровки десяти 200-Ом датчиков с максимальными и минимальными отклонениями от эталонных значений, поскольку их проверка дала несколько худшие результаты по сравнению со 198-Ом аналогами. При этом использовался первоначальный полином (3) одиннадцатой степени, а величина кратковременной стабильности

Таблица 8. Кратковременная стабильность δT_{sts} (мК) 200-Ом датчиков в зависимости от T_c

T_c , К	δT_{sts} для датчика									
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5	№ 6	№ 7	№ 8	№ 9	№ 10
293	32	29	32	28	34	31	-1	3	16	-1
273,15	22	13	20	19	21	19	37	25	32	-30
110	-13	5	1	3	2	20	21	22	-32	20
77,3	3	7	7	7	3	20	6	4	-6	-7
60	-1	2	3	4	-2	13	16	-16	26	-17
40	-4	-4	-3	2	-7	3	3	5	-8	6
31	1	2	3	1	-1	7	1	-1	-4	-4
20	2	2	3	2	-5	8	2	3	-1	-2

δT_{sts} определялась как $\delta T_{\text{sts}} = T_1(R_1) - T_2(R_2)$, где индексы 1 и 2 относятся к первой и повторной калибровке. Результаты представлены в табл. 8, из которой видна хорошая кратковременная стабильность рассматриваемых датчиков. Так, худшие показания по величине среднеквадратичных отклонений наблюдались для датчика № 9 при $T_c = 273,15$ К – $\delta T_{\text{sts}} = 32$ мК, а лучший в этих измерениях датчик № 2 показал отклонение в 13 мК при 273,15 К и 29 мК ($T_c = 293$ К). Можно отметить, что отклонения от эталонных значений T_c в калибраторе носят случайный характер, а лучший и худший датчики в этих испытаниях (№ 2 и № 9) не всегда соответствуют качеству таковых при определении неопределенностей за счет нестабильности резисторов δT_{ins} , представленных в табл. 2, где лучшим и худшим датчиками были № 2 и № 7 соответственно.

Долговременная стабильность оценивалась для 200-Ом и 198-Ом датчиков (по 7 шт. в каждой группе) через 8 лет после калибровки при комнатной температуре, в точке таяния льда и в жидком азоте при атмосферном давлении. Результаты свидетельствуют о хороших характеристиках датчиков Pt1000 С420: максимальные отклонения от эталонов находились в пределах ± 50 мК при $T \approx 295$ К, ± 45 мК при $T = 273,15$ К (по величине $\delta T_0 = \delta R_0 / (dR/dT)_0$) и ± 40 мК при $T_s \approx 77,3$ К. Повторные измерения через полгода дали практически те же результаты.

УНИВЕРСАЛЬНЫЕ КАЛИБРОВКИ В ДИАПАЗОНЕ ОТ 31 ДО 303 К

Как уже отмечалось, расхождения между показаниями 200-Ом и 198-Ом датчиков при азотных температурах могут достигать величины $\sim 0,5$ К, а при $T = 40$ К, которая задана в технических требованиях проекта XFEL [13], они превышают максимальную погрешность $\Delta T_{\text{max}} = \pm 1,0$ К. В связи с этим универсальные калибровки были получены отдельно для 200-Ом и 198-Ом датчиков, для чего в каждой группе отбирались по 10 датчиков с максимальными и минимальными сопротивлениями при $T \approx 77,3$ К. Затем с помощью индивидуальных калибровок определялись усредненные значения сопротивлений для двадцати заданных температур T_c в диапазоне от 31 до 303 К и на этой основе находились коэффициенты для полинома типа (3). Так, для 198-Ом датчиков $B = 500$, $i = 0-11$, а максимальные отклонения δT_p расчетов

Таблица 9. Максимальные и минимальные отклонения показаний 198-Ом датчиков δT_{uni} от универсальной калибровки

Отклонение, мК	T_c, K							
	298	273,15	110	77,3	60	40	35	31
$\delta T_{uni-max}$	23	20	43	48	57	88	104	123
$\delta T_{uni-min}$	-192	-190	-125	-111	-104	-118	-133	-155

Таблица 10. Максимальные и минимальные отклонения показаний 200-Ом датчиков δT_{uni} от универсальной калибровки

Отклонение, мК	T_c, K							
	303	273,15	110	77,3	60	40	35	31
$\delta T_{uni-max}$	49	51	111	118	120	155	188	242
$\delta T_{uni-min}$	11	-10	-156	-95	-106	-156	-176	-225

по этому полиному от усредненных точек калибровки составляли 18 мК ($T_c = 210 K$) и -10 мК ($T_c = 190 K$). Для 200-Ом датчиков $B = 550$, $i = 0-12$, а максимальные отклонения δT_p были 39 мК ($T_c = 130 K$) и -33 мК ($T_c = 110 K$). Косвенно это свидетельствует о том, что качество последних датчиков несколько хуже своих низкоомных аналогов. Максимальные и минимальные отклонения показаний датчиков обеих групп при некоторых температурах универсальных калибровок представлены в табл. 9 и 10, где показано, что в пределах $\delta T_{uni} = T_c - T_i = \pm 200$ мК универсальные калибровочные кривые (3) подходят для любых датчиков, входящих в обе группы. При этом 198-Ом датчики несколько лучшего качества могут применяться вплоть до $T_c = 31 K$, тогда как диапазон использования 200-Ом датчиков в указанных пределах δT_{uni} ограничен величиной $T_c = 35 K$.

ТЕРМИЧЕСКОЕ СОПРОТИВЛЕНИЕ

Знание термического сопротивления $\Delta T_t = \delta T_t / \Delta Q$, или коэффициента самонагрева, свидетельствующего о разогреве термодатчика δT_t за счет приращения мощности ΔQ измерительного тока I [мкА], позволяет определять разумную величину этого тока. Проведенные измерения в жидком азоте с помощью представленного температурного монитора дали следующую величину: $\Delta T_t(LN_2) \approx 0,25$ мК/мкВт. Это на 20% меньше термического сопротивления для воды [1]. Следовательно, при токе $I = 200$ мкА и сопротивлении около 200 Ом самонагрев датчика может достигать $\delta T_t \approx 2$ мК ($0,25$ мК/мкВт $\times 8$ мкВт), а сигнал (перепад напряжения U на датчике) будет приемлемым для сравнительно точных измерений — $U \approx 40$ мВ. При токе $I = 500$ мкА самонагрев может увеличиться до $\delta T_t = 12,5$ мК. В наших измерениях предпочтение было отдано величине $I = 200$ мкА. При комнатной температуре и $T = 273,15 K$ измерения проводились при величине $I = 100$ мкА ($U \geq 100$ мВ). Уменьшение тока вдвое практически не влияет на показания датчика на воздухе.

В жидком гелии при атмосферном давлении термическое сопротивление составило $\Delta T_t(\text{LHe}) \approx 2$ мК/мкВт, что примерно в 8 раз больше по сравнению с аналогичной величиной $\Delta T_t(\text{LN}_2)$. При довольно низком сопротивлении датчика $R(4,2 \text{ K}) \approx 10$ Ом (см. рис. 2) измерительный ток может быть увеличен до $I = 500$ мкА. При этом величина самонагрева может быть около $\delta T_t = 5$ мК, а $U \approx 5$ мВ. Увеличение тока и сигнала вдвое ($I = 1$ мА, $U = 10$ мВ) приведет к повышению самонагрева до $\delta T_t = 20$ мК, что может быть вполне приемлемо для оценочных измерений в жидком гелии посредством этого датчика с учетом особенностей, рассмотренных ниже.

ВОЗМОЖНОСТИ ДАТЧИКОВ Pt1000 C420 ПРИ Г依ИЕВЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Поскольку по сравнению с $R \approx 1000$ Ом (273,15 К) сопротивление датчика при г依иевых температурах падает примерно в 100 раз, а чувствительность — в 230 раз, важнейшей характеристикой в этом случае служит нестабильность резистора $\delta T_{\text{ins}}(4,2 \text{ K})$. Так, при возможной величине $\delta R_{\text{ins}}(4,2 \text{ K}) = 0,002$ Ом и производной (dR/dT) $\approx 0,0175$ Ом/К соответствующее значение $\delta T_{\text{ins}}(4,2 \text{ K})$ может быть около 110 мК, хотя посредством используемого температурного монитора при его максимальной относительной погрешности измерения $\Delta R/R = 0,01\%$ сопротивление величиной $R = 10$ Ом можно измерять с погрешностью 0,001 Ом, что эквивалентно $\delta T_R(4,2 \text{ K}) \approx 60$ мК — величине, вполне приемлемой для решения некоторых практических задач. Оценить величину $\delta R_{\text{ins}}(4,2 \text{ K})$ так же, как это делалось при более высоких температурах (см. табл. 2 и 3), весьма затруднительно из-за очень малой разности сопротивлений при двух самых низких температурах в процессе калибровки: $T_c = 3,8$ и 4,2 К. Однако, поскольку величины δT_{ins} (см. табл. 2) и величины кратковременной стабильности δT_{sts} (см. табл. 8) довольно схожи, было сделано предположение, что $\delta T_{\text{ins}}(4,2 \text{ K}) \approx \delta T_{\text{sts}}(4,2 \text{ K})$. Для 200-Ом датчиков значения $\delta T_{\text{sts}}(4,2 \text{ K}) = T_1(R_1) - T_2(R_2)$, полученные через полгода после первой калибровки, находились в пределах от 65 до 270 мК. В свою очередь, испытания этих датчиков на долговременную стабильность через 7 лет дали следующие результаты: лучший из датчиков показал расхождение $\delta T_{\text{LHe}} = T_i - T_s = 153$ мК относительно температуры насыщения $T_s = 4,213$ К, а худший — $\delta T_{\text{LHe}} = 301$ мК, что удовлетворительно коррелирует с приведенными выше величинами $\delta T_{\text{sts}}(4,2 \text{ K})$. Что касается 198-Ом датчиков, то они подтвердили свое более высокое качество: их расхождения с эталонной величиной через 7 лет были 128 и 209 мК для лучшего и худшего из датчиков соответственно, причем эти расхождения всегда положительны. Еще через один год эти показания изменились в большую сторону — на ~ 100 мК, что соответствует изменению сопротивлений всего на $\sim 0,0017$ Ом. Следует отметить, что при работе на уровне г依иевых температур можно пренебречь максимальными неопределенностями $\delta T_c = \pm 3$ мК и $\delta T_p \approx 8$ мК из-за их относительно слабого влияния на прокомментированную выше суммарную погрешность измерений ΔT_{max} , которая определяется в основном величиной $\delta T_{\text{ins}}(4,2 \text{ K}) \approx \delta T_{\text{sts}}(4,2 \text{ K})$.

Несмотря на полученные сравнительно высокие расхождения с эталоном — величиной T_s , датчики Pt1000 C420 можно применять в некоторых случаях в качестве индикаторов г依иевых температур, подготавливая их по упрощенной методике, когда

сопротивление измеряется только при одной фиксированной температуре, например, $R(T_s = 4,20 \text{ К})$, а изменение температуры вблизи точки калибровки (в пределах $\pm 0,3 \text{ К}$) определяется по известной производной $(dR/dT)_{\text{LHe}} \approx 0,0175 \text{ Ом/К}$. В промежуточных точках от 303 до 31 К можно пользоваться универсальной калибровкой типа (3) с соответствующими коэффициентами или подобрать подходящую индивидуальную калибровку из имеющейся библиотеки калибровок по характерной величине сопротивления $R(\sim 77,3 \text{ К})$. При этом стоимость такого индикатора гелиевых температур будет минимизирована.

ТЕМПЕРАТУРНЫЙ ГИСТЕРЕЗИС В ЖИДКОМ АЗОТЕ

Криогенным датчикам свойствен так называемый температурный гистерезис в жидком азоте $\delta T_h(\text{LN}_2) = T_r - T_{\text{LHe}}$, где T_r — показания датчика в жидком азоте (LN_2) после комнатной температуры, а T_{LHe} — температура в жидком азоте после того, как он был извлечен из жидкого гелия. Испытания показали, что, например, для известных криогенных термодатчиков Сегпох СХ-1030 [12] и датчиков на основе резисторов ТВО [4, 5, 8, 11] соответствующие величины $\delta T_h(\text{LN}_2)$ могут быть около 20 и 40 мК. Примечательно, что для Pt1000 С420 значения $\delta T_h(\text{LN}_2) \approx 10 \text{ мК}$ были еще ниже, а проволочный платиновый датчик PRT-7 продемонстрировал практически нулевые отклонения.

КАЛИБРОВКА ДО $\sim 370 \text{ К}$

Калибратор АК-6.30 не способен обеспечить $T_c \approx 100^\circ\text{С}$. Приобретать жидкостный термостат с перемешиванием для получения нескольких точек при температурах, близких к температуре насыщения T_s дистиллированной воды при атмосферном давлении, представлялось нерациональным. Поэтому калибровка датчиков Pt1000 С420 в этом случае проводилась в термосе с вакуумной теплоизоляцией, снабженном регулируемым электронагревателем. Во внутренний объем с кипящей водой помещалась гильза из тонкостенной нержавеющей стали с вакуумным маслом, куда погружались измерительная сборка с исследуемыми датчиками и платиновый эталонный датчик PRT-7 номиналом 100 Ом с погрешностью измерения $\Delta T = 0,01 \text{ К}$. При этом измерения проводились с помощью семидекадного компаратора напряжений Р3003М1-2 ПО ЗИП класса точности 0,0005. Для сравнения показаний использовалась мера сопротивления МС3006 класса точности 0,001 номиналом 100 Ом. Гильза погружалась в кипящую воду на фиксированную глубину. Такая конструкция и адиабатные условия обеспечивали постоянство температуры в пределах $\pm 0,05 \text{ К}$ в объеме с калируемыми датчиками, подтверждаемое показаниями PRT-7. Этого было вполне достаточно для наших целей. Измерения проводились с семью 198-Ом и тремя 200-Ом датчиками с максимальными и минимальными сопротивлениями при $T = 273,15 \text{ К}$ при очень низком атмосферном давлении. В гильзе с маслом удалось реализовать измерения при двух температурах: сначала при 370,05 К, а затем при 370,60 К при несколько большем атмосферном давлении, причем обе точки калибровки были получены при трехкратном повторении показаний. Анализ этих результатов и данных, полученных

ранее посредством калибратора АК-6.30, показал, что в диапазоне от 213 ($\approx -60^\circ\text{C}$) до 371 К и, видимо, до 373 К определение температур может производиться посредством универсального соотношения для любых датчиков Pt1000 С420:

$$T[\text{K}] = 27,1852 + 0,2361R + 0,988 \cdot 10^{-5}R^2. \quad (6)$$

При этом для 198-Ом датчиков в соотношении (6) использовались измеренные значения сопротивлений $R_m = R(T)$, а максимальные отклонения от эталонных показаний $\delta T_{370} = T_{\text{ет}} - T_i$ находились в пределах от $-0,06$ до $0,20$ К для лучшего и худшего датчиков. Для 200-Ом датчиков в (6) лучше подставлять величины $R^* = 1000 R_m/R_0$: в этом случае максимальные положительные значения δT_{370} — в пределах от $0,18$ до $0,22$ К. Сравнение расчетов по соотношению (6) с данными R индивидуальных калибровок показало, что соответствующие максимальные отклонения при температурах от 298 до 303 К составляли от $-0,17$ до $0,19$ К, а при $T_c = 230$ К не превышали величину $\pm 0,10$ К для любых 198-Ом и 200-Ом датчиков, что существенно меньше значений, рекомендованных стандартом DIN EN 60751 в соответствии с зависимостью (1). Следует отметить, что в диапазоне от 213 до 373 К расчеты по соотношению (6) приводят к максимальным отклонениям от зависимости DIN EN 60751 $\delta T_{\text{DIN}} \approx 0,02$ К.

РАДИАЦИОННАЯ СТОЙКОСТЬ ПРИ ГАММА-ОБЛУЧЕНИИ

Поскольку термодатчики Pt1000 С420 предполагалось использовать в рамках проекта XFEL в условиях гамма-облучения, были проведены их испытания на радиационную стойкость. Эксперимент проводился на гамма-источнике ^{60}Co с энергией гамма-квантов 1,25 МэВ до очень большой дозы (около 1000 кГр) при довольно высокой интенсивности облучения ~ 1 Гр/с [13]. В ходе этого эксперимента девять 200-Ом датчиков Pt1000 были облучены при комнатной температуре, а затем в обычном помещении были проведены послерадиационные измерения при комнатной температуре и в жидком азоте. Результаты были следующими. Через 2 сут после облучения все датчики продемонстрировали свою работоспособность как при комнатной температуре, так и в жидком азоте. Однако электрические выводы из сплава Ag(95%)Pd(5%) одного из датчиков были случайно разрушены при монтаже в измерительной сборке. Оставшиеся восемь датчиков продемонстрировали довольно хорошие результаты в течение более 2 недель: их максимальные отклонения δT_γ от эталонных температур не превышали $\pm 0,25$ К при ~ 293 К относительно показаний ртутного термометра $\pm 0,05$ К точности и $\pm 0,12$ К при $\sim 77,3$ К относительно T_s . Затем в течение 1 мес после завершения облучения во время испытаний при комнатной температуре и в жидком азоте были выявлены поломки выводов еще пяти датчиков из-за случайных повреждений механического характера и дальнейшие испытания были прекращены. Эти повреждения были вызваны тем, что AgPd-выводы датчиков стали хрупкими из-за облучения весьма высокой дозой гамма-радиации, хотя чувствительные тонкопленочные элементы в значительной степени сохранили свои первоначальные характеристики. Показания оставшихся трех датчиков при комнатной температуре и в жидком азоте были практически такими же, как отмечено выше. Можно, однако, предположить, что если бы облученные датчики находились на установленных местах в покое, они могли бы служить вполне приемлемо.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ

Около двадцати 200-Ом датчиков Pt1000 С420 использовались в системах испытаний криомодулей сверхпроводящих резонаторов для проекта XFEL, а примерно девяносто 198-Ом датчиков — в системах криогенного обеспечения тепловых радиационных экранов криомодулей линейного ускорителя XFEL [2]. При этом применялись универсальные калибровки типа (3) для каждой группы упомянутых датчиков. Рассматриваемые датчики могут применяться для решения похожих задач при создании сверхпроводящего коллайдера NICA [3]. Датчики с индивидуальными калибровками были использованы в усовершенствованном варианте бессепарационного трехфазного расходомера «нефть – газ – пластовая вода» на основе комбинации спектрометрического двухизотопного гамма-плотномера (^{241}Am и ^{137}Cs) и сужающего устройства [4] для сравнительно точного измерения температур потока и корпуса устройства. В дальнейшем предполагается использование индивидуально откалиброванных датчиков Pt1000 С420 в двухфазных расходомерах водорода и сжиженного природного газа (СПГ) [4]. Кроме того, представляется целесообразным применение подобных датчиков в других областях в диапазоне 20–300 К для сравнительно точного определения температур, например, в криогенных системах ожижения и транспортировки СПГ и водорода.

ВЫВОДЫ

Pt1000 С420 — массовый миниатюрный довольно дешевый и качественный температурный датчик для работы в диапазоне от 20 до 373 К. Его метрологические характеристики существенно недооценены производителем, и при индивидуальных калибровках класс точности может быть повышен в соответствии со стандартом DIN EN 60751 с декларированного класса В до класса А и даже лучше. Максимальная допустимая абсолютная погрешность ΔT_{max} , проверенная экспериментально, может быть оценена с достаточной для практики погрешностью посредством линейной зависимости (5), в соответствии с которой величина ΔT_{max} уменьшается от 101 мК при 273,15 К до ~ 14 мК (20 К). Из-за значительной нелинейности функции $R(T)$ (см. рис. 2) для обеспечения относительно высокой точности измерений калибровочные зависимости $T(R)$ целесообразно определять посредством индивидуальных полиномов типа (3) одиннадцатой степени с максимальным отклонением от точек калибровки $\delta T_{p-\text{max}}/T_c$ преимущественно не более 0,05%. Рассматриваемые датчики отличаются минимальной величиной температурного гистерезиса в жидком азоте: $\delta T_h(\text{LN}_2) \approx 10$ мК.

По значению сопротивления в жидком азоте при атмосферном давлении датчики Pt1000 С420 могут быть разделены на две группы: 198-Ом и 200-Ом датчики. Максимальные расхождения их показаний могут превышать значения $\sim 0,5$ К при 77,3 К и ~ 4 К (20 К). При использовании универсальных аппроксимирующих полиномов типа (3) для каждой группы датчиков максимальные отклонения зависимостей $T(R)$ от эталонных значений не превышают $\delta T_{\text{uni-max}} = \pm 200$ мК для любого датчика в диапазоне от 35 до 303 К.

Со значений температур ~ 50 К зависимости $R(T)$ датчиков Pt1000 С420 начинают существенно отличаться от таковой для гипотетического датчика из чистой

проволочной платины того же номинала (см. рис. 2), достигая, например, величины $\delta T_{pp} \approx 8$ К при одинаковых сопротивлениях $R \approx 15$ Ом. Это может объясняться особенностями технологии нанесения тонких пленок на подложки, в процессе которого неизбежно попадание в пленку некоторого количества загрязнений (примесей) и возникновение структурных дефектов в получаемой пленке.

Качество 198-Ом датчиков несколько выше, чем их 200-Ом аналогов, однако это не всегда существенно для широкого практического применения. Кратковременная стабильность датчиков Pt1000 С420, оцененная через полгода, практически не отличается от долговременной стабильности через 8 лет после калибровки: максимальные отклонения от эталонов при комнатной температуре, при температуре таяния льда и в жидком азоте при атмосферном давлении не превышали ± 50 мК при $T \approx 295$ К, ± 45 мК при $T = 273,15$ К и ± 40 мК при $T_s \approx 77,3$ К.

Датчики Pt1000 С420 могут применяться в качестве сравнительно дешевых индикаторов гелиевых температур с положительной погрешностью $\delta T_{\text{LHe}} = T_i - T_s \approx 200$ мК, для чего предпочтительнее использовать 198-Ом датчики из-за их лучшего качества. В этом случае нужно индивидуально калибровать каждый датчик, но только в одной гелиевой точке, а изменение температур, например, в интервале от 4,2 до $\pm 0,3$ К целесообразно оценивать по известной производной $(dR/dT)_{\text{LHe}} \approx 0,0175$ Ом/К; промежуточные показания от 303 до 31 К можно определять по соответствующей универсальной калибровке (3) или с помощью индивидуальной зависимости $R(T)$, подобранной из имеющейся у нас библиотеки калибровок.

Чувствительный элемент Pt1000 С420 отличается высокой радиационной стойкостью при гамма-облучении: после дозы облучения чуть более 1 МГр максимальные отклонения от эталонных температур не превышали $\pm 0,25$ К при ~ 293 К и $\pm 0,12$ К при $\sim 77,3$ К. Однако его AgPd-выводы становятся хрупкими после очень больших доз радиации (около 1 МГр) и сравнительно небольшие механические усилия могут приводить к их разрушению, чего следует избегать в процессе эксплуатации.

В диапазоне температур от 213 до 373 К ($\approx 100^\circ\text{C}$) можно использовать универсальную калибровочную зависимость (6), которая обеспечивает максимальные отклонения $\delta T \approx \pm 200$ мК для любых 198-Ом датчиков, что более чем в 3 раза лучше величины, декларированной производителем. При оценке реальной максимальной погрешности датчиков Pt1000 С420 выражение (1) [1] дает излишне завышенные результаты.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Product_Heraeus-ru. <https://www.heraeus.com>. P. 6–13.
2. Bozhko Y., Escherich K., Jensch K., Petersen B., Schnautz T., Sellmann D. Commissioning and First Cool Down of XFEL Linac // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. Madison, Wisconsin, USA, 2017. V. 278. P. 012100. CEC 2017.
3. Kozlov O., Meshkov I., Sidorin A., Trubnikov G. Start-up Configuration of the NICA Collider Equipment // Phys. Part. Nucl. Lett. 2016. V. 3, No. 7. P. 934–936.
4. Filippov Yu. P., Kakorin I. D., Kovrizhnykh A. M., Miklayev V. M. Multiphase Flow-Meters for Superconducting Accelerators and Other Applications // Phys. Part. Nucl. Lett. 2017. V. 14, No. 4. P. 602–614.

5. *Filippov Yu. P., Kourizhnykh A. M., Miklayev V. M., Sukhanova A. K.* Metrological Systems for Monitoring Two-Phase Cryogenic Flows // *Cryogenics*. 2000. V. 40, No. 4–5. P. 279–285.
6. *Pavese F., Malyshev V. M., Steur P. P. M., Ferri D., Giraudi D.* Routine Calibration of Cryogenic Thermometers in the Range 1.5–350 K with an Accuracy up to the Millikelvin Level, and Measurement of Fixed Points in Sealed Cells with a Fully Automated and Self-Contained Modular Apparatus // *Adv. Cryog. Eng.* 1996. V. 41B. P. 1689–1693.
7. *Filippov Yu. P., Alpatov S. V., Sveshnikov B. N.* Multichannel Temperature Monitor Compatible with PC // *Proc. of the 20th Intern. Cryogenic Engineering Conf. (ICEC20)*, Beijing, 2004. P. 955–958.
8. *Орлова М. П., Погорелова О. Ф., Улыбин С. А.* Низкотемпературная термометрия. М.: Энергоатомиздат, 1987. 280 с.
9. *Ядевич А. И.* Тонкопленочные платиновые чувствительные элементы для термометров сопротивления // *Мир измерений*. 2010. № 3. С. 52–55.
10. ГОСТ 6651-2009 (ГСИ). Термопреобразователи сопротивлений из платины, меди и никеля. Общие технические требования и методы испытаний.
11. *Filippov Yu. P., Miklayev V. M.* A Comparison of Two Kinds of TVO Cryogenic Temperature Sensors // *Cryogenics*. 2019. V. 100. P. 85–91.
12. Lake Shore Catalogue. Temperature Measurement and Control. 1995. Part 2. P. 1–24.
13. *Filippov Yu. P., Miklayev V. M.* Choice of Temperature Sensors for XFEL Project // *Proc. of the 23rd Intern. Cryogenic Engineering Conf. (ICEC23)*, Wroclaw, Poland, 2010. P. 537–542.

Получено 15 сентября 2019 г.