

UTILISATION D'UN COMPAREUR CRYOGÉNIQUE DE COURANTS CONTINUS POUR LA MÉTROLOGIE DE L'AMPÈRE

L. Devoille, N. Feltin, J.-C. Lacueille et F. Piquemal
Bureau National de Métrologie - Laboratoire National d'Essais (BNM-LNE)
33 av. du Général Leclerc, F-92260 Fontenay-aux-Roses, France

Résumé

Dans le cadre de ses activités de métrologie électrique fondamentale, le BNM-LNE développe un Comparateur Cryogénique de Courants Continus (4C) utilisé comme amplificateur de très faibles courants. Ce 4C permet d'amplifier et de mesurer le courant généré par une pompe à électrons, dispositif à effet tunnel à un électron, qui doit servir à terme à la mise au point d'un étalon quantique de courant. Cet article présente les résultats des mesures d'une pompe avec un 4C de gain 10 000 ainsi que les caractéristiques et les performances attendues d'un nouveau 4C de gain 45 000.

Abstract

In the framework of its fundamental electrical metrology activities, the BNM-LNE is developing a Cryogenic Current Comparator (CCC) used as a very low current amplifier. This CCC allows to amplify and measure the current generated by an electron pump, a single electron tunneling effect device, which will be used in the future as a quantum standard of current. This paper deals with the results of measurements carried out on a pump by means of a 10 000 gain CCC, and with the characteristics and expected performances of a new 45 000 gain CCC.

Introduction

Le Comparateur Cryogénique de Courants Continus (4C), outil très utilisé en métrologie électrique, est aujourd'hui le dispositif le plus performant pour mesurer des très faibles courants ($< 1\text{nA}$) avec la plus grande exactitude. L'application métrologique la plus répandue est son utilisation dans un pont de résistances pour comparer des résistances étalons à l'étalon quantique de résistance (Effet Hall Quantique) [1]. L'incertitude totale atteinte pour ce genre de comparaison est de l'ordre de 10^{-9} . Il existe d'autres applications des 4C. Des 4C de type II sont utilisés pour la mesure de résistances à très forts courants (jusqu'à 100 A) avec une incertitude relative inférieure à 10^{-7} [2]. Un deuxième usage de cet outil est la détection de faisceaux de particules chargées [3], en l'adaptant pour des mesures de faisceau d'ions (activité) ou en l'utilisant comme amplificateur de courant (dosimétrie).

Ces dernières années, le Bureau National de Métrologie - Laboratoire National d'Essais a développé une autre application des 4C : l'utilisation du Comparateur Cryogénique de Courants Continus comme amplificateur de très faibles courants, dans le but de mesurer avec l'incertitude la plus faible possible les courants délivrés par des dispositifs à effet tunnel à un électron (Single Electron Tunneling ou SET). Les dispositifs SET utilisés dans cette

étude sont des pompes à électrons qui génèrent des courants de quelques picoampères. L'objectif ultime de ces travaux est la mise au point d'un étalon quantique de courant basé sur cet effet quantique, qui est pour l'Ampère l'équivalent de l'effet Hall quantique pour l'Ohm et de l'effet Josephson pour le Volt. Cette étude s'inscrit dans le cadre plus large de la réalisation de l'expérience du triangle métrologique, qui consiste à vérifier à un niveau d'incertitude de 10^{-8} la cohérence des constantes impliquées dans les trois effets quantiques : constante de von Klitzing R_K pour l'effet Hall quantique, constante de Josephson K_J pour l'effet Josephson et charge de l'électron e pour l'effet tunnel à un électron [4].

La pompe à électrons : principe

Les pompes à électrons étudiées dans cette étude ont été fournies par la PTB, dans le cadre du projet européen COUNT [5]. Une pompe à électrons est constituée de jonctions tunnel mises en série. La figure 1 représente le schéma d'une pompe à 3 jonctions.

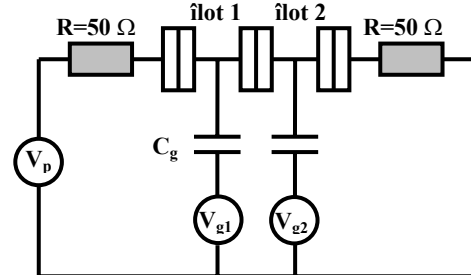


Figure 1 : Pompe à électrons de type R.

L'électrode intermédiaire située entre deux jonctions constitue un îlot métallique. Chacun de ces îlots est couplé à une tension de grille à travers une capacité C_g . Le principe de fonctionnement d'une pompe est basé sur le blocage de Coulomb : le transfert d'un électron par effet tunnel sur l'îlot 1 est impossible lorsque l'énergie de charge résultant de la présence d'un électron en excès sur l'îlot 1 est supérieure à l'énergie thermique kT . Cette énergie de charge peut être modulée en faisant varier la tension de grille V_{g1} . Selon la valeur de V_{g1} , le passage de l'électron sur l'îlot 1 sera possible ou interdit. Il en sera de même pour l'îlot 2. Ainsi, en appliquant aux capacités de grilles deux signaux périodiques de fréquence f déphasés de manière appropriée, le passage d'un électron est autorisé successivement à travers chacune des trois jonctions. La pompe est alors traversée par un courant quantifié $I = e \cdot f$. Ce courant est généré sur une plage de tension de polarisation V_p , de $100 \mu\text{V}$ typiquement et se manifeste sous la forme d'une marche de courant dans la caractéristique $I-V_p$.

L'exactitude du transfert de charge à travers la pompe est limitée par l'effet tunnel concomitant, qui se manifeste par le passage simultané et cohérent d'électrons à travers les jonctions. Pour limiter cet effet, les pompes de la PTB sont des pompes de type R : elles possèdent des résistances de chrome de l'ordre de 50Ω à chaque extrémité de la pompe [6].

Dispositif expérimental

La capacité des îlots est généralement inférieure à 1 fF, ce qui correspond à une énergie de charge équivalente à quelques Kelvin. Pour interdire un transfert d'électrons à travers la structure dû aux excitations thermiques, la cellule expérimentale contenant la pompe doit être située à très basse température, sous la chambre de mélange d'un réfrigérateur à dilution (30 mK). Le schéma du câblage utilisé pour la mesure des pompes à électrons est représenté sur la Figure 2. Les grilles sont connectées par des lignes coaxiales en cuivre-nickel de 50Ω . Le filtrage des signaux de grilles est assuré par deux atténuateurs -20 dB placés à 800 mK et 4,2 K, ainsi que par deux filtres méandres fournis par le groupe Quantronique du CEA-Saclay [7]. Le premier filtre méandre protège la pompe et le 4C contre le rayonnement du corps noir provenant de la partie haute du câblage, le second protège la pompe des radiations du SQUID. La ligne de polarisation est munie d'un diviseur résistif de rapport 10^4 situé à 4,2 K, qui permet de supprimer les f.e.m. thermiques.

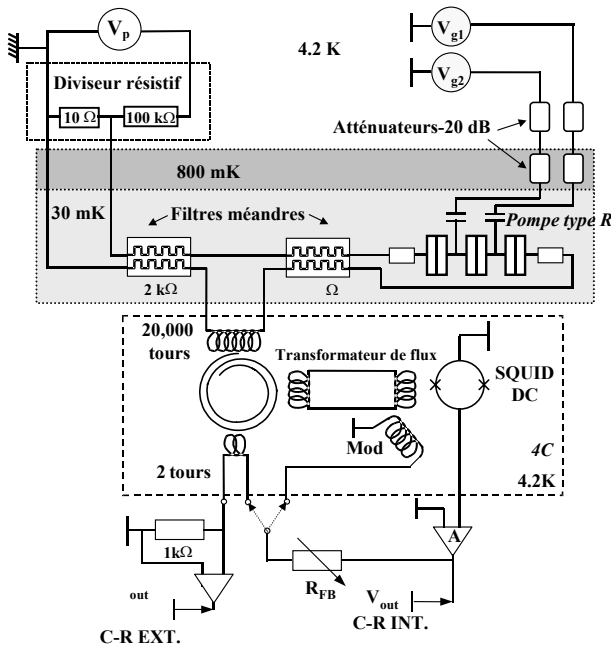


Figure 2 : Schéma de câblage du dispositif expérimental.

Le 4C : description et performances

L'amplification et la mesure du courant issu de la pompe est réalisée avec un Comparateur Cryogénique de

Courants Continus (4C). Il s'agit d'un 4C de type I dont les enroulements sont bobinés avec du fil supraconducteur de Niobium-Titane de $60 \mu\text{m}$ de diamètre. Le blindage toroïdal est réalisé avec de la feuille de plomb de 0,1 mm d'épaisseur. Il comporte un seul tour de recouvrement. L'enroulement primaire est constitué de 20 000 tours, le secondaire de 2 tours, ce qui donne un rapport d'enroulement (gain d'amplification) de 10 000. Les dimensions de ce 4C sont les suivantes : diamètre extérieur 45 mm, diamètre intérieur 20 mm, hauteur 15 mm. L'ensemble bobines-blindage toroïdal est couplé à un SQUID DC commercial. Le 4C baigne dans le bain d'hélium liquide du cryostat (4,2 K).

Blindage :

Le blindage du 4C destiné à le protéger contre les perturbations magnétiques externes est constitué de trois cylindres coaxiaux. Le blindage extérieur est réalisé en matériau ferromagnétique (Cryoperm®) de perméabilité supérieure à 10 000 à 4,2 K et est refermé à ses deux extrémités haute et basse. Il assure une première protection contre le champ magnétique terrestre. Le blindage intermédiaire est supraconducteur et fabriqué avec de la feuille de plomb. Il est refermé en bas et est isolé de la masse. Enfin, le blindage interne lui-même supraconducteur est en niobium et est refermé à ses deux extrémités. Ces trois blindages assurent une atténuation du champ magnétique externe estimée au total à 240 dB.

Couplage entre le 4C et le SQUID :

Pour que la sensibilité du 4C soit optimale, il est nécessaire d'adapter l'inductance du transformateur de flux à l'inductance d'entrée du SQUID L_{SQ} . Le nombre de tours optimal du transformateur de flux N_{opt} est donné par :

$$N_{opt} = \sqrt{\frac{L_{SQ}}{L_{4C}}}$$

L'inductance du blindage toroïdal L_{4C} a été calculé et vaut 15 nH. L'inductance d'entrée du SQUID est de $1,8 \mu\text{H}$, ce qui donne un nombre de tours optimal $N_{opt} = 11$ tours. Dans ces conditions, la sensibilité du 4C (courant d'entrée nécessaire pour accroître le signal mesuré par le SQUID d'un quantum de flux $\Phi_0 = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Wb}$) est donnée par :

$$S_{4C}^{opt} = \frac{2N_{opt}}{I_{cr}} \cdot S_{SQ}$$

où N_l est le nombre de tours de l'enroulement primaire du 4C, k la constante de couplage entre le 4C et le transformateur de flux ($k \approx 0,9$) et S_{SQ} la sensibilité du SQUID. Pour ce 4C, la sensibilité théorique calculée avec cette expression est $4,7 \mu\text{At}/\Phi_0$, ce qui conduirait à une résolution en courant de $0,7 \text{ fA}/\text{Hz}^{1/2}$ à 1 Hz, en tenant compte du bruit intrinsèque du SQUID ($3 \cdot 10^{-6} \Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$), quand celui-ci est non couplé. Expérimentalement, la résolution en courant mesurée est de $4 \text{ fA}/\text{Hz}^{1/2}$ à 1 Hz [8].

L'électronique du 4C :

Pour le contrôle du SQUID, une électronique commerciale est utilisée. Le 4C peut fonctionner avec deux modes de contre-réaction : contre-réaction interne (C-R INT. sur la Figure 2) et contre-réaction externe (C-R EXT.). Les résultats présentés par la suite ont été obtenus en mode de contre-réaction interne : le flux magnétique appliqué au SQUID dû au passage du courant à travers l'enroulement primaire du 4C (20 000 tours) est contre-balançé en injectant dans la bobine de modulation du SQUID le courant de sortie délivré par l'électronique de contrôle. Dans ce cas, le gain en courant du 4C vaut $5,8 \cdot 10^3$. Pour bénéficier du gain exact du 4C égal à 10 000, le système doit être utilisé en mode de contre-réaction externe, plus délicat à mettre en œuvre. Dans ce cas, le courant de sortie est injecté dans l'enroulement secondaire du 4C (2 tours). Cependant, dans le mode le plus simple (contre-réaction interne), il a été montré que le faible niveau de bruit du 4C permet de mesurer le courant généré par une pompe à électron avec une incertitude de type A très faible : le bruit en courant de l'ensemble 4C + pompe + câblage représenté sur la figure 3 est très proche du bruit intrinsèque du 4C ($4 \text{ fA/Hz}^{1/2}$).

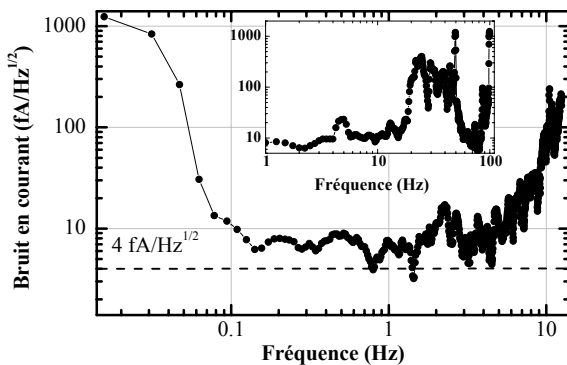


Figure 3 : Spectre de bruit en courant du système complet (4C + pompe + câblage) en mode de contre-réaction interne. La valeur de $4 \text{ fA/Hz}^{1/2}$ correspond au bruit en courant du 4C seul. L'insert représente des pics autour de 10 Hz dus aux vibrations mécaniques du système.

Mesures sur une pompe à électrons

Le système expérimental décrit précédemment a été utilisé pour étudier une pompe à électrons de type R. Dans un premier temps, la pompe a été caractérisée en mode statique, i.e. sans appliquer de signal périodique aux grilles pour pomper les électrons. Ces mesures ont permis de déterminer les couples de tensions de grille (V_{g10}, V_{g20}) pour lesquels les deux jonctions sont passantes, ce qui induit le passage d'un courant à travers la pompe.

Ensuite, la pompe a été étudiée en mode de pompage. Deux signaux périodiques de même fréquence f mais déphasés d'environ 90° sont alors ajoutés aux tensions continues (V_{g10}, V_{g20}), de façon à contrôler le passage des électrons un à un à travers la pompe. Dans ce cas, en faisant varier la tension de polarisation V_p , une

marche de courant à la valeur $I = e \cdot f$ est observée. En ajoutant 180° au déphasage entre les deux signaux, le courant est inversé et vaut $-ef$. Sur la figure 4 est représentée la déviation du courant autour de sa valeur à tension de polarisation nulle pour $f = 10 \text{ MHz}$ et $\Phi \approx 90^\circ$. Ce type de mesures a été réalisé à différentes fréquences, dans la gamme 5-30 MHz [9].

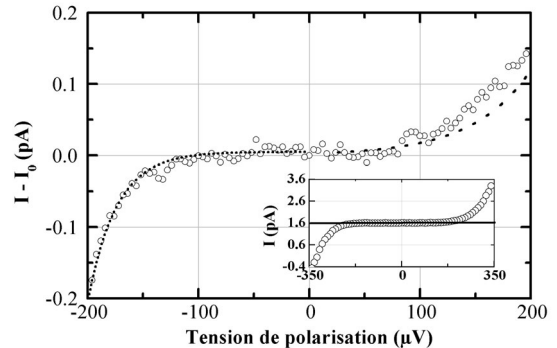


Figure 4 : Marche de courant à la fréquence de pompage $f = 10 \text{ MHz}$. I_0 est le courant à tension de polarisation nulle : $I_0 = 1,6 \text{ pA}$.

Des mesures de courant sur une longue durée à tension de polarisation nulle ont été menées à différentes fréquences de pompage comprises entre 5 et 30 MHz. La figure 5 représente les valeurs du rapport $q / \langle q \rangle$, où $q = I/f$ et $\langle q \rangle$ est la moyenne de q sur l'ensemble des mesures. Lors de ces mesures, le sens du courant est inversé périodiquement toutes les 1,5 secondes, de manière à s'affranchir du bruit en $1/f$. La valeur reportée I est la moyenne du courant moyen mesuré sur deux périodes : $I = (I^+ - I^-)/2$.

Le bruit et la stabilité du courant ont été étudiés à l'aide de la variance d'Allan. La période d'échantillonnage correspond au temps entre deux observations et vaut donc $\tau_0 = 3 \text{ s}$. L'insert de la figure 5 présente l'écart-type d'Allan en fonction de la période moyenne $\tau = m \cdot \tau_0$. Elle varie en $\tau^{-1/2}$ (fonction représentée par la ligne pointillée sur la figure), durant toute la durée de l'expérience. Cette variation correspond à un régime de bruit blanc. Dans ce cas précis de régime de bruit blanc, la variance d'Allan est égale à la variance classique et l'écart type expérimental de la moyenne, donné par la racine carrée de cette variance divisée par la racine carrée du nombre d'observations, est un estimateur sans biais de la statistique des courants mesurés. Sa valeur nous donne donc une parfaite évaluation de type A de l'incertitude. Les écarts-types obtenus à partir de cette analyse sont représentés par les barres d'erreur de la figure 5.

La meilleure incertitude de type A obtenue sur cette série de mesures est de 12aA. Elle a été obtenue pour un courant de 3,2 pA ($f = 20 \text{ MHz}$) et sur un temps de mesure d'environ 12 heures [9]. Cette valeur correspond à une incertitude relative inférieure à $4 \cdot 10^{-6}$. Ce premier résultat est encourageant mais cette incertitude relative est 400 fois supérieure à celle requise pour l'expérience du triangle métrologique.

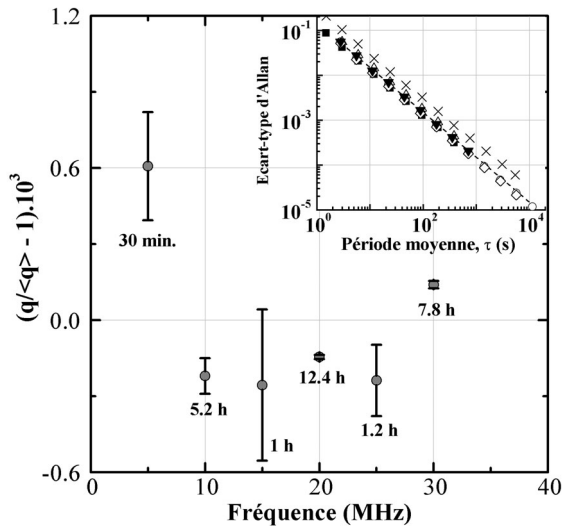


Figure 5 : Ecart entre la valeur mesurée $q = If$ et la valeur moyenne $\langle q \rangle$ pour différentes fréquences de pompage des électrons. Les barres d'erreur correspondent aux incertitudes de type A (1σ). L'insert représente l'écart-type d'Allan en fonction de la période moyenne.

Réalisation d'un nouveau 4C de rapport d'enroulements 45 000

Dans le but d'améliorer l'incertitude sur la mesure du courant généré par les dispositifs SET, un nouveau 4C de gain supérieur a été réalisé. Comme pour le 4C de gain 10 000 utilisé pour les mesures précédentes, les enroulements de ce 4C sont bobinés avec du fil de Niobium-Titane de 60 μm de diamètre. Il comporte deux enroulements de 30 000 et 15 000 tours, qui par mise en série permettent d'obtenir un enroulement primaire de 45 000 tours, et deux enroulements secondaires de un et deux tours. Son rapport d'enroulement (gain d'amplification) maximal est donc de 45 000. Compte-tenu du grand nombre de tours, ses dimensions sont supérieures à celles du 4C de gain 10 000 : diamètre extérieur 114 mm, diamètre intérieur 79 mm, hauteur 25 mm. Son blindage toroïdal réalisé avec de la feuille de plomb possède deux tours de recouvrement. Ce 4C est couplé à un SQUID DC commercial.

Ce 4C a été installé et câblé à l'intérieur d'une enceinte régulée à 1,5 K (Figure 6). Cette température de fonctionnement plus basse que pour le 4C de gain 10 000 induit une diminution du bruit thermique du dispositif. La conjugaison des deux facteurs d'amélioration (plus grand rapport d'enroulement et température de fonctionnement plus basse) permet d'espérer un bruit en courant inférieur à $100 \text{ aA/Hz}^{1/2}$, soit une amélioration du bruit d'un facteur 40 par rapport au 4C de rapport 10 000.

Ce nouveau 4C est en cours de test pour déterminer ses performances.

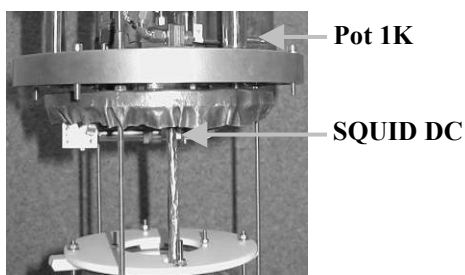


Figure 6 : 4C de rapport d'enroulements 45 000 installé dans l'enceinte régulée à 1,5 K.

Conclusion

Les premiers résultats obtenus en mesurant le courant généré par une pompe à électrons ont montré l'intérêt d'utiliser un Comparateur Cryogénique de Courants Continus comme amplificateur de courant pour la mesure de très faibles courants. Les performances atteintes (quelques 10^{-6} en valeur relative) sont 100 fois supérieures aux meilleures possibilités actuelles d'étalonnage de très faibles courants, obtenues par l'utilisation d'un intégrateur et la mesure de la durée nécessaire pour charger, à partir du courant à mesurer, un condensateur de capacité connue sous une tension connue : avec cette technique, pour un courant de 1 pA, l'incertitude type est de 500 aA, soit $5 \cdot 10^{-4}$ en valeur relative. Cela montre d'ors et déjà l'intérêt de disposer d'un étalon quantique de courant basé sur une pompe à électrons couplée à un 4C.

Cependant, pour atteindre le niveau d'incertitude requis pour la mise en œuvre de l'expérience du triangle métrologique, il est nécessaire de gagner encore deux ordres de grandeur sur l'incertitude. Les développements de nouveaux 4C de plus grands rapports d'enroulements, en cours au BNM-LNE, devraient permettre d'améliorer cette incertitude. Parallèlement à ces travaux, d'autres pistes sont actuellement explorées : utilisation de SQUIDS mieux adaptés aux 4C fabriqués que les SQUIDS commerciaux et mise au point de nouveaux dispositifs SET délivrant des courants plus importants.

Références

- [1] F. Piquemal, "L'effet Hall quantique en métrologie", Bulletin du Bureau National de Métrologie, Vol. 1999-2, pp. 5-57, 1999.
- [2] J. M. Williams et P. Kleinschmidt, "A cryogenic current comparator bridge for resistance measurements at currents of up to 100 A", IEEE transactions on Instrumentation and Measurement, Special issue on selected papers CPEM'2002, à paraître.
- [3] Site internet : www.count.nl
- [4] L. Hao, J. C. Macfarlane et J. C. Gallop, "Ion beam measurement with a high-temperature superconductor Squid and current comparator", IEEE Transactions on

Instrumentation and Measurement, Vol. 50, pp. 302-305, 2001.

[5] F. Piquemal et G. Genevès, "Argument for a direct realization of the quantum metrological triangle", Metrologia, Vol. 37, pp. 207-211, 2000.

[6] S. V. Lotkhov, S. A. Bogolovsky, A. B. Zorin et J. Niemeyer, "Operation of a three-junction single-electron pump with on-chip resistors", Applied Physics Letter, Vol. 78, pp. 946-948, 2001.

[7] D. Vion, P. F. Orfila, P. Joyez, D. Estève et M. H. Devoret, "Miniature electrical filters for single electron

devices", Journal of Applied Physics, Vol. 77, pp. 2519-2524, 1995.

[8] F. Gay, F. Piquemal et G. Genevès, "Ultralow noise current amplifier based on a cryogenic current comparator", Review of Scientific Instruments, Vol. 71, pp. 4592-4595, 2000.

[9] N. Felton, L. Devoille, F. Piquemal, S. V. Lotkhov et A. B. Zorin, "Progress in measurements of a single-electron pump by means of a CCC", IEEE transactions on Instrumentation and Measurement, Special issue on selected papers CPEM'2002, à paraître.