

ДЕРЖАВНИЙ ПЕРВИННИЙ ЕТАЛОН ОДИНИЦІ ЕЛЕКТРИЧНОГО ОПОРУ

- П.І. Неєжмаков**, доктор технічних наук, доцент, генеральний директор ННЦ “Інститут метрології”, м. Харків
Ю. Ф. Павленко, доктор технічних наук, професор, головний науковий співробітник ННЦ “Інститут метрології”, м. Харків
- В.В. Анікін**, провідний науковий співробітник ННЦ “Інститут метрології”, м. Харків
Н.М. Маслова, старший науковий співробітник ННЦ “Інститут метрології”, м. Харків
О.І. Коробчанська, старший науковий співробітник ННЦ “Інститут метрології”, м. Харків
О.І. Колбасін, кандидат технічних наук, старший науковий співробітник, інженер I категорії ННЦ “Інститут метрології”, м. Харків
- О.М. Васильєва**, кандидат технічних наук, директор наукового центру ННЦ “Інститут метрології”, м. Харків



П.І. Неєжмаков



Ю. Ф. Павленко



В.В. Анікін



Н.М. Маслова



О.І. Коробчанська



О.І. Колбасін



О.М. Васильєва

Розглянуто роботи з удосконалення первинного еталона одиниці електричного опору, проведені в ННЦ “Інститут метрології”. Показано, що основними результатами є введення до складу еталона апаратури для відтворення одиниці опору на квантовому ефекті Холла, а також суттєве підвищення точності і розширення діапазону опорів. Наведено принципи побудови еталона, його апаратурну реалізацію, методику дослідження. Проаналізовано перспективи подальшого вдосконалення еталона.

The works on improvement of the primary measurement standard of the unit of electrical resistance held in the NSC “Institute of Metrology” are considered. It is shown that

the main results are the including of the equipment for reproduction of the unit of resistance based on quantum Hall effect to the composition of the measurement standard as well as the significant improvement of the accuracy and the expansion of resistance range. The principles of construction of the measurement standard, its hardware implementation, the methodology of the study are shown. The prospects for further improvement of the measurement standard are analyzed.

Вступ

У 2016 р. в ННЦ “Інститут метрології”, м. Харків, було завершено НДКР з удосконалення дер-

жавного первинного еталона одиниці електричного опору (ДЕТУ 08–02–98), призначеного для забезпечення єдності та простежуваності вимірювань однієї з базових електричних величин.

Вимірювання електричного опору широко розповсюджені в багатьох сферах економіки і життєдіяльності людини: енергетиці, транспорті й зв'язку, металургійній та хімічній промисловості, обороні, медицині, охороні праці тощо. В Україні експлуатується великий парк засобів вимірювань електричного опору: омметри, мости постійного та змінного струму, однозначні та багатозначні міри опору, вимірювачі повного електричного опору, прецизійні резистори тощо, тому створення національного еталона одиниці опору є, безумовно, важливим завданням.

Із самого початку (1995 р.) робота зі створення еталона електричного опору планувалася у дві черги: перша — створення апаратури “зберігання” одиниці, призначеної для проведення поточної роботи з повірки та калібрування відповідних засобів вимірювальної техніки за умови одержання розміру одиниці із-за кордону, друга — розробка власної апаратури відтворення розміру одиниці опору на основі первинного референтного методу — квантового ефекту Холла [1, 2].

Першу чергу роботи було завершено у 1997 р., в результаті чого було створено відповідну апаратуру і затверджено її як еталон [3], але у його складі всі ці роки була відсутня система відтворення одиниці електричного опору. “Холлівський” розмір ома Україна періодично одержувала у РТВ (Німеччина) шляхом калібрування відповідних еталонних мір опору. Тому першочерговим завданням цієї НДКР було створення власної апаратури відтворення одиниці. Крім того, за майже двадцятирічний термін експлуатації еталона його основні вузли та блоки практично повністю вичерпали свій технічний ресурс. Це, насамперед, стосується моста-компаратора МКО-1, виготовленого у 1956 р., який повністю фізично і морально застарів і фактично не в змозі виконувати свої функції. Крім того, виникла необхідність у суттєвому розширенні діапазону опорів, а також підвищенні точності його відтворення. Усі ці завдання виконувалися у цій роботі.

1. Принцип побудови нового еталона

Спрощену функціональну схему вдосконаленого еталона наведено на рис. 1.

Еталон складається із трьох частин: 1) системи відтворення абсолютного значення електричного опору з використанням квантового ефекту Холла (КЕХ) — загальноприйнятого референтного методу для побудови первинних еталонів електричного опору; 2) системи зберігання розміру одиниці; 3) системи масштабування і передавання “холлівського” розміру ома в широкий діапазон опорів — від

$1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{12}$ Ом (в еталоні першої черги цей діапазон становив від $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^9$ Ом).

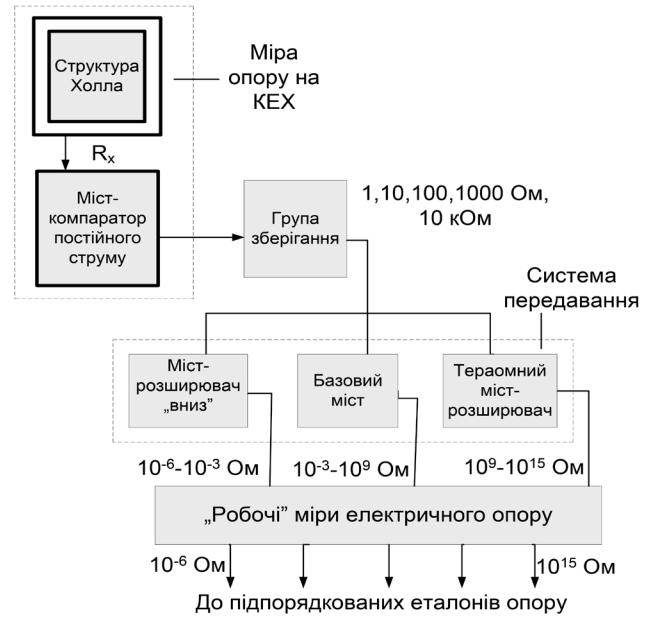


Рис. 1. Спрощена функціональна схема вдосконаленого еталона

Метрологічною основою еталона є *система відтворення*, в якій “народжується” абсолютне значення опору на основі КЕХ. Розглянемо його докладніше.

Звичайний або класичний ефект Холла, відкритий відомим фізиком Холлом у 1879 р., полягає в тому, що у метали або в напівпровідникові зі струмом, який поміщено в магнітне поле, перпендикулярне до вектора напрямку струму, виникає поперечне електричне поле і різниця потенціалів — електрорушійна сила Холла E_x . Причиною ефекту Холла є відхилення електронів, які рухаються в магнітному полі під дією сили Лоренца.

У 1980 р. німецький фізик Клітцинг під час експериментів у лабораторії сильних магнітних полів у Греноблі виявив, що холлівський опір за температури, близької до абсолютного нуля ($T \leq 1,5$ К), і при сильному магнітному полі ($B > 5$ Тл) набуває дискретних значень. Залежність R_x від магнітної індукції також набуває східчастого вигляду (має плато) (рис. 2), а подовжній опір сягає нульового значення під час квантування холлівського опору (рис. 2, нижня пікоподібна крива) [1].

Було також виявлено, що значення холлівського опору на плато з високою точністю дорівнюють відношенню

$$R_x = \frac{h}{e^2 n},$$

де h — стала Планка; e — елементарний заряд;

$$\frac{h}{e^2} = R_K$$

— стала Клітцинга; $n = 1, 2, 3, \dots$

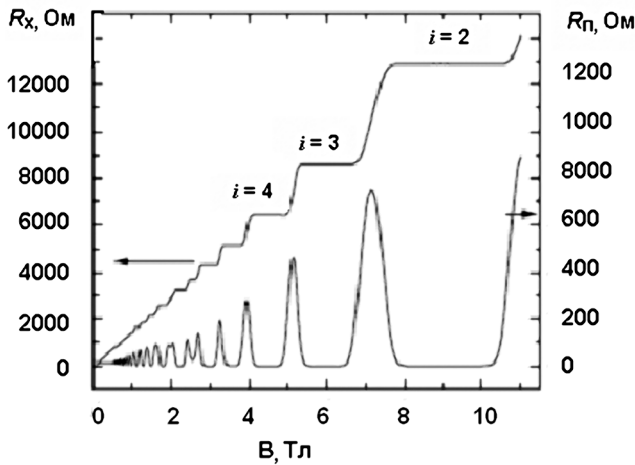


Рис. 2. Залежність холлівського і подовжнього опору від магнітної індукції

Фізичні основи квантового ефекту Холла розглянуто в численній літературі, зокрема, в [1, 2, 4, 5].

Цей ефект відкрив можливість використання квантованого опору, “прив’язаного” до значення h/e^2 як еталонного. Після узагальнення результатів дослідження квантового ефекту Холла в різних метрологічних лабораторіях Міжнародне бюро мір та ваг розробило технічну інструкцію, при виконанні якої можна бути впевненими, що значення відтворюваного опору буде незалежним від властивостей зразка та експериментальних умов.

Із практичних міркувань номер плато (сходинки) вибирається парним (2 чи 4), тоді холлівський опір відповідно становить

$$(R_x)_{n=2} = \frac{h}{2e^2} = 12906,4035 \text{ Ом або}$$

$$(R_x)_{n=4} = 6453,20175 \text{ Ом.}$$

Як правило, використовується $n = 2$.

Відтворене значення електричного опору за допомогою прецизійного моста передається *системі зберігання* — групі прецизійних резисторів, а далі — за допомогою *системи передавання-масштабування* — в широкий діапазон опорів (від мікроом до тераом, рис. 3) [6].

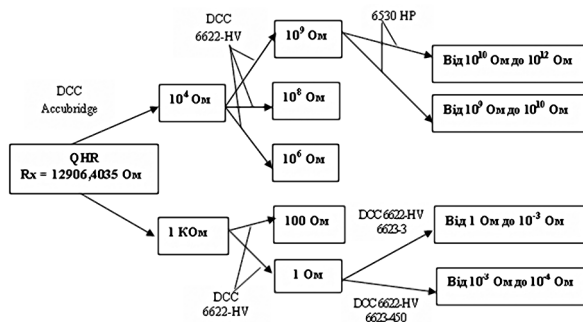


Рис. 3. Принцип передавання розміру одиниці опору в широкий діапазон

2. Апаратна реалізація еталона одиниці електричного опору

Структурну схему еталона наведено на рис. 4.

Система відтворення

Як систему відтворення використано квантову міру опору фірми “Measuring International” 6800A, виготовлену за спеціальним замовленням.

Зовнішній вигляд міри 6800 А наведено на рис. 5.

До складу міри 6800A входять:

- криостат — посудина Дюара з рідким гелієм (рис. 6), у якому в спеціальному криозонді знаходиться холлівська структура (рис. 7), надпровідний соленоїд, що створює магнітне поле, а також інші пристрої, необхідні для реалізації КЕХ;

- міст-компаратор постійного струму МІ Accu-Bridge (працює за кімнатної температури), який забезпечує передавання холлівського опору ($R = 12,9064035 \text{ кОм}$) мірам опору 1 та 10 кОм із невизначеністю не більше $2 \cdot 10^{-8}$.

Система зберігання

Одиниця електричного опору від системи відтворення одиниці, а саме, однозначної міри опору SR103 з номінальним значенням $1 \cdot 10^3 \text{ Ом}$, за допомогою моста-компаратора постійного струму (Accubridge) — передається системі зберігання — груповим мірам опору з номінальними значеннями 1; 100; 10000 Ом.

До складу групових мір електричного опору входять однозначні міри МС3005, МС3006, МС3020.

Перехідні міри МС3018–1, МС3018–2 застосовують для зменшення похибок при передаванні одиниці опору між груповими мірами різного номіналу.

Система масштабування і передавання

Передавання одиниці електричного опору від мір опору, які входять до складу системи зберігання одиниці, здійснюється розвинутою системою масштабування і передавання, яка містить такі пристрої:

- міст-компаратор постійного струму Guildline 6622A-HV (діапазон від $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^9 \text{ Ом}$);
- розширювач діапазону вимірювання опору Guildline 6623A-450 (діапазон від $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-3} \text{ Ом}$);
- розширювач діапазону вимірювання опору Guildline 6623A-3 ($1 \cdot 10^{-2} \text{ Ом}$, $1 \cdot 10^{-1} \text{ Ом}$);
- тераомний вимірювальний міст Guildline 6530XP (діапазон від $1 \cdot 10^6$ до $1 \cdot 10^{14} \text{ Ом}$);
- набір еталонних мір.

Міст 6622A-HV є мостом постійного струму, який забезпечує автоматичне вимірювання відношення двох опорів із невизначеністю менше $0,1 \cdot 10^{-6}$ і є найбільш точним з усіх мостів постійного струму.

Однією з найважливіших особливостей мостів-компараторів серії Guildline 6622A є програмне забезпечення (ПЗ), що носить назву Bridgeworks-R та Bridgeworks-C.

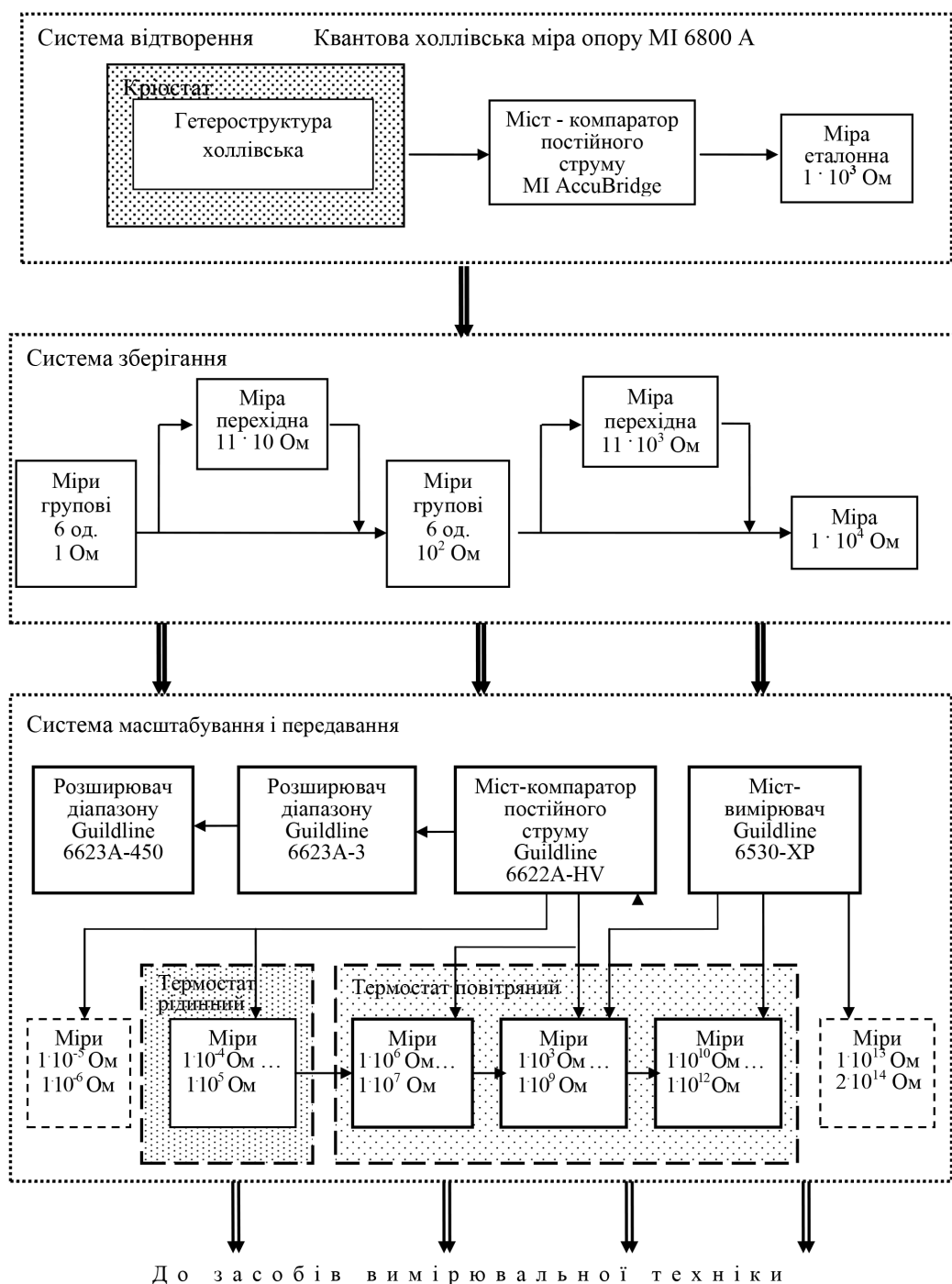


Рис. 4. Структура державного первинного еталона одиниці електричного опору

ПЗ Bridgeworks-R має інтерфейс та великий набір функцій і надає дуже широкі можливості для проведення статистичного аналізу вимірювань.

Розширювач діапазону вимірювання опору 6623A застосовується для відтворення малих опорів. В еталоні використовують два типи розширювачів: 6623A-3 і 6623A-450.

Розширювач діапазону GuildLine 6623A-3 дозволяє калібрувати резистори від 1 МОм (при струмі до 3 А) до 1 Ом.

Розширювач 6623A-450 дозволяє проводити вимірювання опору постійному струму від 1 мкОм при струмі до 450 А.

Тераомний міст-вимірювач 6530-XP використовується для калібрування високоомних резисторів.

Мости серії 6530 мають два режими роботи: режим прямих вимірювань і режим вимірювального моста. У режимі прямих вимірювань прилад проводить пряме вимірювання значення опору міри, підключеної до нього. У режимі вимірювального моста зв'язуються дві міри. Цей режим забезпечує найменшу невизначеність при проведенні вимірювань.

В еталоні одиниці електричного опору використовується міст модифікації 6530-XP.



Рис. 5. Зовнішній вигляд міри Холла 6800А

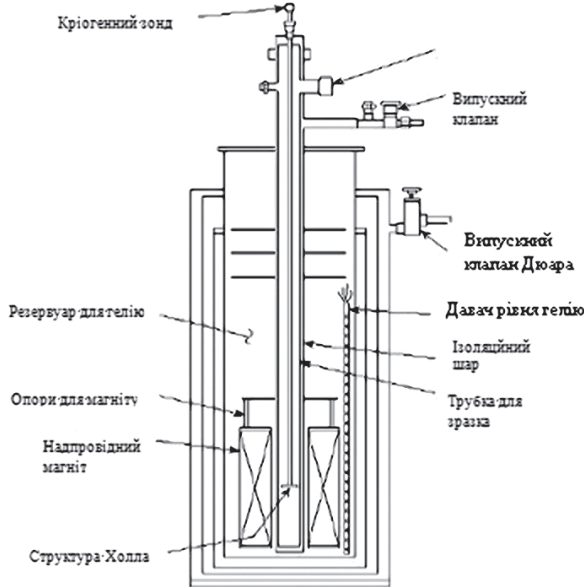


Рис. 6. Схема криостата з надпровідним магнітом і зондом

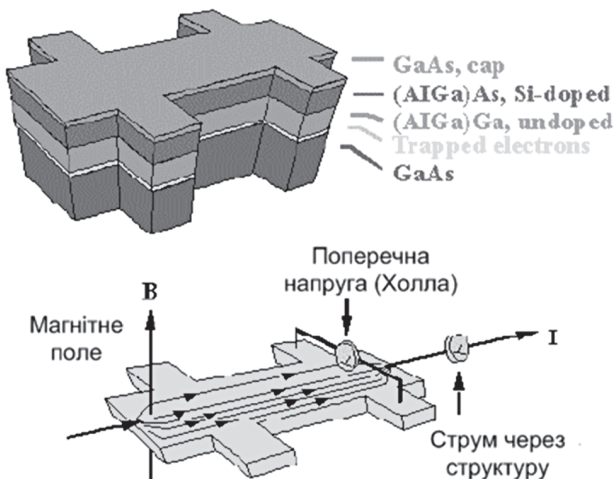


Рис. 7. Холлівська структура міри 6800 А

3. Методика дослідження еталона і його окремих вузлів

Найважливішим моментом дослідження еталона є дослідження квантової міри Холла MI 6800 А.

На рис. 8 наведено реально одержану характеристику залежності опору Холла R_x і подовжнього опору R_{\parallel} від магнітної індукції B . З неї видно, що для цієї залежності характерне квантування опору R_x , при цьому опір R_{\parallel} приймає нульові значення, а в момент “стрибка” R_x має місце резонанс R_{\parallel} . Саме наявність такої поведінки R_x і R_{\parallel} контролюється під час дослідження холлівської міри.

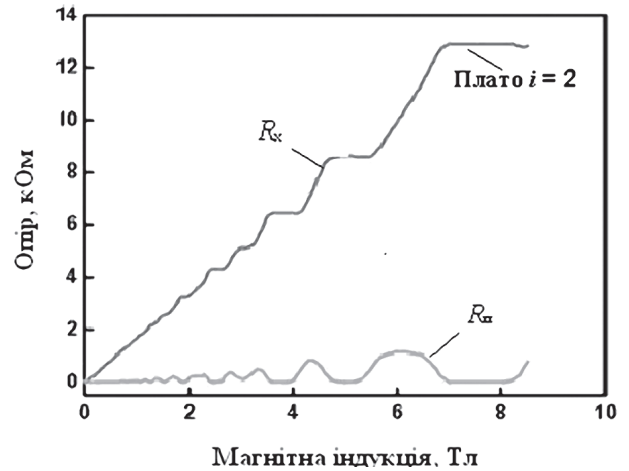


Рис. 8. Одержана характеристика залежності опору Холла R_x від магнітної індукції B

Таким чином, при дослідженні міри було проведено такі експерименти [7]:

- перевірку залежності опору Холла R_x і подовжнього опору R_{\parallel} від магнітної індукції B ;
- встановлення значення магнітної індукції на центр плато $i = 2$;
- вимірювання перехідного опору (опору контактів);
- вимірювання нестабільності реалізованого значення (невизначеності типу А) міри Холла;
- відтворення квантового опору Холла.

Якщо всі означені перевірки закінчилися успішно, можна вважати, що значення холлівського опору становить 12906,4035 Ом точно. Мета останнього експерименту — передавання холлівського значення опору еталонній мірі 1 кОм, іншими словами, встановлення точного значення міри 1 кОм відносно холлівського опору.

Окрім цих ключових експериментів, проводилися також:

- дослідження моста-компаратора постійного струму Guildline 6622A-HV;
- дослідження моста-вимірювача Guildline 6530-XP;
- дослідження розширювача діапазону Guildline 6623A-450.

У квантовій мірі Холла MI 6800 А для відтворення одиниці електричного опору використовують друге плато на залежності холлівського опору від магнітної індукції (рис. 8), тобто $R_x = h/(e^2 \cdot n) = 12906,4035$ Ом.

Саме для цього значення електричного опору нормуються основні похибки і невизначеності відтворення розміру одиниці:

- невиключена систематична похибка відтворення θ ;
- середнє квадратичне відхилення випадкової похибки S ;
- стандартна невизначеність за типом А u_A ;
- стандартна невизначеність за типом В u_B ;
- сумарна стандартна невизначеність u .

4. Метрологічні характеристики еталона

Проведені дослідження і розрахунки дозволили визначити метрологічні характеристики еталона. Наведемо їх.

Значення електричного опору, за якого відтворюється одиниця вимірювання на квантовій мірі Холла, становить 12906,4035 Ом.

Середнє квадратичне відхилення випадкової похибки не перевищує $5 \cdot 10^{-9}$ при 10 незалежних спостереженнях.

Невиключена систематична похибка не перевищує $2 \cdot 10^{-8}$.

Стандартна невизначеність відтворення за типом А — $u_A = 5 \cdot 10^{-9}$.

Стандартна невизначеність відтворення за типом В — $u_B = 1 \cdot 10^{-8}$.

Сумарна стандартна невизначеність відтворення — $u_C = 1,1 \cdot 10^{-8}$.

Діапазон значень електричного опору, в якому передається одиниця вимірювання, становить від $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{12}$ Ом.

Розширена невизначеність у діапазоні передавання з коефіцієнтом охоплення $K = 2$ та довірчою ймовірністю $P = 0,95$ становить:

- $U = 8 \cdot 10^{-7}$ (для електричного опору $1 \cdot 10^{-3}$ Ом);
- $U = 1 \cdot 10^{-6}$ (для електричного опору $1 \cdot 10^{-4}$ Ом);
- $U = 1,2 \cdot 10^{-6}$ (для електричного опору $1 \cdot 10^6$ Ом);
- $U = 1 \cdot 10^{-5}$ (для електричного опору $1 \cdot 10^9$ Ом);
- $U = 6 \cdot 10^{-5}$ (для електричного опору $1 \cdot 10^{12}$ Ом);
- $U = 1 \cdot 10^{-7}$ (для електричного опору 1; 100; 10 кОм).

Відносна нестабільність еталона за рік становить: $0,4 \cdot 10^{-7}$ (для електричного опору 1 Ом); $1 \cdot 10^{-7}$ (для електричного опору 100 Ом); $0,05 \cdot 10^{-7}$ (для електричного опору 10000 Ом).

Порівняння основних метрологічних характеристик створеного еталона з еталонами розвинених країн наведено в таблиці.

Для одержання та зберігання метрологічних характеристик еталона умови його зберігання та застосування повинні відповідати вимогам, наведеним у відповідних Правилах. Такі умови в ННЦ “Інститут метрології” створено.

Загальний вигляд створеного еталона подано на рис. 9.



Рис. 9. Загальний вигляд еталона

5. Перспективи подальшого вдосконалення еталона

Використання КЕХ на змінному струмі

Як показано у роботах [4, 5], еталон на КЕХ може бути використано для калібрування ємності та індуктивності із застосуванням квадратурного моста і джерела еталонної частоти (рис. 10).

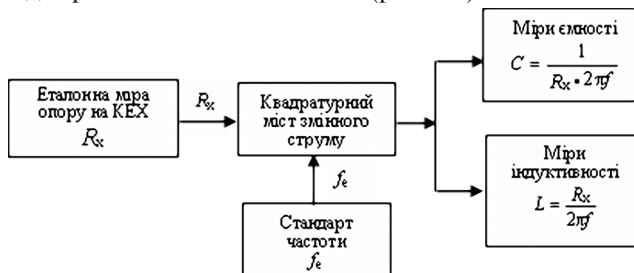


Рис. 10. Схема калібрування мір ємності та індуктивності за КЕХ

Але при роботі КЕХ на постійному струмі має місце достатньо складне коло передавання одиниці від холлівської міри до мір ємності та індуктивності. Воно значно спрощується при роботі КЕХ на змінному струмі із частотою, яка використовується у квадратурному мості. Мають місце й інші переваги.

Тому однією з перспектив удосконалення еталона є використання КЕХ на змінному струмі.

Перспектива реалізації квантового ефекту Холла на графені

Незважаючи на успіхи в освоєнні промислового випуску квантових мір опору, про які йшла мова вище, КЕХ все ще залишається достатньо складною технологією і важкодоступним для багатьох НМІ.

Країна	Діапазон передавання, Ом	Невизначеність типу А, Ом	Невизначеність типу В, Ом
Німеччина	$1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^9$	$< 3 \cdot 10^{-9}$	$< 1 \cdot 10^{-8}$
США	$1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{12}$	$< 3 \cdot 10^{-9}$	$< 1 \cdot 10^{-8}$
Україна	$1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{12}$	$< 3 \cdot 10^{-9}$	$< 1 \cdot 10^{-8}$

Основні труднощі полягають в необхідності “жорсткого” криогенного режиму (температура близько 1 К) із використанням дорогого рідкого гелію і відповідної інфраструктури та в необхідності сильного магнітного поля (8 Тл і більше).

Прогнозується, що принципово нові можливості в реалізації КЕХ може надати так званий “графен” – наноматеріал, який являє собою найтонкіший матеріал у світі (товщиною в один атом вуглецю). Графен не тільки надтонкий матеріал, він на порядок міцніший за сталь і за кімнатної температури проводить електричний струм краще за будь-який із відомих матеріалів. Дві характерні риси, що обумовлюють унікальні властивості графену, – це високий опір молекулярної структури графену дефектам, що виникають, а також надзвичайно висока швидкість електронів, що переносять електричний заряд (значно вище, ніж у металах і надпровідниках).

Одним із використань графену може бути створення на його основі двовимірної структури для реалізації КЕХ. Дослідження показують, що можна очікувати реалізацію КЕХ при більш високих температурах і значно нижчих рівнях магнітної індукції (близько 3 Тл). Це значно спростить реалізацію цього ефекту і розширить сферу його застосування. Крім того, надзвичайно висока внутрішня циклотронна частота структур на графені значно спрощує їх використання в КЕХ на змінному струмі.

Додамо, що з 2015 р. відкрито міжнародний дослідницький проект (SRT-r05) “Метрологія квантового імпедансу із використанням графену”, метою якого є сприяння створенню приладів КЕХ на графенах, що працюють на постійному і змінному струмі, досягнення невизначеності відтворення $1 \cdot 10^{-9}$ при постійному і $1 \cdot 10^{-8}$ при змінному струмі. При цьому прилади мають працювати при $B < 2$ Тл і температурах приблизно 3...5 К, на частоті до 100 кГц. Також ставиться завдання “значно поліпшити зручність експлуатації відповідних пристроїв за допомогою розробки некриогенної квантової системи калібрування, що базується на КЕХ у графені”.

Завдання цього проекту показують, яких орієнтовних характеристик можна очікувати від пристроїв на основі графену.

Висновки

Із введенням в дію удосконаленого первинного еталона опору, який включає апаратуру для

відтворення одиниці опору на квантовому ефекті Холла, Україна стає незалежною в цьому виді вимірювань від еталонів інших держав. Це означає принципово новий рівень забезпечення єдності і простежуваності вимірювань електричного опору, а також низки інших одиниць. В економічному аспекті це приведе до суттєвої економії коштів, які витрачалися на одержання одиниці за кордоном.

Метрологічні характеристики вдосконаленого еталона знаходяться на рівні характеристик аналогічних еталонів Росії, Німеччини, США.

Від працездатності державного первинного еталона значною мірою залежать підвищення рівня метрологічного забезпечення робіт в різних галузях економіки, захисту життя та здоров'я громадян, контролю безпеки умов праці, контролю стану навколишнього природного середовища та забезпеченість виконання вимог ряду технічних регламентів.

Список літератури

1. Klitzing K. New method for high accuracy determination of the fine structure constant based on quantized-Hall resistance / K. Klitzing, G. Dorda, M. Pepper // *Phys. Rev. Lett.* — 1980. — V. 45, № 6. — P. 494–497.
2. Кибис О. В. Квантовый эффект Холла / О. В. Кибис // *Соросовский образовательный журнал.* — 1999. — № 9. — С. 89–93.
3. Державний первинний еталон одиниці електричного опору / Ю. Ф. Павленко, Г. С. Сидоренко, В. В. Анікін [та ін.] // *Український метрологічний журнал.* — 1998. — Вип. 4. — С. 26–28.
4. Melcher J. Comparison of precision ac and dc measurements with the quantized Hall resistance / J. Melcher, P. Warnecke, R. Hanke // *IEEE Trans. Instrum. Meas.* — 1993. — 42. — P. 292–4.
5. Відтворення параметрів імпедансу електричних кіл у системах одиниць SI і New SI / Ю. Ф. Павленко, П. І. Неєжмаков, Н. М. Маслова, В. В. Анікін // *Український метрологічний журнал.* — 2015. — № 1. — С. 10–18.
6. Elmquist R. E. NIST Measurement Service for DC Standard Resistors / R. E. Elmquist, D. G. Jarret, G. R. Jones // *NIST Technical Note 1458.* — December 2003. — 75 p.
7. Brown R. Implementation of a Commercial Quantum Hall Resistance System / R. Brown // *Cal Lab.* — Oct., Nov., Dec. 2006. — P. 39.