

CALIBRACIÓN DE REFERENCIAS ZENER EN EL CENAM

Carlos David Avilés Castro, Dionisio Hernández Villaseñor y Enrique Navarrete García
 Centro Nacional de Metrología
 km 4.5 carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro
 CP 76246, México
caviles@cenam.mx, dhernand@cenam.mx, enavarre@cenam.mx

Resumen: Se describe el método de calibración de referencias electrónicas basadas en diodos Zener que ofrece el CENAM a nivel de 10 V. Se trata la estimación de la incertidumbre de calibración, así como las fuentes de incertidumbre adicionales que debe considerar el cliente cuando use las referencias Zener en su laboratorio, entre las que se encuentra la incertidumbre por cambios de presión atmosférica.

1. INTRODUCCIÓN

La unidad de tensión eléctrica continua, el volt, se reproduce en base al efecto Josephson en muchos laboratorios nacionales de metrología y en algunos laboratorios industriales [1]. Sin embargo, los patrones de efecto Josephson son todavía muy costosos y requieren de un especialista para su operación.

Los patrones de tensión eléctrica continua en el segundo nivel de la cadena de trazabilidad son las referencias electrónicas basadas en diodos Zener, que son patrones ampliamente utilizados en laboratorios nacionales de metrología, en laboratorios de calibración y en laboratorios industriales.

Las referencias electrónicas en base a diodo Zener utilizan circuitos integrados que contienen diodos Zener con muy bajos coeficientes térmicos. El circuito que contiene el diodo Zener y genera la tensión de referencia, se coloca en un horno a temperatura finamente controlada. Con la finalidad de mantener operando continuamente el horno, las referencias electrónicas comerciales en base a diodo Zener cuentan con baterías de respaldo. Durante una medición se operan frecuentemente con estas baterías para disminuir el ruido eléctrico proveniente de la línea de alimentación. En caso de que el horno se apague y la referencia Zener se enfríe, al conectarla nuevamente el patrón requiere una nueva calibración ya que el valor de la tensión de salida puede haber cambiado. Esta situación debe evitarse pues puede provocar una discontinuidad en los valores con la consiguiente pérdida de la historia del instrumento.

2. CALIBRACIÓN

2.1 Obtención del valor de referencia

Dos veces por año las referencias Zener del CENAM se calibran directamente contra el patrón nacional basado en el efecto Josephson.

En las calibraciones de las referencias Zener de los clientes se toma como patrón una referencia Zener del CENAM marca †Fluke, modelo 732A. Esta referencia Zener tiene una deriva muy lineal por lo que su valor a un tiempo dado puede predecirse con muy baja incertidumbre.

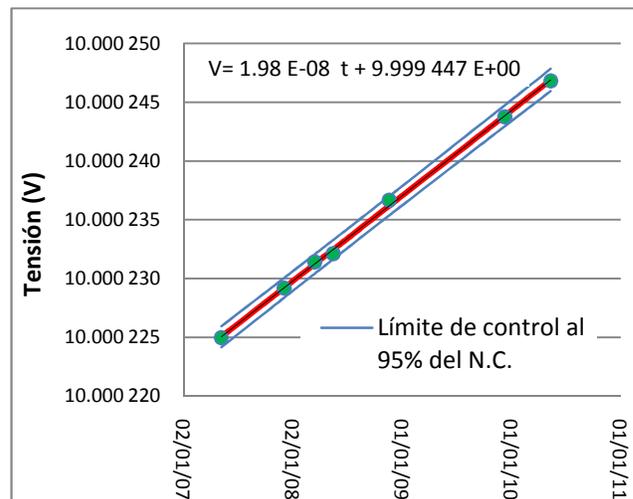


Figura 1. Gráfica de control de la salida de 10 V de una referencia Zener marca †Fluke, modelo 732 A.

El valor de la referencia Zener se determina con base en las mediciones previas. Para lo cual se ajusta una recta por mínimos cuadrados a los datos experimentales, una vez que se conoce la ecuación de la recta se hace una predicción del valor del Zener para fecha en que se utiliza como referencia. La incertidumbre de este valor predicho [2,3] se puede estimar usando la siguiente ecuación:

$$U(V_p) = t_{\alpha/2, n-2} \frac{SS_E}{n-2} \left[1 + \frac{1}{n} + \frac{(x_0 - \bar{x})^2}{S_{xx}} \right]^{1/2} \quad (1)$$

Donde:

- $t_{\alpha/2, n-2}$ - Factor de la "t" de Student para un nivel de confianza $\alpha/2$, con n-2 grados de libertad.
- SS_E - Suma de los cuadrados de los residuos.
- n - Número de mediciones.
- x_0 - Tiempo al que se hace la predicción.
- \bar{x} - Promedio de los tiempos de las mediciones
- S_{xx} - Varianza de los tiempos de medición

La incertidumbre final del valor de la referencia Zener se obtiene sumando en cuadratura la incertidumbre de predicción y la incertidumbre de calibración típica del Zener.

Es importante saber que el comportamiento lineal mostrado en la figura 1 no se presenta en todas las referencias Zener. A muy largo plazo ($t > 5$ años) algunas referencias Zener tienen un comportamiento que tiende a un valor constante de forma exponencial [4]. Algunas tienen variaciones entre días difíciles de predecir y variaciones estacionales que han sido relacionados con cambios en la humedad ambiental [5].

En general, se puede decir que, entre más datos de calibraciones se tengan de una referencia Zener se podrá predecir su valor con menor incertidumbre. La pérdida temporal del control de temperatura por falla en el suministro eléctrico y agotamiento del sistema de baterías ocasiona que algunas referencias Zener cambien de tendencia a largo plazo.

2.2 El sistema de calibración

Una vez que se ha concluido la calibración de las referencias Zener del CENAM, una de estas se usa como patrón (732 A) para calibrar las referencias Zener de los clientes.

Para que la componente de incertidumbre por estabilidad sea baja, el tiempo que pasa entre la calibración de las referencias Zener del CENAM y la calibración de las referencias Zener de los clientes es menor a un mes.

El sistema de calibración se muestra en la figura 2, consta de un multiplexor de muy bajas fems térmicas (potenciales de origen termoeléctrico), un nanovóltmetro que se utiliza como detector de nulos, los Zeners a calibrar, el Zener de referencia, un Zener de valor conocido, usado como patrón de verificación, y una computadora para la automatización del sistema de calibración.

Algunos laboratorios usan varias referencias Zener para mantener el volt y para fines de calibración. En nuestro caso se ha observado que el comportamiento del Zener Fluke 732 A es más predecible que el resto, por lo que incluir otros Zeners de menor calidad metrológica para formar un grupo de referencia no asegura que la incertidumbre de predicción disminuya.

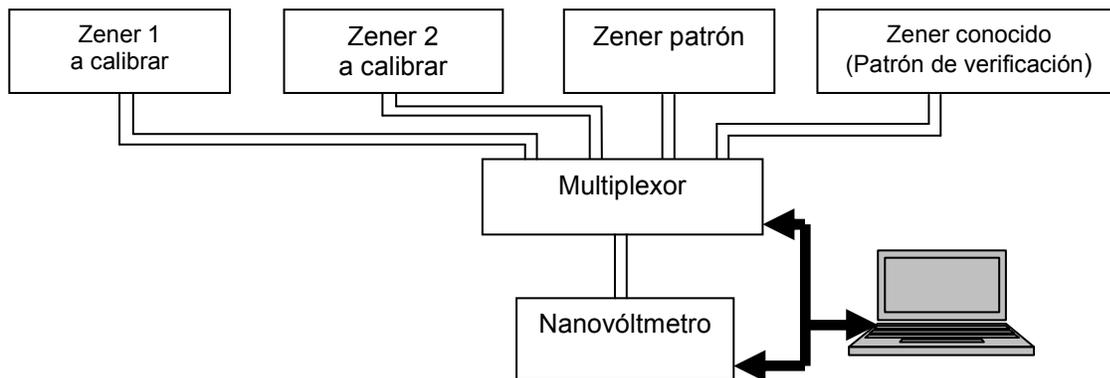


Figura 2. Diagrama a bloques del sistema automatizado de calibración de referencias Zener

2.3 El método de calibración

Las referencias Zener pueden operarse conectadas a la línea de alimentación o con baterías. Se ha observado que la operación con baterías produce tensiones de salida con menores niveles de ruido eléctrico, por lo que al calibrarlas se utilizan con baterías. Se ha observado que al desconectar las referencias Zener de la línea de alimentación su valor cambia ligeramente, por lo que es importante esperar al menos media hora antes de iniciar las mediciones. Después de la calibración es importante reconectar la referencia Zener a la línea de alimentación para evitar que se agoten las baterías y se enfríe el Zener.

En este tipo de calibraciones se utiliza el método diferencial, en el cual se conectan el Zener a calibrar y el Zener de referencia (de igual valor nominal) en serie-oposición y se mide la diferencia de tensión entre ellos como muestra la figura 3. La tensión V_{cal} del Zener bajo calibración se determina a partir de la tensión V_{ref} del Zener de referencia y de la diferencia de tensión V_M medida. Los negativos de los Zeners se conectan juntos vía el multiplexor y los positivos se conectan vía el multiplexor a las terminales del nanovóltmetro.

En el circuito de calibración hay dos fuentes de error importantes, una es el offset del nanovóltmetro V_{offset} y la otra es las fems térmicas V_{fem} . Esta última se produce por diferencias de temperatura entre diversos elementos del circuito de medición, Tanto el offset del nanovóltmetro como las fems térmicas quedan en serie con el elemento a calibrar. Para minimizar sus efectos se utiliza la técnica de inversión de polaridad.

En esta técnica se realiza una primera medición que se describe con la siguiente ecuación:

$$V_{M1} = V_{ref} - V_{cal} - V_{fem C1} - V_{fem S1} - V_{offset 1} \quad (2)$$

En la ecuación anterior se hace la diferencia entre la fem generada en los cables de medición $V_{fem C}$ y la fem generada en el multiplexor $V_{fem S}$. Se invierte la polaridad del nanovóltmetro automáticamente mediante el multiplexor y se realiza una segunda medición:

$$V_{M2} = -V_{ref} + V_{cal} - V_{fem C2} - V_{fem S2} - V_{offset2} \quad (3)$$

Si ambas mediciones se realizan en tiempos muy próximos, las fem térmicas de los cables y el offset del nanovóltmetro no cambian significativamente, por lo que se puede considerar $V_{fem C1} = V_{fem C2}$ y $V_{offset 1} = V_{offset 2}$. Sin embargo, debido a que la trayectoria de corrientes en las dos mediciones es diferente dentro del multiplexor, no se puede considerar que $V_{fem S1} = V_{fem S2}$, resolviendo las ecuaciones (2) y (3) para V_{cal} , se obtiene una expresión para la tensión del instrumento bajo calibración que es independiente de las fems térmicas de los cables $V_{fem C}$ y del offset del nanovóltmetro V_{offset} .

$$V_{cal} = V_{ref} + \frac{V_{M2} - V_{M1}}{2} - \frac{V_{fem S1} - V_{fem S2}}{2} \quad (4)$$

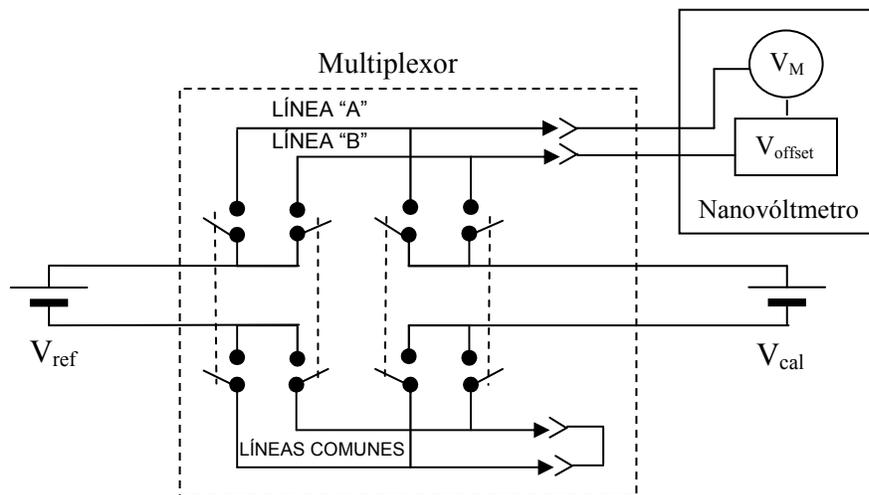


Figura 3. Diagrama eléctrico de un canal del sistema automatizado de calibración de referencias Zener

Para asegurar que las fems térmicas del multiplexor son bajas es importante medirlas con cierta frecuencia, esto se hace colocando cortocircuitos de buena calidad en lugar de los Zeners y siguiendo el mismo procedimiento de medición ya descrito. Normalmente las fems térmicas del multiplexor son menores a 50 nV. Estas fems no se miden cada vez que se utiliza el multilexor, lo que se hace es considerarlas como una fuente de incertidumbre.

Otras medidas importantes para disminuir las fems térmicas y el ruido del sistema de medición son: el uso de alambres de cobre aislados con teflón trenzados y blindados; limpiar los cables de conexión cada vez que se van a utilizar para eliminar la capa de óxido que se produce en su superficie; mantener una temperatura estable en el laboratorio durante la calibración. Si la inversión de polaridad se hace de manera manual, es importante esperar al menos un minuto antes de medir con la finalidad de que las fems térmicas generadas se estabilicen.

Las fems térmicas y el offset del nanovóltmetro cambian durante el tiempo de medición debido principalmente a cambios de temperatura. Para compensar el efecto de las fem térmicas de los cables de medición y del offset del nanovóltmetro, así como para hacer una compensación de primer orden de su deriva, se aplica el método de inversión de polaridad de la siguiente manera: Se realizan 10 mediciones de V_M en polaridad positiva, seguidas de 20 mediciones en polaridad negativa, y luego 10 mediciones en polaridad positiva. Un punto de medición de V_{cal} se obtiene mediante el promedio de estas 40 mediciones.

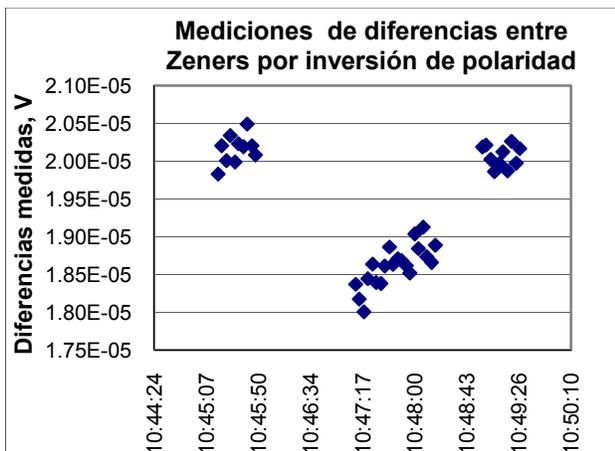


Figura 4. Medición diferencial con inversión de polaridad.

La figura 4 muestra las 40 mediciones obtenidas. El efecto de las fems térmicas y del offset del nanovóltmetro se observa en que el primer conjunto de mediciones tienen una diferencia sistemática respecto al segundo grupo, obtenido invirtiendo la polaridad del nanovóltmetro. La deriva de las fems térmicas y del offset del nanovóltmetro se observa en la diferencia entre el primer grupo de mediciones y el tercero tomadas unos minutos después pero con el nanovóltmetro conectado en la misma polaridad.

Para asegurar que las calibraciones de las referencias Zener de los clientes son correctas, se calibra al mismo tiempo una referencia Zener del CENAM, de valor conocido, llamada "patrón de verificación". El resultado de la medición se contrasta con su valor conocido. El valor medido y el valor conocido deben coincidir dentro de los intervalos definidos por las incertidumbres correspondientes.

3. FUENTES DE INCERTIDUMBRE

Las fuentes de incertidumbre consideradas en la calibración de referencias Zener son:

- a) La incertidumbre tipo A (variaciones de las lecturas del nanovóltmetro).
- b) Las fems térmicas del multiplexor
- c) La resolución del nanovóltmetro
- d) La incertidumbre de predicción del valor de la referencia Zener del CENAM.
- e) La incertidumbre de calibración del Zener de referencia.

La incertidumbre de las mediciones hechas con el nanovóltmetro es muy baja debido a que los nulos que se miden son menores a 50 μ V, podemos estimarla basados en la especificación "accuracy" dada por el fabricante a un año. Esta incertidumbre es de 23 nV para una lectura de 50 μ V. Esta incertidumbre está un poco sobreestimada ya que incluye las variaciones del offset del nanovóltmetro, que con el método de medición descrito se compensan. De lo anterior se puede estimar que la incertidumbre relativa a 10 V por las mediciones hechas con el nanovóltmetro es $< 0.0023 \mu$ V/V.

La incertidumbre tipo A es básicamente debida al ruido de las referencias Zener y al ruido del nanovóltmetro su valor es del orden de 0.02 μ V/V ($k=1$).

Las fems térmicas del multiplexor se miden usando cortocircuitos de buena calidad y se ha encontrado que son menores a 30 nV, por lo que para las fems térmicas del multiplexor estimamos una contribución a la incertidumbre relativa del orden de 0.003 $\mu\text{V/V}$.

La resolución del nanovóltmetro es de 1 nV por lo que su contribución a la incertidumbre relativa es despreciable.

La referencia Zener usada como patrón se calibra con el patrón de efecto Josephson con una incertidumbre del orden de 0.01 $\mu\text{V/V}$ ($k=1$).

La principal fuente de incertidumbre es la incertidumbre de predicción del valor de la referencia Zener 732 A, que es del orden de 0.1 $\mu\text{V/V}$ ($k=1$).

Combinando las incertidumbres anteriores se llega a una incertidumbre en el servicio de calibración del orden de 0.3 $\mu\text{V/V}$ ($k=2$).

4. INCERTIDUMBRE DE UNA REFERENCIA ZENER EN EL LABORATORIO DEL CLIENTE

Cuando una referencia Zener calibrada en el CENAM llega al laboratorio del cliente las fuentes de incertidumbre, que éste debe considerar cuando utiliza la referencia Zener como patrón para calibrar otros instrumentos, son al menos:

- a) Incertidumbre tipo A
- b) Incertidumbre de calibración de la referencia Zener
- c) Incertidumbre por estabilidad de la referencia Zener, considerando el tiempo que transcurre desde que la referencia Zener se calibró hasta que es utilizada como patrón.
- d) Incertidumbre por coeficiente de presión

Como aparece en el inciso d) es necesario considerar una incertidumbre por coeficientes de presión, esto se debe a que las referencias Zener cambian de valor por efecto de cambios en la presión atmosférica. Es importante hacer notar que el valor de las referencias Zener calibradas en CENAM es dado a la presión atmosférica de CENAM.

Se han medido coeficientes de presión de las salidas de tensión de algunas referencias Zener marca †Fluke, modelo 732 B [6] y sus valores son de 1.6 a 2.4 partes en $10^9/\text{hPa}$, para la salida de 1.018 V y entre 1.6 y 2.2 partes en $10^9/\text{hPa}$, para la

salida de 10 V. Esto implica que si hay una diferencia de altitud de por ejemplo 2000 m entre el laboratorio del cliente y el CENAM entonces se puede calcular que la diferencia de presión atmosférica podría ser del orden de 224 hPa lo que implica que la variación en la tensión de salida de 10 V podría ser del orden de 0.4 $\mu\text{V/V}$, valor incluso mayor a la incertidumbre de calibración de la referencia Zener. Este coeficiente por cambios de presión atmosférica es diferente en cada referencia Zener. Si no se ha medido, es necesario estimar una incertidumbre por variaciones en el valor de tensión de la referencia Zener debidas a la diferencia de presión atmosférica entre el CENAM y el laboratorio del cliente. Es recomendable evaluar el efecto de transporte de las referencias Zener comparándolas contra otras similares antes de enviarlas a calibrar y comparándolas nuevamente después de la calibración.

† Nota: En este documento se mencionan algunas marcas y modelos de equipos con la intención de que los usuarios identifiquen las capacidades metrológicas de los mismos, sin embargo, esto no significa que sean los mejores instrumentos disponibles en el mercado para esta aplicación ni que el CENAM recomiende estos equipos.

REFERENCIAS

- [1] Clark A. Hamilton, "Josephson Voltage Standards", Preprint of invited review paper for Review of Scientific Instruments, October 2000.
- [2] William W. Hines, Douglas C. Montgomery, "Probabilidad y Estadística", tercera edición, editorial CECSA, pag. 539,540.
- [3] Mary G. Natrella, "Experimental Statistics", National Bureau of Standards Handbook 91, United States Department of Commerce, pag. 5-45.
- [4] Oliver Power, James E. Walsh, "Investigation of long and Medium-Term drifts of Zener Diode-Based Voltage Standards, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurements, Vol. 54, No. 1, February 2005.
- [5] T.J. Witt, D. Reymann and D. Avrons, "The Stability of Some Zener-Diode-Based Voltage Standards", IEEE Transactions on Instrumentation and Measurements, Vol. 44, No. 2, April 1995.
- [6] T. J. Witt, "Pressure Coefficients of some Zener Diode-Based Electronic Voltage Standards", IEEE Trans. Instr. And Meas. Vol. 48, No. 2 APRIL 1999.