

# XV Millivoltkalibrierung an Keithley 181 und Keithley 263

## XVI.1 Indirekte Erzeugung kleiner Spannungen mit Keithley 263

Die Quelle Keithley 263 (s. Kapitel III) kann neben direkter Spannungserzeugung (oder Erzeugung am Multifunktionskalibrator 5700A) im Gleichstrommodus zusammen mit kalibrierten Widerständen dazu genutzt werden Kleinstspannungen indirekt zu liefern. Mit den bekannten Zusammenhängen des Ohmschen Gesetzes können dabei die entsprechenden Spannungspunkte errechnet werden. An induktivitäts- und thermospannungsarmen Festwiderständen (z.B. Burster 1240, Bild XV.1) erfolgt der Anschluss der Stromquelle wie in Bid XV.2 zusammen mit dem Kalibriergegenstand. Gezeigt ist die Vergleichsmessung am eigenen Nanovoltmeter Keithley 181. Durch die hohe Compliance Spannung von 12 V des Stromtreibers wird der Ausgangsstrom fast unabhängig vom Lastwiderstand immer konstant gehalten. Im Millivoltbereich kann die Quelle also bedenkenlos eingesetzt werden. Sehr kleine Spannungen erfordern eine Beruhigungszeit von ca. 2 Minuten und den Einsatz der Zero Funktion an der Quelle um ggf. Offsetspannungen am Messobjekt zu ermitteln.



Bild XV.1 Festwiderstände Burster 1240. Anschluss in 4-Draht Technik

In der Regel ist die richtige Konfiguration mit GUARD durchzuführen, sollte aber aufgrund der guten Performance der Quelle (fast) unerheblich sein. Im Zweifelsfall sind die Herstellerangaben und die Angaben aus dem Betriebshandbuch zu Rate zu ziehen.

Gute Ergebnisse erzielt dieses Messverfahren für die Erzeugung von 1  $\mu\text{V}$  bis 200 mV bei Verwendung von Messströmen von  $>20 \text{ nA}$  bis 20  $\mu\text{A}$  über Widerständen von 100  $\Omega$  bis 10 k $\Omega$ . Lässt



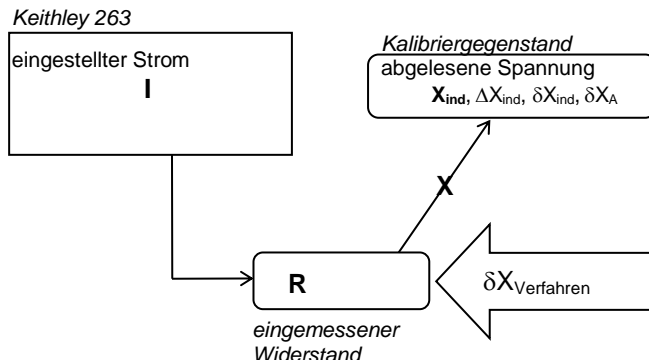
Bild XV.2 - Millivoltkalibrierung an Stromquelle Keithley 263: An der Quelle eingestellt sind 10  $\mu\text{A}$  an 100,0019  $\Omega$ . Mit dem korrigierten Wert aus dem Kalibrierschein (9,99884  $\mu\text{A}$ ) ergibt sich rechnerisch eine Spannung 0,999902 mV. Das eigene Nanovoltmeter zeigt 0,99997 mV. Die Ergebnisse dieser Vergleichsmessungen werden als Reproduktionsauswertungen im Messunsicherheitsbudget berücksichtigt.

sich der Nullpunkt besser als im u.g. thermoeletrischen Bereich reproduzieren sind sogar Relativkalibrierungen mit kleineren Messunsicherheiten machbar (vgl. III.1.1).

Ausgabe:	erstellt	geprüft/genehmigt	Kapitel	Seite
DMS.9	von: PF am: s.DMS06.08.2018	von: s. DMS am: s. DMS	Qualitätsmanagementhandbuch - XV Millivoltkalibrierung an Keithley 181 und Keithley 263	1

## XV.2 Messunsicherheitsbilanz

Skizze des Messverfahrens:



mit:

- $X_{ind}$  abgelesener Messwert bei Spannungsmessung am Kalibriergegenstand
- $\Delta X_{ind}$  Abweichung des gemessenen Wertes am Kalibriergegenstand vom Kalibrierwert (richtiger Wert)
- $I$  eingestellte Stromstärke an der Stromquelle Keithley 263. Die Unsicherheit dieses Beitrags ist dem gesonderten Budget aus Kapitel III zu entnehmen.
- $R$  kalibrierter Wert des Widerstands nach 4-Draht-Messung an HP 3458A bzw. der kalibrierten Festwiderstände. Die Unsicherheit dieses Beitrags ist dem gesonderten Budget aus Kapitel IV bzw. Kapitel III zu entnehmen.
- $\delta X_{ind}$  Rundungsabweichung aufgrund der Auflösung/ Ablesung des verwendeten Messgerätes. Ausschlaggebend ist die niederwertigste Stelle der Anzeige ( $\Delta$ -Spanne zwischen  $\pm 0,5$  Digit). Für die Berechnung der kleinsten angebbaren Messunsicherheit kann  $\delta X_{ind}$  erst im konkreten Fall miteinbezogen werden (da dieser Wert abhängig vom Kalibriergegenstand ist). Für ein gutes Millivoltmeter werden maximal eine Auflösung von 1 nV bzw. 6,5 ablesbare Stellen angenommen.
- $\delta X_A$  Verfahrensbedingte Einflüsse der Thermospannungen, die sich durch die Anschlussleitungen ergeben. Gut gereinigte Kupferübergänge haben Seebeck-Koeffizienten von  $< 0,2 \mu V / ^\circ C$  bis  $1 \mu V / ^\circ C$ . Der Temperaturunterschied sollte nach Beruhigungszeiten von mindestens 2 Minuten weniger als  $0,5 \text{ } ^\circ C$  betragen. Im schlechtesten Fall ist maximal mit Thermospannungen von  $\pm 0,26 \mu V$  zu rechnen.
- $\delta X_{Verfahren}$  Weitere verfahrensbedingte Einflüsse wie Rauschen, Offset-Abweichungen, Quellimpedanz und -Kapazität oder elektromagnetische Strahlung. Z.T. Ist ein Anteil bereits im Unsicherheitsbeitrag  $U(I)$  enthalten, weitere Anteile werden aus Messreihen zur Reproduktion von Ergebnissen am eigenen Nanovoltmeter entnommen. Dabei waren Werte  $< 2 \text{ mV}$  auf mindestens 30 nV reproduzierbar.

### Modellgleichung:

Mit den oben aufgeführten Größen ergibt sich aus

$$X_{ind} - \Delta X_{ind} + \delta X_{ind} + \delta X_A + \delta X_{Verfahren} = R \cdot I$$

die für die Berechnung der kleinsten angebbaren Messunsicherheit maßgebliche Modellgleichung:

$$\Delta X_{ind} = X_{ind} + \delta X_{ind} + \delta X_A + \delta X_{Verfahren} - R \cdot I$$

### Messunsicherheitsbilanz:

Für die dem Ergebnis beizuordnende Standardmessunsicherheit ergibt sich daraus:

Ausgabe:	erstellt	geprüft/genehmigt	Kapitel	Seite
DMS.9	von: PF am: s.DMS06.08.2018	von: s. DMS am: s. DMS	Qualitätsmanagementhandbuch - XV Millivoltkalibrierung an <b>Keithley 181 und Keithley 263</b>	2

$$u^2(\Delta X_{ind}) = u^2(x_{ind}) + c_X^2 \left( u^2(\delta X_{ind}) + u^2(\delta X_A) + u^2(\delta X_{Verfahren}) \right) + c_R^2 u^2(R) + c_I^2 u^2(I)$$

$$c_R = \left| \frac{\partial X}{\partial R} \right|; c_I = \left| \frac{\partial X}{\partial I} \right|; c_X = \left| \frac{\partial X}{\partial X_i} \right|;$$

**Tabellarische Darstellung der Messunsicherheitsbilanz:**

Größe	Schätzwert	Standardmessunsicherheit	Verteilung	Sensitivitätskoeffizient	Unsicherheitsbeitrag
$X_{ind}$	$\bar{x}_{ind}$	$U(x_{ind})$	Normal A		$u(x_{ind})$
$R$	$r$	$U(R)/2$	Normal	$I$	$u(R)$
$I$	$i$	$U(I)/2$	Normal	$R$	$u(I)$
$\delta X_{ind}$	0	$\Delta(\delta X_{ind})/\sqrt{3}$	Rechteck	1	$u(\delta X_{ind})$
$\delta X_A$	0	$\Delta(\delta X_A)/\sqrt{3}$	Rechteck	1	$u(\delta X_A)$
$\delta X_{Verfahren}$	0	$\Delta(\delta X_{Verfahren})/\sqrt{3}$	Rechteck	1	$u(\delta X_{Verfahren})$
$\Delta X$	$\bar{x}_{ind} - r \cdot i$				$u(\Delta X)$

Gemäß DKD-3:2002 Abschnitt 4 ergibt sich aus der Modellgleichung für die dem Ergebnis  $\Delta X$  beizuordnende relative erweiterte Messunsicherheit (k=2):

$$W_{rel}(\Delta X) = \frac{2u(\Delta X)}{X} \text{ (Bezogen auf den Kalibrierwert } X = R \cdot I)$$

### XV.3 Messung kleiner Spannungen am Nanovoltmeter Keithley 181

#### XV.3.1 Messung im Vergleich (Substitutionsverfahren)

Mit dem o.g. Kalibrierverfahren lassen sich des Weiteren am Nanovoltmeter Keithley 181 Spannungsquellen im Vergleich (Substitutionsverfahren) kalibrieren. Der Kalibriergegenstand wird hierzu am mV-Eingang (Spezial-Adapter mit niedrigen Thermospannungen) des Gerätes angeschlossen und Ergebnisse in den mV-Bereichen abgelesen. Aufwärmzeiten von 1 bis 4 Stunden sind dabei empfehlenswert. Entsprechend der besten Performance des Gerätes sind nach durchgeführter Offset-Korrektur (ZERO) mit Kurzschluss über den Anschlussklemmen (am besten an Schraubklemmen des zu vermessenen Spannungsausgangs oder mit Kupferkurzschlussbrücke) nach Anlegen der zu messenden Spannung die Funktionen DAMPING und FILTER zu aktivieren. Korrekturen werden im Gerät meist nur für den gewählten Bereich gespeichert, wodurch über RANGE bereits vorher die richtige Einstellung getroffen werden muss. Für stabile Messergebnisse werden Einschwingzeiten der Messwerte von >2 Minuten vorausgesetzt. Im Modus HIREs ist eine Anzeige von 6 ½ Stellen bei Auflösungen bis zu 1 nV möglich.

**Messunsicherheit:**

Durch den zweimaligen Anschluss und das Ablesen der Messwerte sind jeweils die Unsicherheitsbeiträge  $u(\delta X_{ind})$ ,  $u(\delta X_{Verfahren})$  und  $u(\delta X_A)$  im „worst case“ doppelt zu verbuchen. Das **Messunsicherheitsbilanz** (s. XV.2) für die dem Ergebnis beizuordnende Standardmessunsicherheit ändert sich demnach zu:

$$u^2(\Delta X_{ind}) = u^2(x_{ind}) + 2c_X^2 \left( u^2(\delta X_{ind}) + u^2(\delta X_A) + u^2(\delta X_{Verfahren}) \right) + c_R^2 u^2(R) + c_I^2 u^2(I)$$

#### XV.3.2 Direkte Messung am Nanovoltmeter

Neben Messung im Vergleich erfolgt in direkter Messung sofort der Anschluss des Kalibriergegenstandes am Nanovoltmeter. Die Geräteinstellungen sind XV.3.1 zu entnehmen. Gemäß der Rekalibrierung des Gerätes im 12 monatigen Intervall enthält das Messunsicherheitsbilanz Anteile

Ausgabe:	erstellt	geprüft/genehmigt	Kapitel	Seite
DMS.9	von: PF am: s.DMS06.08.2018	von: s. DMS am: s. DMS	Qualitätsmanagementhandbuch - XV Millivoltkalibrierung an <b>Keithley 181 und Keithley 263</b>	3

für die Jahresspezifikation aus den Herstellerangaben, die über die Konformitätsprüfung gewährleistet werden.

**Modellgleichung:**

mit

- X                   Eingestellte Spannung am Kalibriergegenstand (Kalibrierwert).
- $\Delta X$                Abweichung der Anzeige des Kalibriergegenstandes vom richtigen Wert.
- $\delta X_A$               Verfahrensbedingte Einflüsse der Thermospannungen, die sich durch die Anschlussleitungen ergeben. Die Spezialkontakte des Nanovoltmeters sind thermospannungsoptimiert und gegen Offsetabweichungen sehr unempfindlich. Messungen an Kupferblöcken an den Kontakten haben im 2 mV-Bereich lediglich Abweichungen von z.T. weit unter 10 nV ergeben (100 nV im 20 mV Bereich).
- $\delta X_P$               Weitere verfahrensbedingte Einflüsse wie Rauschen, Offset-Abweichungen, Quellimpedanz und -Kapazität oder elektromagnetische Strahlung. Z.T. Ist ein Anteil bereits im Unsicherheitsbeitrag  $\delta U_{spez}$  enthalten, weitere Anteile werden aus Messreihen zur Reproduktion von Ergebnissen am eigenen Nanovoltmeter entnommen. Dabei waren Werte  $<2$  mV auf mindestens 30 nV reproduzierbar, in Bereichen darüber auf mindestens 0,5  $\mu V$ .
- $X_{ind}$                Abgelesener Messwert am Keithley 181
- $\delta X_{Nom}$             Die zeitliche Drift und relative Messabweichung am Bereichsende des Gerätes wurde zu maximal 0,0035% vom Messwert ermittelt. Diese Werte stellen hierbei die maximalen Grenzen einer Rechteckverteilung dar.
- $\delta X_{kal}$              Korrektur durch die tatsächliche Abweichung des Messwertes vom richtigen Wert. Da das Instrument im Messbereich verwendet wird, wird diese Abweichung zu Null mit der Unsicherheit der Kalibrierung im jährlichen Intervall (Unsicherheit der Kalibrierung) verwendet. Mit dem in XV.1 beschriebenen Verfahren finden die kleinsten angebbaren Unsicherheiten aus XV.2 Anwendung.
- $\delta X_{ind}$              Korrektur aufgrund der Rundung der Anzeige am Messgerät, die innerhalb von 0,5 Digits der maximalen Auflösung gleichverteilt ist. Im Modus HIRES betragt die Stellenzahl 6 1/2 Digits, ein stabiles Ablesen wird jedoch nur auf 5 1/2 Digits mit einer maximalen Auflosung von 10 nV angenommen, d.h. die Ableseunsicherheit ist mindestens innerhalb von  $\pm 10$  nV gleichverteilt.

ergibt sich aus

$$X - \Delta X = X_{ind} + \delta X_A + \delta X_P + \delta X_{ind} + \delta X_{Nom} + \delta X_{kal}$$

die fur die Berechnung der kleinsten angebbaren Messunsicherheit mazgebliche Modellgleichung:

$$\Delta X = X - (X_{ind} + \delta X_A + \delta X_P + \delta X_{ind,r} + \delta X_{Nom} + \delta X_{kal})$$

**Messunsicherheitsbilanz:**

Fur die dem Ergebnis beizuordnende Standardmessunsicherheit ergibt sich daraus:

$$u^2(\Delta X) = u^2(x_{ind}) + c^2(u^2(\delta X_A) + u^2(\delta X_P) + u^2(\delta X_{ind}) + u^2(\delta X_{Nom}) + u^2(\delta X_{kal}))$$

$$c = \left| \frac{\partial(\Delta X)}{\partial X_i} \right| = 1$$

<b>Ausgabe:</b> DMS.9	<b>erstellt</b> von: PF am: s.DMS06.08.2018	<b>gepruft/genehmigt</b> von: s. DMS am: s. DMS	<b>Kapitel</b> Qualitatsmanagementhandbuch - <b>XV Millivoltkalibrierung an Keithley 181 und Keithley 263</b>	<b>Seite</b> 4
--------------------------	--	--	---	-------------------

**Tabellarische Darstellung der Messunsicherheitsbilanz:**

Größe	Schätzwert	Standardmessunsicherheit	Verteilung	Sensitivitätskoeffizient	Unsicherheitsbeitrag
$X_{ind}$	$\bar{x}_{ind}$	$U(x_{ind})$	Normal A		$u(x_{ind})$
$X$	$x$		-	-	-
$\delta X_{ind}$	0	$\Delta(\delta X_{ind})/\sqrt{3}$	Rechteck	1	$u(\delta X_{ind})$
$\delta X_A$	0	$\Delta(\delta X_A)/\sqrt{3}$	Rechteck	1	$u(\delta X_A)$
$\delta X_P$	0	$\Delta(\delta X_P)/\sqrt{3}$	Rechteck	1	$u(\delta X_P)$
$\delta X_{kal}$	0	$U(\delta X_{kal})/2$	Normal	1	$u(\delta X_{kal})$
$\delta X_{Nom}$	0	$\Delta(\delta X_{Nom})/\sqrt{3}$	Rechteck	1	$u(\delta X_{Nom})$
$\Delta X$	$\bar{x} - \bar{x}_{ind}$				$u(\Delta X)$

Gemäß DKD-3:2002 Abschnitt 4 ergibt sich aus der Modellgleichung für die dem Ergebnis  $\Delta X$  beizuordnende relative erweiterte Messunsicherheit ( $k=2$ ):

$$W_{rel}(\Delta X) = \frac{2u(\Delta X)}{X} \quad (\text{Bezogen auf den Kalibrierwert } X)$$

### XV.4 Ergebnis

Da in den allen Fällen (Erzeugung über Widerstand, Vergleichsmessung, direkte Messung) die Messunsicherheiten immer größer oder gleich der Unsicherheiten aus XV.3.2 der Direktmessmethode sind, können diese Ergebnisse als Obergrenze der Messunsicherheit herangezogen werden.

Kalibrierwert	$U_{max}(\Delta X)$
0 $\mu V$ bis 2 mV	0,3 $\mu V$
2 mV bis 20 mV	$20 \cdot 10^{-6} \cdot U + 1 \mu V$
20 mV bis 200 mV	$40 \cdot 10^{-6} \cdot U + 1 \mu V$

Die zu Grunde liegenden **Zahlenwerte und Ergebnisse** der Berechnungen für die einzelnen Bereiche sind der mitgeltenden Excel-Tabelle

- [„Messunsicherheiten Tabelle XV- Millivoltkalibrierung“](#)

zu entnehmen, die Ergebnisse werden im Leistungsnachweis aufgeführt.

Mit den unterschiedlichen Verfahren stehen gute Methoden zur Verfügung die unterschiedlichen Geräte für Kleinstspannungserzeugung gegeneinander zu prüfen und die Messunsicherheiten zu verifizieren.

Ausgabe:	erstellt	geprüft/genehmigt	Kapitel	Seite
DMS.9	von: PF am: s.DMS06.08.2018	von: s. DMS am: s. DMS	Qualitätsmanagementhandbuch - <b>XV Millivoltkalibrierung an Keithley 181 und Keithley 263</b>	5



© esz AG, 2018

Dieses Werk ist unter einer Creative Commons Lizenz vom Typ Namensnennung - Nicht-kommerziell - Weitergabe unter gleichen Bedingungen 4.0 International zugänglich. Um eine Kopie dieser Lizenz einzusehen, konsultieren Sie <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/> oder wenden Sie sich brieflich an Creative Commons, Postfach 1866, Mountain View, California, 94042, USA.

Ausgabe:	erstellt	geprüft/genehmigt	Kapitel	Seite
DMS.9	von: PF am: s.DMS06.08.2018	von: s. DMS am: s. DMS	Qualitätsmanagementhandbuch - <b>XV Millivoltkalibrierung an Keithley 181 und Keithley 263</b>	1