



## ISTITUTO NAZIONALE DI RICERCA METROLOGICA Repository Istituzionale

Ponti di impedenza digitali di nuova generazione per la realizzazione del Farad da campioni quantistici in grafene

*Original*

Ponti di impedenza digitali di nuova generazione per la realizzazione del Farad da campioni quantistici in grafene / Marzano, M.; Pimsut, Y.; Kruskopf, M.; Yin, Y.; D'Elia, V.; Kraus, M.; Ortolano, M.. - (2022), pp. 119-124. (Intervento presentato al convegno VI Forum Nazionale delle Misure tenutosi a Brescia nel 15-17 settembre 2022).

*Availability:*

This version is available at: 11696/76085 since: 2023-02-24T11:36:04Z

*Publisher:*

*Published*

DOI:

*Terms of use:*

This article is made available under terms and conditions as specified in the corresponding bibliographic description in the repository

*Publisher copyright*

(Article begins on next page)

12 August 2023

## PONTI DI IMPEDENZA DIGITALI DI NUOVA GENERAZIONE PER LA REALIZZAZIONE DEL FARAD DA CAMPIONI QUANTISTICI IN GRAFENE

M. Marzano<sup>(1)</sup>, Y. Pimsut<sup>(2,3)</sup>, M. Kruskopf<sup>(2)</sup>, Y. Yin<sup>(2)</sup>, V. D'Elia<sup>(1)</sup>, M. Kraus<sup>(2)</sup>, M. Ortolano<sup>(4,1)</sup>, S. Bauer<sup>(2)</sup>, R. Behr<sup>(2)</sup> and L. Callegaro<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Divisione di Metrologia Quantistica e Nanotecnologie, INRIM - Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica, Strada delle Cacce 91 - 10135 Torino, Italy

<sup>(2)</sup> National Institute of Metrology (Thailand), 12120 Pathum Thani, Thailand

<sup>(3)</sup> PTB - Physikalisch-Technische Bundesanstalt, 38116 Braunschweig, Germany

<sup>(4)</sup> Dipartimento di Elettronica e Telecomunicazioni, Politecnico di Torino,

Corso Duca degli Abruzzi 24 - 10129 Torino, Italy

e.mail autore di riferimento: m.marzano@inrim.it

### 1. INTRODUZIONE

Nel Sistema internazionale di unità (SI), una possibile realizzazione delle unità di resistenza e impedenza elettrica è basata sull'effetto Hall quantistico (QHE), un effetto quantistico macroscopico che si manifesta in gas bidimensionali di elettroni a bassa temperatura e in campo magnetico intenso. In queste condizioni, si manifesta una resistenza di Hall quantizzata (*quantized Hall resistance*, QHR) a valori  $R_H = R_K/i$ , dove  $R_K = h/e^2 = 25\,812.807\,459\,304\,5\,\Omega$  è la costante di von Klitzing [1] e  $i$  un numero intero piccolo. Il valore di  $R_K$ , definito come esatto e quindi senza incertezza, dipende solo dalla costante di Planck  $h$  e dalla carica elementare  $e$ . I dispositivi QHR in GaAs/AlGaAs tradizionalmente utilizzati richiedono condizioni sperimentali estreme (ad esempio, temperatura bassa e campo magnetico intenso, inferiore a 1 K e superiore a 10 T, rispettivamente) per manifestare una QHR di valore  $R_H = 12\,906.403\,729\,652\,25\,\Omega$ , corrispondente a  $i = 2$  e tipicamente impiegato per le applicazioni metrologiche.

In regime alternato, l'unità di capacità elettrica, il farad, può essere realizzata direttamente da campioni QHR (ACQHR) con opportuni ponti di impedenza che confrontano il valore di impedenza dell'ACQHR con quello di un campione di capacità a una determinata frequenza.

Con i ponti di impedenza tradizionali a rapporto di trasformatore questo è possibile solo implementando un ponte in quadratura, ovvero un ponte di impedenza a doppio prodotto [2] che confronta l'impedenza di due resistori con quella di due condensatori ad una frequenza angolare fissa adeguatamente selezionata. L'implementazione di questo principio [3] è una rete elettrica molto complessa con molti componenti elettromagnetici. La complessità di queste reti può essere ridotta con una parziale digitalizzazione e quindi automazione della procedura di bilanciamento [4]. Con due resistori tarati contro un dispositivo QHR o che sono essi stessi dei dispositivi QHR, il ponte in quadratura può quindi essere utilizzato per realizzare il farad dal QHR. Data la complessità dell'esperimento, fino a questo momento solo un laboratorio nel mondo mantiene un ponte in quadratura con due dispositivi QHR in un singolo criostato [5].

Una valida alternativa ai ponti in quadratura è rappresentata dai ponti di impedenza digitali, recentemente sviluppati, che permettono il confronto di impedenze con angoli di fase arbitrari. Il funzionamento di questi ponti, infatti, si basa sull'utilizzo di generatori di segnale digitali regolabili in ampiezza e fase che garantiscono una maggiore flessibilità rispetto ai generatori precedentemente utilizzati.

L'approccio digitale permette di sviluppare ponti basati su reti elettriche meno complesse e quindi anche di più semplice implementazione [6,7]. Una ulteriore alternativa è rappresentata da una particolare tipologia di ponte di impedenza digitale, che sfrutta due sintetizzatori Josephson di forme d'onda arbitrarie (*Josephson Arbitrary Waveform Synthesizer*, JAWS) capaci di generare rapporti di tensione arbitrari con un angolo di fase arbitrario. Fornendo segnali quantizzati in regime alternato e con un contenuto armonico estremamente basso [8], i JAWSs possono essere utilizzati in modo efficace per la metrologia di impedenza [9].

L'obiettivo del progetto europeo GIQS<sup>1</sup> è permettere una riferibilità economicamente efficiente delle

<sup>1</sup>EMPIR Joint Research Project 18SIB07 GIQS "Graphene Impedance Quantum Standard" ([www.ptb.de/empir2019/giqs/](http://www.ptb.de/empir2019/giqs/)). This

unità di impedenze elettriche alle costanti di definizione dell' SI che possa essere adottata dagli Istituti Metrologici Nazionali, dai centri di taratura e dall'industria.

A questo scopo i partner del progetto hanno lavorato allo sviluppo di un campione di impedenza economicamente accessibile e facile da operare che combini ponti di impedenza digitali di nuova generazione e campioni quantistici in grafene. Nei dispositivi QHE in grafene, infatti, l'effetto Hall quantistico si manifesta a campi magnetici inferiori (ad esempio, 5 T) e a temperature superiori (ad esempio, 4.2 K) rispetto ai dispositivi semiconduttori tradizionalmente impiegati, come i ben consolidati dispositivi in GaAs [10]. Le condizioni di lavoro possono quindi essere ottenute con sistemi criogenici più semplici e meno dispendiosi, motivo che rende i dispositivi in grafene di grande interesse per la realizzazione delle unità elettriche.

In questo contesto, l'Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM), in collaborazione con il Politecnico di Torino (POLITO), e il Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB, Germania) hanno sviluppato un ponte di impedenza elettronico [11] e uno Josephson [12], rispettivamente.

Le prestazioni dei due ponti nella realizzazione del farad dal QHR sono state confrontate direttamente trasportando il ponte INRIM-POLITO al PTB per effettuare misure con entrambi i ponti contro lo stesso dispositivo ACQHR in grafene, fabbricato al PTB.

## 2. PONTI DI IMPEDENZA DIGITALI

Un ponte di impedenza digitale è un sistema di misura operante in regime alternato che permette di determinare un rapporto di impedenze dal rapporto di due segnali generati da un generatore di segnale digitale regolabile.

Il ponte sviluppato da INRIM-POLITO, in collaborazione con il Politecnico di Torino, è un ponte di impedenza elettronico che determina il rapporto di impedenze da un rapporto di tensioni generate da un generatore elettronico polifasico [11]. L'incertezza del ponte è minima in condizione di rapporto 1 : 1 tra le impedenze e risulta essere inferiore a una parte in  $10^7$ . Quando una delle due impedenze è un campione ACQHR, quindi di valore  $R_H = 12\,906.403\,729\,652\,25\,\Omega$ , questa condizione si ottiene scegliendo opportunamente il valore nominale del condensatore  $C$  da tarare e della frequenza  $f$  di lavoro così che il rapporto tra le impedenze  $2\pi f R_H C = 1$  (ad esempio,  $C = 10\text{ nF}$  a  $f = 1233\text{ Hz}$ ).

L'implementazione del ponte si basa su un generatore di segnali sinusoidali digitale polifasico con sette canali sviluppato dall'Università di Zielona Góra, in Polonia. In particolare, 2 canali producono le tensioni di riferimento il cui rapporto è confrontato con il rapporto di impedenze; tre canali alimentano i circuiti ausiliari per la realizzazione della definizione a quattro porte delle impedenze confrontate; un canale fornisce l'iniezione ausiliaria responsabile della minimizzazione dell'incertezza. L'ultimo canale fornisce il riferimento di frequenza al rilevatore di zero sensibile alla fase utilizzato per il bilanciamento del ponte, procedura resa automatica da un software appositamente sviluppato.

Il ponte sviluppato dal PTB è un ponte di impedenza Josephson [12] che determina un rapporto di impedenze dal rapporto di tensioni generate da due sintetizzatori Josephson di forme d'onda arbitrarie (JAWSS) [8]. Il ponte Josephson può operare in condizioni di rapporto arbitrario tra le impedenze con un'incertezza inferiore a una parte in  $10^8$ .

L'implementazione del ponte è basata su due JAWSS indipendenti operanti in elio liquido. Gli impulsi a radio frequenza richiesti sono generati con un generatore di impulsi con due memorie indipendenti che condividono lo stesso clock. L'angolo di fase è impostato spostando il bit iniziale del treno di impulsi nella seconda memoria rispetto a quello della prima.

## 3. CONFRONTO

Un confronto diretto tra il ponte di impedenza elettronico di INRIM-POLITO e quello Josephson del PTB è stato organizzato per la loro mutua validazione e la valutazione delle loro prestazioni nella realizzazione del farad. Il ponte di INRIM-POLITO è stato quindi trasferito al PTB e installato nel

---

work is supported by the Joint Research Project GIQS (18SIB07). This project received funding from the European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR) co-financed by the Participating States and from the European Unions' Horizon 2020 research and innovation programme. Martina Marzano received fundings from the EMPIR Research Mobility Grant 18SIB07-RMG1 related to the Joint Research Project GIQS.

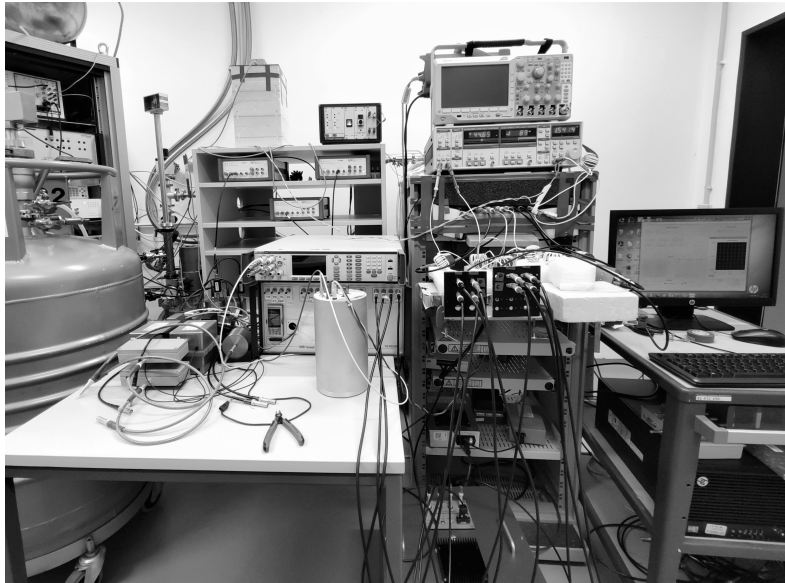


Figura 1: Implementazione dei ponti di impedenza elettronico dell'INIRM (destra) e Josephson del PTB (sinistra) nel laboratorio del PTB.

laboratorio in cui operano il ponte del PTB e i sistemi criogenici ospitanti il campione ACQHR in grafene e i dispositivi JAWS, come mostrato in figura ???. Sono state effettuate con entrambi i ponti di impedenza misure di campioni di impedenza termostatati e di effetto Hall quantistico in regime alternato su un dispositivo QHE in grafene, fabbricato nella nanofacility del PTB, nello stesso ambiente criogenico.

I campioni di impedenza termostatati impiegati nella valutazione tecnica dei ponti sono un campione di resistenza e di capacità di valore  $12.9 \text{ k}\Omega$  e  $10 \text{ nF}$ , rispettivamente. Entrambi i campioni hanno una variazione nel tempo limitata a pochi  $\text{n}\Omega \Omega^{-1}$  e  $\text{nF F}^{-1}$ , rispettivamente, che non serve considerare nel confronto, essendo che le misure sugli stessi campioni con entrambi i ponti sono effettuate sempre nell'arco dello stesso giorno. I campioni sono posti nello stesso termostato a due stadi con una stabilità dell'ordine del mK.

Il dispositivo ACQHR in grafene utilizzato nel confronto è un dispositivo in grafene fabbricato nella nanofacility del PTB come descritto in letteratura[13]. Il numero di contatti è limitato a 6 per ridurre le capacità parassite permettendo allo stesso tempo le connessioni a tripla-serie richieste [14]. Il portacampioni su cui il dispositivo è montato è progettato specificatamente per misure in regime alternato, con due elettrodi posti al di sopra e al di sotto del dispositivo e separati nel mezzo in due parti [15], schermo a potenziale alto e schermo a potenziale basso, che permettono quindi di implementare la tecnica del doppio schermo [16]. Nello studio in oggetto questa tecnica non è implementata: gli schermi a potenziale alto sono mantenuti flottanti, mentre gli schermi a potenziale basso sono posti allo stesso potenziale basso del dispositivo.

Il dispositivo ACQHR è stato caratterizzato preliminarmente in entrambi i regimi continuo e alternato, risultando ben quantizzato a una densità di flusso magnetico di  $5 \text{ T}$  alla temperatura di  $4.2 \text{ K}$ . In queste condizioni, il dispositivo ACQHR in grafene è stato misurato con entrambi i ponti contro i campioni di impedenza termostatati.

Le incertezze combinate sono state stimate separatamente per ognuno dei due ponti.

Per il ponte di impedenza elettronico di INRIM-POLITO, le principali sorgenti di incertezza sono:

- lettura del ponte;

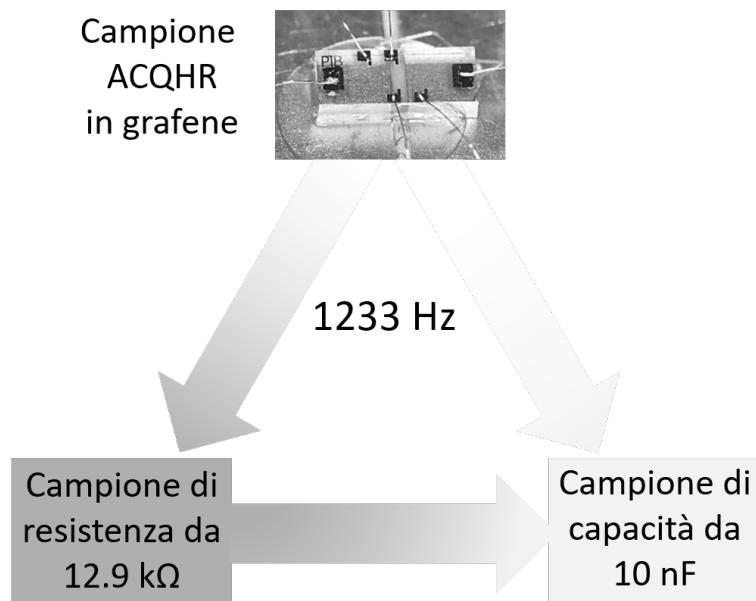


Figura 2: Schema del triangolo di misure effettuato per valutare le prestazioni dei ponti di INRIM-POLITO e del PTB alla frequenza di 1233 Hz. In alto è presentata un'immagine del campione ACQHR in grafene fabbricato al PTB.

- errore di fase dell'iniezione ausiliaria;
- interferenza tra canali del generatore;
- correzione per i cavi nelle misure che coinvolgono il dispositivo ACQHR (questa componente è nulla per le misure con le impedenze termostate);
- errore dovuto all'asimmetria dovuta alla non perfetta equalizzazione delle correnti.

Per il ponte di impedenza Josephson del PTB, le principali sorgenti di incertezza sono:

- lettura del ponte;
- interferenza tra i JAWSS e la loro induttanza;
- correzione per i cavi;
- errore dovuto al non ottimale bilanciamento delle correnti nei potenziali alti della rete circuitale.

Le prestazioni dei ponti sono state confrontate effettuando il triangolo di misure di Figura 2 alla frequenza  $f = 1233$  Hz con entrambi i ponti e confrontando i risultati ottenuti. Il campione di capacità  $C_1 = 10$  nF sono stati prima tarati direttamente contro il campione ACQHR in grafene  $R_{QHR}$  e poi contro il campione di resistenza  $R_1 = 12.9$  kΩ a sua volta tarato contro il campione ACQHR in grafene  $R_{QHR}$ .

Per ogni ponte, il risultato del triangolo di misure è quindi il confronto tra i risultati ottenuti dalle due tarature del campione di capacità, dato da  $(R_{QHR}/R_1)(R_1C_2)/(R_{QHR}C_2) - 1$ , e valuta l'auto-consistenza del ponte. I risultati dei triangoli di misura effettuati con i ponti di impedenza elettronico di INRIM-POLITO e Josephson del PTB sono 0.036(32) e 0.024(388), rispettivamente. La mutua validazione dei ponti è stata poi ottenuta dalla discrepanza tra le tarature dei campioni ottenute con i

due ponti, che risulta essere 0.012(390). Tutte le incertezze riportate sono incertezze combinate ed estese con un fattore di copertura  $k = 2$ .

I risultati delle misure effettuate con i ponti di impedenza sono quindi in accordo tra loro entro poche parti in  $10^8$  e compatibili entro l'incertezza estesa ( $k = 2$ ). Il confronto risulta soddisfacente e valida entrambi i sistemi di misura per la realizzazione del farad.

#### 4. DISCUSSIONE

Il confronto diretto tra i ponti di impedenza elettronico di INRIM-POLITO e Josephson del PTB ha permesso lo scambio di conoscenze e esperienze necessarie alla risoluzione di quei problemi che ancora pregiudicavano il corretto funzionamento dei ponti. Ad esempio, nel corso del confronto è stato riscontrato che il funzionamento del generatore di segnali utilizzato nel ponte INRIM-POLITO dipendeva dalla temperatura e dal comportamento interruttori coinvolti nell'automazione del bilanciamento. Inoltre, l'equalizzazione della corrente nel circuito è stata migliorata.

In conclusione, il confronto tra i ponti ha dato buon esito, con un accordo tra le misure di poche parti in  $10^8$  entro l'incertezza estesa.

Il ponte di impedenza Josephson ha un'incertezza che è sicuramente inferiore a quella del ponte elettronico e fornisce inoltre la possibilità di operare in un ampio intervallo di rapporti di impedenze e di frequenze di lavoro. Il ponte di impedenza elettronico è un ponte di impedenza economicamente accessibile che permette di tarare campioni di impedenza in fase o in quadratura, incluso il capione ACQHR, nella condizione di rapporto di ampiezza 1 : 1 con un'incertezza di circa una parte in  $10^7$  ( $k = 1$ ), sufficiente per la metrologia primaria.

#### RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] Consultative Committee for Electricity and Magnetism, "SI Brochure, 9th ed., Appendix 2: Mise en pratique for the definition of the ampere and other electric units in the SI," 20 May 2019.
- [2] L. Callegaro, "Electrical Impedance: Principles, Measurement and Applications," Series in *Sensors*, Boca Raton, FL: CRC Press, 2013.
- [3] S. Awan, B. P. Kibble and J. Schurr, "Coaxial Electrical Circuits for Interference-Free Measurements," *Electrical Measurement Series*, London: The Institution of Engineering and Technology, 2011.
- [4] L. Callegaro, V. D'Elia and B. Trinchera, "Realization of the farad from the dc quantum Hall effect with digitally assisted impedance bridges," *Metrologia*, vol. 47, 464, 2010.
- [5] J. Schurr, V. Buerkel, and B. P. Kibble, "Realizing the farad from two ac quantum Hall resistances," *Metrologia*, vol. 46, no. 6, pp. 619–628, oct 2009.
- [6] L. Callegaro, V. D'Elia, M. Kampik, D. B. Kim, M. Ortolano and F. Pourdanesh, "Experiences with a two-terminal-pair digital impedance bridge," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurements*, 64 1460–5, 2015.
- [7] J. Kučera and J. Kováč, "A reconfigurable four terminal-pair digitally assisted and fully digital impedance ratio bridge," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurements*, 67, 1199–206, 2018.
- [8] S. P. Benz and C. A. Hamilton, "A pulse-driven programmable Josephson voltage standard," *Applied Physics Letters*, vol. 68, no. 22, pp. 3171–3173, may 1996.
- [9] F. Overney, N. Flowers-Jacobs, B. Jeanneret, A. Rüfenacht, A. Fox, P. Dresselhaus and S. Benz, "Dual Josephson impedance bridge: towards a universal bridge for impedance metrology", *Metrologia*, 57, 065014, 2020.
- [10] R. Ribeiro-Palau, F. Lafont, J. Brun-Picard, D. Kazazis, A. Michon, F. Cheynis, O. Couturaud, C. Consejo, B. Jouault, W. Poirier, and F. Schopfer, "Quantum Hall resistance standard in graphene devices under relaxed experimental conditions," *Nature Nanotech.*, 10, September 2015, pp. 965-971, doi: 10.1038/nnano.2015.192
- [11] M. Marzano, M. Ortolano, V. D'Elia, A. Müller, and L. Callegaro, "A fully digital bridge towards the realization of the farad from the quantum Hall effect," *Metrologia*, 58, 1, December 2020, p. 015002, doi: 10.1088/1681-7575/abba86
- [12] S. Bauer, R. Behr, R. E. Elmquist, M. Götz, J. Herick, O. F. Kieler, M. Kruskopf, J. Lee, L. Palafox, Y. Pimsut, and J. Schurr, "A four-terminal-pair Josephson impedance bridge combined with a graphene quantized Hall resistance," *Meas. Sci. Technol.*, 32, 6, March 2021, p. 065007, doi: 10.1088/1361-6501/abcf3
- [13] D.-H. Chae, M. Kruskopf, J. Kučera, J. Park, N. T. M. Tran, D. B. Kim, K. Pierz, M. Götz, Y. Yin, P. Svoboda, P. Chrobok, F. Couëdo, and F. Schopfer, "Investigation of the stability of graphene resistance metrology at direct and alternating current," *Measurement Science and Technology*, vol. 33, no. 6, p. 065012, mar 2022.

- [14] F. Delahaye, "Series and parallel connection of multiterminal quantum Hall effect devices," *Journal of Applied Physics*, vol. 73, no. 11, pp. 7914-7920, 1993.
- [15] M. Kruskopf, S. Bauer, Y. Pimsut, A. Chatterjee, D. K. Patel, A. F. Rigosi, R. E. Elmquist, K. Pierz, E. Pesel, M. Götz, and J. Schurr, "Graphene quantum Hall effect devices for AC and DC electrical metrology," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 68, n. 7, pp. 3672-3677, jul 2021.
- [16] J. Schurr, B. P. Kibble, G. Hein, and K. Pierz, "Controlling losses with gates and shields to perfect a quantum Hall impedance standard," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurements*, vol. 58, pp. 973-979, 2009.