Habilitation à Diriger des Recherches

Spécialité : Sciences pour l'ingénieur

Métrologie électrique quantique De l'impédance du vide à la charge élémentaire

François Piquemal Pôle de Recherche Métrologie Avancée Laboratoire National de Métrologie et d'Essais

Travaux présentés le 19 avril 2013 à l'ENS Cachan devant un jury composé de

Président : Pr. Christophe Dolabjian (GREYC ENSI, CAEN) Rapporteur : Dr. Alain Benoît (Institut Néel MCBT, Grenoble) Rapporteur : Dr. Daniel Estève (SPEC/CEA, Saclay) Examinateur : Pr. Alex Braginski (Forschungszentrum, Jülich) Examinateur : Pr. Christophe Salomon (LKB/ENS, Paris) Garant : Pr. Dominique Placko (ENS, Cachan)



Table des matières

1.	Introduction5							
2.	. De l'impédance du vide à la charge élémentaire							
	2.1.	2.1. Vers un SI quantique ?						
	2.2. Sur la relation de von Klitzing $R_{\rm K} = h/e^2$							
	2.3.	la cohérence des constantes du triangle métrologique	13					
	2.4.	Nou	velle définition de l'ampère : charge élémentaire ou impédance du vide ?	18				
3.	Le comparateur cryogénique de courants comme amplificateur de faible courant							
	3.1. Un outil métrologique par excellence							
	3.2.	Cara	actéristiques des CCC	22				
	3.2	2.1.	Définitions	22				
	3.2	2.2.	Modes de fonctionnement	24				
	3.3.	Perf	formances atteintes	25				
	3.3	8.1.	Sensibilité et résolution en courant	25				
	3.3	8.2.	Fréquence de résonance et exactitude du gain	29				
	3.3	8.3.	Conclusion et perspectives	35				
4.	Mesu	res d	le dispositifs SET avec un CCC	.37				
	4.1. Des transistors SET aux pompes à él		transistors SET aux pompes à électron	37				
	4.2. Dispositif expérimental							
	4.3.	ériences sur un transistor SET	39					
	4.4. Mesures de courant sur des pompes à		sures de courant sur des pompes à trois jonctions	40				
	4.5.	Pers	spectives : vers des sources de courant quantiques de 100 pA !	45				
5.	Sur la mise en réseau de structures métrologiques48							
	5.1.	Les	réseaux QHARS	49				
	5.2.	Les	réseaux de jonctions Josephson programmables	51				
	5.3.	ссс	Cen configuration gradiométrique	53				
6.	Conclusion générale et nouvelles perspectives							
Bik	Bibliographie							
An	Annexe: liste des sigles63							
Pu	Publications sélectionnées							



Figure 1

Vue artistique du triangle métrologique à partir d'une photo d'une grange à la sortie d'Ercé (Haut Couserans) sur la route de Cominac: Les gradins (ou « peyrous ») du pignon symbolisent les marches de Shapiro et de Coulomb alors que le haut de la porte et de la petite fenêtre représentent des plateaux de l'effet Hall quantique.

1. INTRODUCTION

La quête continuelle d'une meilleure compréhension de la nature et de l'univers, l'amélioration soutenue de la qualité de vie au travers d'incessants progrès technologiques ou le besoin récurrent d'établir le commerce et la communication sur des bases saines et justes font de la métrologie une science essentielle. Sans aucun doute, elle est une des sciences les plus anciennes qui soient, car au cœur de l'activité humaine animée par le souci existentiel de pouvoir (donc savoir) mesurer pour mieux échanger. La « Mesure » a signifié de tout temps une action à double détente : comparer et compter, autrement dit estimer une différence avec une certaine confiance, et exprimer cette quantité (la différence) dans une unité préalablement définie.

Pour exercer la métrologie, les civilisations n'ont donc pas attendu la révolution française et le système métrique décimal (1), ni la signature de la convention du mètre (2) couronnant le succès des révolutions industrielles et l'essor de la physique moderne. La pratique de la mesure souffrait néanmoins d'un foisonnement d'unités et d'étalons dont les origines étaient en général anthropomorphiques¹ et conduisaient à des valeurs locales extraordinairement variées et quelque peu déconcertantes². Une première étape vers un système d'unités unique, cohérent, reconnu et pratiqué par tous, a été franchie au XIX^{ème} siècle sur la proposition originelle « *de choisir une unité qui dans sa détermination ne renferme rien ni d'arbitraire, ni de particulier à la situation d'aucun peuple sur le globe* » (3) pour aboutir à la définition du système d'unités MKS (mètre, kilogramme, seconde), à leurs réalisations pratiques (par le biais des prototypes internationaux du mètre et du kilogramme et d'un certain nombre de copies) et à une coordination internationale sur les poids et mesures par la fondation du BIPM.

La seconde étape clé est indubitablement la création du système international d'unités, le SI, en 1960 organisé aujourd'hui autour de sept unités de base et des unités dérivées (4) mais dont les étalons de conservation demeurent matériel-dépendants. Elle marque néanmoins l'entrée d'une première constante de la physique, la perméabilité magnétique du vide μ_0 , dans la définition d'une unité, constante introduite comme clé de voûte à la combinaison chère à Giovanni Giorgi (5) du système d'unités mécaniques et du système pratique alors utilisé pour les unités électriques³. Il s'agit d'une avancée significative vers un système d'unités universel, dépourvu de toute subjectivité humaine, tel que l'avait imaginé James Clerck Maxwell en 1870 dans sa proposition de fonder les unités à partir des caractéristiques des atomes, puis George Johnstone Stoney en 1874 (6) allant au-delà de Maxwell en prônant un système qui prend son essence uniquement dans les lois de la physique et bâti sur des constantes fondamentales⁴.

Le plein essor de la physique quantique amplifié par les progrès technologiques et l'amélioration des connaissances sur les constantes fondamentales (figure 2) au cours du demi-siècle passé ont permis de progresser à la fois sur les définitions des unités et sur leurs mises en pratique à un point tel que l'avènement d'un système d'unités universel n'est plus

¹ Relatives aux dimensions du corps humain ou aux activités physiques humaines : le pouce, la paume, l'empan, le pied, le pas, la coudée, la brasse ou autres multiples comme la toise, la canne *etc*.

² Par exemple, le « pas » des français était plus petit que celui des romains, grecs ou babyloniens alors qu'ils étaient dotés *a priori* de plus grands « pieds » !.

³ La définition de l'ampère fondée sur μ_0 date de 1948 (adoptée lors de la 9^{ème} conférence générale des poids et mesures comme pour les autres unités électriques, et exprimée dans le système MKS).

⁴ Le système proposé par Stoney est fondé sur les trois constantes fondamentales : la constante de gravitation *G*, la vitesse de la lumière *c* et la charge élémentaire *e*. Cette idée fut reprise 26 ans plus tard par Max Planck en introduisant *h* à la place de *e* (59) puis quelques temps après en considérant la constante de Boltzmann *k*.

aujourd'hui considéré comme un mythe. Le mètre en 1960 puis la seconde en 1967/68 ont déjà été définis à partir de propriétés atomiques (le premier comme multiple d'une longueur d'onde d'une transition entre deux niveaux d'états du krypton ⁸⁶Kr, la seconde comme l'intervalle de temps entre deux niveaux de structure hyperfine du caesium ¹³³C_s). Il a été ensuite jugé opportun de redéfinir en 1983 le mètre en fixant par décret la valeur de la vitesse de la lumière dans le vide⁵. Ces événements sont à corréler avec les nouvelles possibilités de l'époque d'assurer la mise en pratique de ces définitions du mètre et de la seconde avec des moyens « universels », tels que les horloges atomiques micro-ondes et les sources lasers asservies en fréquence. L'émergence de la métrologie électrique quantique avec la découverte de phénomènes majeurs en physique de la matière condensée que sont les effets prédits par Brian Josephson (1962) et l'effet Hall guantique de Klaus von Klitzing (1980), a véritablement sonné le glas pour le dernier artefact matériel, le prototype international du kilogramme, le « grand » K, et pour la définition de l'ampère quelque peu décalée avec notre époque. Ces effets fournissent un accès direct aux constantes h et e et permettent ainsi à la fois de déterminer leurs valeurs et de disposer d'étalons extrêmement reproductibles permettant eux aussi une représentation « universelle » des unités concernées. A l'opposé, les trois comparaisons réalisées entre « le grand » K et ses copies sur un peu plus d'un siècle révèlent que l'unité de masse dérive très probablement dans le temps (figure 3). La réalisation de l'unité de courant, quant à elle, fondée sur la mise en œuvre d'une balance de l'ampère ou d'un électrodynanomètre, était entachée d'une incertitude relative au mieux de quelques 10⁻⁶ sinon 10⁻⁵, mille fois plus importante que la reproductibilité des étalons quantiques du volt et de l'ohm à partir desquels il était devenu avantageux de dériver l'ampère. Enfin, les travaux réalisés sur la constante de Boltzmann k au cours de la dernière décennie (7) donnent également de solides arguments pour redéfinir le kelvin à partir des lois de la thermodynamique statistique et en remisant ainsi la définition fondée sur le point triple de l'eau.





Figure 2

Fluctuation des valeurs de la constante de Planck (ajustement aux moindres carrés) et incertitudes associées depuis les années 60. h_{2010} correspond à la dernière valeur recommandée par CODATA (8).

Evolution des copies nationales du "grand" K sur 120 ans. Les traits tirés indiquent une dérive moyenne de l'ensemble de $3 \cdot 10^{-8}$ en valeur relative.

La refonte du SI en un système d'unités définies à partir des constantes fondamentales *c*, *h*, *e* et *k* (figure 4), est ainsi un des enjeux majeurs de la métrologie actuelle (9) (10) (11) (12) (13). Cependant, le temps du basculement vers ce nouveau SI, tel que le préconisaient lan Mills *et al.* en 2005 (14) n'est pas encore décidé, les conditions qui garantissent un

⁵ L'incertitude sur la réalisation SI du mètre lui-même était devenue l'incertitude prépondérante des mesures sur la vitesse de la lumière dans le vide. La décision de fixer *c* reposait également sur une pleine confiance dans les théories de l'électromagnétisme et de la relativité.

changement de définitions sans provoquer de sauts de valeurs des étalons de conservation au delà de l'intervalle de confiance associée à leurs valeurs initiales n'étant pas toutes réunies. La « balle » est singulièrement dans le camp de la métrologie électrique fondamentale. Les travaux principaux concernent d'une part la mise en œuvre de deux systèmes électromécaniques différents : une balance du watt et un condensateur de capacité calculable et d'autre part la fermeture du triangle métrologique quantique. Dans les deux premiers cas, on exploite particulièrement les dernières avancées en instrumentation et en métrologie relatives à plusieurs disciplines (mécanique et dimensionnel, électrique, interférométrie optique, gravimétrie ...) et qui permettent de maîtriser par exemple le positionnement et/ou le déplacement de pièces mécaniques macroscopiques à l'échelle de la dizaine de nanomètres. La troisième expérience résulte des progrès remarguables en matière de fabrication de systèmes sous-microniques réalisés à partir des années 1980 et ouvrant l'ère des nanotechnologies. Cette expérience met en jeu des dispositifs à effet tunnel à un électron capables de transférer des charges une par une de façon contrôlée. Le défi à relever dans ces trois expériences est de limiter l'incertitude de mesure à une valeur relative de 1 10⁻⁸.



Figure 4

Représentation symbolique de la filiation des sept unités de base dans le système international SI actuel (à gauche) et à venir (à droite). Les flèches et les indices associés décrivent la dépendance des unités entre elles. Une flèche pointée sur une unité u partant d'une unité v et associée à un indice n signifie la relation de proportionnalité : u α [v]ⁿ, par exemple sur la figure de gauche : A = [m]^{1/2}[kg]^{1/2}[s]⁻¹.

Dans la situation actuelle, cinq unités sont définies à partir de la fixation de la valeur d'une constante de la nature (rectangle rouge). La définition du kelvin dépend elle aussi d'une propriété invariante de la nature : la température du point triple de l'eau (T_{PTE}) mais la mise en pratique dépend de la pureté et de la composition isotopique de l'eau utilisée.

Dans la refonte prochaine du SI où les définitions de toutes les unités de base seront fondées à partir d'une constante et qui marque la disparition de toute liaison à un artefact matériel (le « grand » K), le kelvin ne se trouvera plus isolé du reste du système. Par contre, la mole ne dépendra plus du kilogramme soulignant ainsi davantage la distinction entre « quantité de matière » et « masse » (9).

Ce mémoire traite de travaux auxquels j'ai pu contribuer ces dix dernières années dans le domaine de la métrologie électrique quantique. Il s'organise en trois volets abordant successivement (*i*) les questions autour du SI et le rôle central détenu par l'effet Josephson alternatif (EJ), l'effet Hall quantique (EHQ) et l'effet tunnel à un électron qui procurent aux grandeurs électriques des valeurs s'exprimant directement en termes de constante de Planck *h* et de charge élémentaire *e*; (*ii*) l'exploitation des propriétés remarquables de la

supraconductivité qui conduit à un outil métrologique formidable que constitue le comparateur cryogénique de courants (CCC) associé à un SQUID comme détecteur de flux magnétique; ou encore (*iii*) l'utilisation des propriétés scalaires qui caractérisent les dispositifs quantiques pour étendre leurs champs d'application métrologique.

Ainsi dans le premier volet (chapitre 2), sont présentés les arguments qui nous ont conduits à développer deux expériences clés considérées comme telles dans le cadre de la discussion actuelle autour de la modernisation du SI. La première expérience consiste en la vérification de la relation de von Klitzing $R_{\rm K} = h/e^2$ au moyen d'un étalon calculable de capacité et d'une chaîne de mesures d'impédances reliant cet étalon à l'effet Hall guantique. Cette expérience conduit aussi à la détermination de la fameuse constante de structure fine $\alpha ~(\approx 1/137)$. La seconde expérience vise à tester la cohérence entre l'effet Josephson, l'effet Hall quantique et l'effet tunnel à un électron par application de la loi d'Ohm sur les grandeurs tension, résistance et courant issues de ces effets. En d'autres termes, il s'agit véritablement de vérifier l'interconnexion des constantes qui émanent de trois effets quantiques produits par des mécanismes physiques différents au sein de systèmes eux mêmes très différents mettant en jeu des particules chargées en forte interaction avec l'environnement. Cette expérience de la fermeture du triangle métrologique contribue également à la détermination de la charge élémentaire et à une mise en pratique naturelle de la future définition de l'ampère à partir des dispositifs à un électron. Nous décrivons brièvement la situation actuelle de ces deux expériences.

Le second volet est entièrement consacré aux travaux menés sur la réalisation de comparateurs cryogéniques de courants (CCC) spécifiques à l'amplification de très faibles courants tels que ceux délivrés par les dispositifs à un électron. Dans le chapitre 3, nous rappelons d'abord brièvement les principes sur lesquels repose cet instrument dont l'utilisation était jusque là restreinte à la métrologie de la résistance. Nous donnons ensuite quelques éléments de conception pour en faire un amplificateur de courant très bas bruit et de gain de grande exactitude en dressant un bilan sur les performances des principaux prototypes réalisés. Dans le chapitre 4, nous décrivons les principales mesures effectuées à partir de CCC sur les dispositifs monoélectroniques (essentiellement des pompes à électron) aboutissant à la première expérience de fermeture du triangle métrologique que nous avons réalisée en 2009.

Les efforts menés sur les fondements du SI (réalisation des unités électriques, tests de cohérence ...) n'ont de sens que si ils s'accompagnent de travaux sur la mise en pratique des définitions des unités dans le SI en permettant d'assurer leur dissémination vers les utilisateurs. Notons que les projets expérimentaux complexes (tels que la balance du watt, la détermination de $R_{\rm K}$ et le triangle métrologique) stimulent naturellement la prospection sur de nouveaux axes de recherche qui peuvent se révéler d'un grand intérêt scientifique ou métrologique. Dans ce cadre, le troisième volet (chapitre 5) résume nos travaux qui portent sur la mise en réseau de dispositifs quantiques. Leur potentiel à devenir les prochains étalons et outils de référence, améliorant et simplifiant les chaînes de traçabilité au SI relatives aux grandeurs électriques, y est démontré.

2. DE L'IMPEDANCE DU VIDE A LA CHARGE ELEMENTAIRE

2.1. VERS UN SI QUANTIQUE ?

Depuis le 1^{er} janvier 1990, les unités électriques ohm et volt sont reproduites dans le SI au moyen de deux phénomènes quantiques de la physique du solide : l'effet Hall quantique (EHQ) et l'effet Josephson alternatif (EJ). Ces phénomènes ont véritablement révolutionné la métrologie électrique, en reliant directement résistance et force électromotrice à deux constantes fondamentales, respectivement la constante de von Klitzing $R_{\rm K}$ et la constante de Josephson $K_{\rm J}$, la théorie établissant les égalités $R_{\rm K} = h/e^2$ et $K_{\rm J} = 2e/h$.

Sous certaines conditions, ces deux effets permettent la réalisation des étalons quantiques dont les valeurs sont indépendantes de l'espace et du temps et établissent de façon unique et simultanée la représentation de l'ohm et du volt à travers le monde. Sur les deux dernières décennies, leurs hautes reproductibilités ont conduit à l'amélioration de la cohérence et de la conservation des unités électriques (anciennement fondées sur des résistances de fil bobiné et de piles Weston saturées) par une réduction d'un facteur 100 sur l'incertitude associée. La traçabilité au SI de toutes les mesures de résistance et de tension s'en est trouvée *in extenso* améliorée. Ce progrès s'appuie également sur la disponibilité de réseaux de jonctions Josephson ou d'échantillons d'EHQ (rendue possible par l'exploitation des propriétés scalaires des deux phénomènes) qui simplifient en partie la réalisation des échelles des grandeurs concernées.

Le fort impact de l'EHQ et de l'EJ en métrologie et en physique en général réside aussi dans leur contribution significative à la grande quête dans l'amélioration de la connaissance des constantes de la nature. En effet, au travers de deux approches impliquant des dispositifs électromécaniques et des circuits de mesures référencés à l'étalon quantique de résistance ou à l'étalon de tension Josephson, la constante de structure fine $\alpha = \mu_0 c e^2/(2h)$ et la constante de Planck peuvent être déterminées de façon très précise :

- L'étalon calculable de capacité Thompson-Lampard est mis en œuvre pour réaliser le farad dans le SI en reliant cette unité au mètre au travers de la valeur fixée de μ_0 . De la comparaison de cette capacité à la résistance de Hall quantique au moyen d'un pont de quadrature (introduisant la seconde) il en résulte une valeur SI de $R_{\rm K}$ et ainsi une estimation de h/e^2 et α .

- La balance du watt, reposant sur l'équivalence des puissances mécanique et électrique (15) (16), permet de déterminer *h* à partir de la mesure du produit $K_J^2 R_K$. La combinaison des deux expériences constitue à la fois une réalisation SI du volt et une détermination de K_J .

Ainsi ces deux expériences fournissent une mesure des constantes $R_{\rm K}$ et $K_{\rm J}$ qui doivent être connues avec la plus faible incertitude pour des questions métrologiques (cohérence au sein du SI). Elles permettent aussi un test de validation des théories (qui émanent aussi bien de la physique du solide que d'autres disciplines) en comparant leurs valeurs à celles provenant d'autres expériences dans lesquelles α , h/e^2 et 2e/h (tout comme d'autres constantes fondamentales) sont impliquées. De plus, la balance du watt est un moyen très prometteur pour contrôler le kilogramme. Dans le cadre d'un SI révisé, l'unité de masse pourrait ainsi être redéfinie en fixant la valeur de la constante de Planck, la balance du watt offrant alors une méthode naturelle pour assurer la mise en pratique de cette nouvelle définition. Si nous sommes convaincus de l'exactitude des relations $R_{\rm K} = h/e^2$ et $K_{\rm J} = 2e/h$, il est tout aussi raisonnable de redéfinir l'ampère en fixant la valeur de la charge élémentaire e, et par conséquent de rendre « mesurables » les constantes électriques du vide μ_0 , ε_0 et Z_0 dont les valeurs ne sont plus alors fixées (figure 5).

Le choix de *h* et *e* comme constantes de base pour le prochain SI vient d'être décidé par le Congrès Général des Poids et Mesures (CGPM 2011). Ce choix résulte d'un riche débat au sein de la communauté internationale, particulièrement bien alimenté par les réflexions de l'Académie des Sciences (17). Un premier pas est donc franchi sur la véritable perspective

d'un SI quantique, *i.e.* un SI fondé complètement sur la fixation des valeurs de constantes de la physique en l'occurrence quantique⁶. Cependant, pour devenir réalité, des incohérences entre des valeurs de constantes fondamentales doivent être levées, cela à un niveau d'incertitude de l'ordre de $1 \cdot 10^{-8}$ en valeur relative (18) (19). C'est la raison pour laquelle le Comité International des Poids et Mesures (CIPM) recommande aux laboratoires nationaux de métrologie (LNM) de « *poursuivre avec vigueur leurs travaux en cours avec l'objectif de fournir les meilleures valeurs possibles des constantes fondamentales pour les redéfinitions dorénavant considérées* ». Parmi ces travaux, les expériences de la capacité calculable (§ 2.2) et du triangle métrologique (§ 2.3) pourraient jouer un rôle significatif. C'est ce que nous allons démontrer. Nous reviendrons par la suite (§ 2.4) sur la discussion autour du choix de la constante à fixer entre *e* et Z_0 à laquelle j'ai pu assister (17) (20).

Figure 5

Chaîne actuelle des réalisations SI des unités électriques et triangles métrologiques (21).

Conformément à la définition de l'ampère, la valeur de μ_0 est fixée $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ N/A². La valeur de la vitesse de la lumière dans le vide étant elle-même fixée par la définition du mètre, cela conduit aux valeurs exactes de la permittivité du vide $\varepsilon_0 = 1/(\mu_0 c^2)$ et de l'impédance du vide $Z_0 = (\mu_0/\varepsilon_0)^{1/2}$. Le farad occupe incontestablement la première place dans la hiérarchie des unités électriques. En théorie, le lien entre unités électrique et mécanique est assuré au travers de la réalisation de l'ampère et fondé sur le principe d'équivalence entre puissances mécanique et électrique. Cependant, en pratique et pour une précision améliorée, il est de nos jours plus pertinent de réaliser d'abord les unités électriques dérivées, farad et ohm d'une part, volt d'autre part. Cela permet ensuite de déterminer l'ampère avec une meilleure exactitude.



2.2. SUR LA RELATION DE VON KLITZING $R_{\rm K} = h/e^2$

Du point de vue de la physique du solide, dès les années 1990 nous pouvions avoir une très grande confiance, voire une conviction profonde, sur l'exactitude de la relation $R_{\rm K} = h/e^2$. Cela reposait aussi bien sur les arguments théoriques solides qui avaient été développés, que sur la base des résultats des tests d'universalité de l'effet Hall quantique (EHQ) effectués entre échantillons GaAs et Si-MOSFET. Ainsi, Laughlin a donné une explication théorique générale du phénomène quantique en utilisant un argument topologique fondé sur le concept d'un gap de mobilité et d'invariance de jauge (22). Plus tard, Büttiker proposait une formulation fondée sur des états de bord où le courant circule seulement sur les bords de l'échantillon de Hall, mettant en avant le rôle des contacts agissant comme des réservoirs (23).

Il est vrai cependant que ces deux approches prédisent les propriétés de l'EHQ à température nulle et dans le cas d'un régime non dissipatif et force est de constater que parmi la variété des modèles proposés, peu d'entre eux (même à l'heure actuelle) sont capables de prendre en compte premièrement des conditions expérimentales réelles de température non nulle, d'un champ magnétique de valeur finie et des intensités élevées du courant de mesure, qui conduisent à un état dissipatif, et deuxièmement, de la nature imparfaite de l'échantillon de Hall et de ses contacts.

⁶ Un SI quantique au sens large sous-tend cependant la disponibilité d'étalons quantiques pour les principales unités pratiques. Ce n'est pas tout à fait le cas aujourd'hui, par exemple, pour l'intensité lumineuse ou les grandeurs liées au rayonnement ionisant.

Néanmoins ce manque de modèles ne doit pas remettre en question le caractère universel de l'EHQ. Comme souligné par Laughlin et Pines, il s'agit d'un phénomène avant tout collectif et peut ainsi ne pas être complètement expliqué par des théories microscopiques (24). La robustesse observée de la quantification du phénomène alors que celui-ci émane d'un gaz d'électrons en forte interaction au sein d'un réseau cristallin loin d'être parfait doit bien être effectivement la signature d'un caractère universel. Ce point de vue est corroboré par les résultats remarquables des tests d'universalité (ainsi dénommés) réalisés avant les années 2000 qui ont montré l'indépendance du produit $i \times R_H(i)$ vis à vis des propriétés des échantillons de Hall (technique de croissance, type de structure, paramètres technologiques et géométriques), du plateau utilisé (i = 1, 2, 4, 6 ou 8) et des conditions expérimentales (température, intensité du courant de mesure) avec des incertitudes aussi faibles que quelques 10⁻¹⁰ en valeur relative (25) (26).

Ce caractère hautement reproductible de l'étalon quantique de résistance que permet l'EHQ est aussi mis en avant par les excellents accords de quelques 10^{-9} obtenus lors des comparaisons bilatérales de systèmes complets à EHQ effectuées entre le BIPM et des laboratoires nationaux de métrologie toujours dans la même période (< 2000) (27). Les résultats remarquables obtenus très récemment lors d'une comparaison de résistance entre des dispositifs GaAs et graphène (28), avec un accord trouvé dans une incertitude de $1 \cdot 10^{-10}$, renforcent encore davantage l'universalité du phénomène.

Cependant, ce n'est que par une mesure directe de $R_{\rm K}$ dans le SI et d'une comparaison aux mesures de h/e^2 en physique atomique au travers de la constante de structure fine α , que la relation de von Klitzing peut être vérifiée. Les mesures les plus précises de $R_{\rm K}$ dans le SI sont réalisées à l'aide d'un étalon calculable de capacité mettant en œuvre un théorème d'électrostatique démontré par Thompson et Lampard en 1956 (29) (30) et nécessitent de disposer d'une chaîne de mesure d'impédances de grande exactitude référencée à l'EHQ. Le théorème stipule que pour un système cylindrique (figure 6) composé de quatre électrodes isolées, de longueur infinie et placées dans le vide, les capacités linéiques croisées γ_{13} et γ_{24} de deux paires d'électrodes obéissent à la relation :

$$\exp(-\pi \gamma_{13}/\epsilon_0) + \exp(-\pi \gamma_{24}/\epsilon_0) = 1.$$
 (1)

De plus, dans le cas d'une symétrie parfaite avec des capacités linéiques identiques, il découle :

$$\gamma_{13} = \gamma_{24} = \gamma = (\epsilon_0 \ln 2)/\pi = 1,953\ 549\ 043\ \dots\ pF/m$$
 (2)

et ainsi la valeur de la capacité électrique peut être directement reliée à une mesure de longueur.

A partir du travail exceptionnel de Clothier au NMIA (31), il a été démontré que la mise en œuvre la plus précise du théorème est d'assembler un système de quatre électrodes cylindriques identiques, longues, parallèles et légèrement espacées, placées dans une position verticale à chaque coin d'un carré. Une cinquième électrode, mobile et connectée à la masse, est placée dans l'entrefer des quatre électrodes principales.

En pratique, pour éviter les effets d'extrémité, les mesures sont effectuées en comparant une capacité fixe à la variation de la capacité du condensateur Thompson-Lampard pour deux positions de la garde mobile. La distance de ce déplacement est mesurée au moyen d'un interféromètre laser assurant le lien entre farad et mètre.



Figure 6

Section efficace d'une structure à quatre électrodes. γ_{13} and γ_{24} sont des capacités par unité de longueur.

Le théorème peut également être appliqué à un système composé de plus de quatre électrodes. C'est ainsi le cas de la capacité calculable anciennement mise en œuvre au LNE

constituée de cinq électrodes en position horizontale et disposées aux sommets d'un pentagone régulier (32).

Les dernières valeurs de $R_{\rm k}$ rapportées par différents laboratoires nationaux de métrologie dont le BNM-LCIE datent des années 2000. Elles montraient une dispersion des résultats de l'ordre de $1 \cdot 10^{-7}$ avec des incertitudes allant de 2 à $5 \cdot 10^{-8}$. Leur valeur moyenne pondérée présentait un écart non significatif de $2 \cdot 10^{-8}$ avec la valeur de h/e^2 déduite de la valeur la plus « précise » connue à l'époque de α , donnée par la relation:

$$h/e^2 = \mu_0 c/(2\alpha).$$
 (3)

Cette valeur de α était obtenue à partir d'une mesure du moment magnétique anormal de l'électron a_e dont la valeur théorique comporte un terme prépondérant⁷ donné par l'électrodynamique quantique (EDQ) et qui s'exprime en une série de puissances de α . Cette dispersion sur les valeurs de $R_{\rm K}$ par comparaison à l'incertitude cible de l'ordre de $1 \cdot 10^{-8}$ requise dans l'optique de la refonte du SI et le manque de confiance sur la valeur de α (a_e) malgré la faible incertitude qui lui était associée (3,8 10^{-9} en 1997)⁸ rendaient absolument nécessaire la poursuite des travaux sur $R_{\rm K}$ (33).

C'est ainsi que nous avons pu convaincre le LNE de se lancer en 2006, à l'instar d'autres laboratoires (BIPM, NMIA, NRC, NIM), dans le développement d'un nouvel étalon calculable de capacité et dans l'amélioration de la chaîne métrologique de mesure d'impédances rattachée à l'EHQ. A la vue des valeurs récentes de α obtenues en physique atomique, notamment celle obtenue par le LKB (34) en très bon accord (dans l'incertitude de mesure de 6,6·10⁻¹⁰) avec la valeur EDQ de α *via* a_e (figure 7), l'intérêt d'améliorer les mesures de R_K et de réduire son incertitude à mieux que 10⁻⁸ est toujours pertinent.



Figure 7

Les valeurs les plus précises de la constante de structure fine α à partir des mesures de a_e (Université de Harvard – 2008) et de $h/m_{(CS,Rb)}$ (Université de Stanford – 2002, LKB – 2010) à comparer à la valeur moyenne pondérée de α provenant des déterminations de $R_{\rm K}$. Dans l'encadré : Valeurs de $R_{\rm K}$ par comparaison à $R_{\rm K-90}$, la valeur conventionnelle de $R_{\rm K}$ fixée pour la représentation de l'ohm (**35**).

A ce jour le montage de l'étalon calculable de capacité a débuté ainsi que la caractérisation métrologique de certains dispositifs fonctionnels (35) (36). Avec l'équipe de nouveau au complet, le développement du condensateur étalon devrait être achevé fin 2013. En parallèle l'amélioration des ponts de comparaison d'impédances coaxiaux en deux et quatre paires de bornes a déjà permis d'accroitre de façon très significative la répétabilité des mesures (quelques 10^{-9} en valeur relative). Quelques modifications restent à apporter pour atteindre l'incertitude requise de $5 \cdot 10^{-9}$ sur la valeur de l'impédance mesurée.

Le nouvel étalon calculable de capacité comporte cinq électrodes cylindriques (diamètre 75,5 mm, longueur 450 mm) disposées verticalement aux sommets d'un pentagone régulier. Le volume inter-électrode constitue une cavité cylindrique dont la qualité géométrique définit

⁷ La valeur théorique de a_e comporte deux autres termes qui traduisent les interactions faibles et fortes.

⁸ Les deux déterminations précédentes de h/e^2 à partir de α (a_e) montraient un facteur supérieur à 3 entre la différence des deux valeurs et l'incertitude totale. Par ailleurs les mesures de a_e provenaient d'un seul groupe (Université de Washington).

l'exactitude avec laquelle le théorème de Lampard est mis en pratique. Sa géométrie doit être maîtrisée à 50 nm près afin d'atteindre l'incertitude cible de $1 \cdot 10^{-8}$ sur la mesure de $R_{\rm K}$. Les contraintes liées à la cylindricité et au positionnement des électrodes sont donc particulièrement sévères et nécessitent le développement de dispositifs de fabrication et de mesure spécifiques. Ainsi, il a fallu construire une machine à mesurer la géométrie des électrodes, permettant de réaliser une cartographie de leurs défauts avec une incertitude de l'ordre de la dizaine de nanomètres.

De même le positionnement des électrodes dans le condensateur calculable impose l'intégration d'une machine à mesurer dans l'étalon permettant d'atteindre un niveau d'incertitude comparable.

Une étude particulière a conduit à la mise au point des procédés de rodage et de polissage pour obtenir la cylindricité recherchée. Le jeu d'électrodes définitif est en cours de finalisation. Les défauts de rectitude pour les cinq cylindres sont pour l'instant de l'ordre de \pm 100 nm sur une longueur de 400 mm. Ce jeu remplacera bientôt le jeu factice utilisé actuellement pour caractériser le fonctionnement de la machine à mesurer intégrée au condensateur.

La figure 8 montre l'état actuel d'avancement de l'étalon. Il reste à ce jour à installer un écran mobile dont le déplacement dans la cavité interélectrodes produira les variations de capacités étalons (directement traçables au mètre). Toute une phase de tests de réglage de l'étalon est ensuite prévue avant de procéder à la campagne de mesures qui devrait conduire à une valeur de $R_{\rm K}$ à l'horizon de 2015.





Photographie du nouveau condensateur calculable du LNE dans l'état actuel d'avancement. L'ensemble sera placé dans une enceinte à vide n'apparaissant pas sur l'image.

2.3. SUR LA COHERENCE DES CONSTANTES DU TRIANGLE METROLOGIQUE

A l'instar de l'effet Hall quantique, des travaux aussi bien théoriques qu'expérimentaux tendent aussi à vérifier la validité de la relation de Josephson $K_J = 2e/h$ et illustrent une nouvelle fois le point de vue de Laughlin et Pines. Ainsi, à partir d'arguments topologiques, Bloch a montré que la constante phénoménologique impliquée dans la relation entre la fréquence *f* d'oscillation du supercourant tunnel traversant une jonction Josephson et la tension continue *U* appliquée à ses bornes est exactement 2e/h (37). Par ailleurs, de nombreuses expériences ont confirmé l'indépendance du rapport fréquence sur tension vis à vis des matériaux (Pb, Sn, In, Nb, et plus récemment YBaCuO) ou du type de jonctions (micropont, jonction tunnel ou point de contact). Une limite supérieure remarquablement basse de moins de 2·10⁻¹⁶ a même été établie (38).

En outre, les comparaisons internationales⁹ d'étalons de tension à base de réseaux de jonctions Josephson 1V et 10 V les plus précises montrent un accord avec une incertitude aussi faible que quelques 10⁻¹¹ en valeur relative¹⁰ (39) (40).

⁹ Exercice naturel des LNMs pour vérifier la cohérence de leurs étalons et de leurs chaînes de mesure associées

Mais contrairement à la relation de von Klitzing, il n'existe pas à l'heure actuelle de mesures directes suffisamment précises, *i.e.* d'exactitude au niveau de $1 \cdot 10^{-8}$, donnant séparément K_J et 2e/h et permettant alors de valider la relation de Josephson. Ainsi, les meilleures déterminations directes de K_J dans le SI ont été réalisées dans les années 1980 par le NMIA à partir d'un électromètre à mercure (41) et par la PTB avec une balance du volt (42) et ont conduit à des incertitudes d'environ $3 \cdot 10^{-7}$. Comme mentionnée précédemment, la meilleure méthode qui permettrait d'atteindre le 10^{-8} sur K_J combine la balance du watt donnant $K_J^2 R_K$, et la capacité calculable donnant R_K .

Il n'existe pas non plus de méthode pour une mesure directe de 2*e/h*. Par contre, des méthodes indirectes conduisant séparément à *e* et *h* ou à une relation impliquant une autre constante à déterminer sont possibles. Parmi ces méthodes (constante de Faraday, rapport gyromagnétique du proton en champ fort ...), la détermination de la constante d'Avogadro fondée sur la mesure du volume molaire du silicium s'est affirmée comme une voie très prometteuse pour donner une valeur précise de *h* à comparer à $4/(K_J^2R_K)$. Cette détermination conduit aussi à une valeur de 2*e/h* (43):

$$h = c\alpha^2 A_{\rm r}(e) M_{\rm u} / (2R_{\infty}N_{\rm A})$$
(4)

$$2e/h = [16R_{\infty}N_{\rm A}/(\mu_0 c^2 A_{\rm r}(e)M_{\rm u}\alpha)]^{1/2}$$
(5)

où $A_r(e)$ est la masse atomique relative de l'électron, M_u la constante de masse molaire $(M_u = 10^{-3} \text{ kg.mol}^{-1} \text{ exactement})$, et R_∞ la constante de Rydberg. Un projet international de très grande envergure a été lancé en 2004 sur la détermination de N_A (44). Une première valeur publiée en 2003 conduisait à une valeur $h(N_A)$ qui s'écartait de plus de $1 \cdot 10^{-6}$ de la valeur $h(K_J^2 R_K)$ la plus précise de l'époque obtenue à partir d'une balance du watt (mise en œuvre au NIST) en regard aux incertitudes annoncées de $3 \cdot 10^{-7}$ et $8 \cdot 10^{-8}$ respectivement (45). La valeur finale obtenue récemment au terme du projet, montre un écart nettement plus faible mais qui reste significatif, de l'ordre de $1, 6 \cdot 10^{-7}$, la valeur $h(N_A)$ étant entachée d'une incertitude qui a pu être considérablement réduite à $3 \cdot 10^{-8}$ (l'incertitude actuelle sur $h(K_J^2 R_K)_{NIST}$ étant quant à elle de l'ordre de $3, 6 \cdot 10^{-8}$ (46)).

La validité de la relation de Josephson ou de la relation de von Klitzing peut également être testée par la méthode d'ajustement de valeurs aux moindres carrés en considérant les données provenant des mesures de toutes les constantes qui sont interconnectées à *h* et *e*. Les meilleures confirmations ont été obtenues par le groupe CODATA en 2010 (18). Les contraintes sur les relations de Josephson et de von Klitzing ont été relâchées en introduisant des facteurs de corrections ajustables (en utilisant les mêmes notations):

$$K_{\rm J} = 2e/h \left(1 + \varepsilon_{\rm J}\right) \text{ et } R_{\rm K} = h/e^2 \left(1 + \varepsilon_{\rm K}\right) \tag{6}$$

Cette méthode reste néanmoins hasardeuse car des incohérences sur les données d'entrée peuvent se compenser mutuellement. Cette précaution étant prise, en ne considérant que des données cohérentes, le résultat montre que la valeur de ε_J est consistante avec zéro mais à l'intérieur d'une large incertitude de 5·10⁻⁷. La valeur de ε_K a été trouvée quant à elle consistante avec zéro à l'intérieur d'une faible incertitude de 2·10⁻⁸.

Une troisième méthode devrait s'avérer toute aussi pertinente que la méthode fondée sur la constante d'Avogadro pour tester la validité de la relation Josephson. Elle va en fait bien audelà en proposant de tester la cohérence des constantes K_J et R_K et de la charge élémentaire. Il s'agit de l'expérience visant à fermer le triangle de la métrologique électrique quantique, la branche manquante qui relie une fréquence *f* à une intensité de courant *l* étant assurée par la mise en œuvre d'une source de courant mono-électronique (figure 9). Ce dispositif à un électron, communément dénommé dispositif SET (single electron tunneling),

¹⁰ Contrairement aux résultats de Tsai *et al.* obtenus avec un SQUID comme détecteur de zéro, pour les comparaisons internationales la tension de déséquilibre doit être mesurée à température ambiante.

dont le principe repose généralement sur le blocage de Coulomb, permet le transfert d'électron, un par un, au travers de barrières tunnels et cadencé à une fréquence horloge ajustable. L'expérience du triangle consiste à appliquer la loi d'Ohm U = RI à partir de la réalisation d'un étalon quantique de courant ou à suivre la relation Q = CU au moyen d'un étalon de capacité à comptage d'électrons (47).

Dans la première approche la tension Josephson est comparée à la tension de Hall d'un étalon à résistance de Hall quantifiée parcouru par un courant délivré par un dispositif SET. La seconde approche consiste à transférer une charge bien connue entre les électrodes d'un condensateur, à mesurer la chute de tension au moyen d'un étalon Josephson puis à étalonner la capacité du condensateur à l'étalon quantique de résistance *via* un pont de quadrature.

En pratique, l'expérience du triangle revient à déterminer le produit sans dimension $R_{\rm K}K_{\rm J}Q_{\rm X}$, dont la valeur attendue est égale à 2, où la constante $Q_{\rm X}$ est définie comme un estimateur de la charge élémentaire, $Q_{\rm X} = e|_{\rm SET}$ par analogie aux définitions des constantes de Josephson $K_{\rm J} = 2e/h|_{\rm EJ}$ et de von Klitzing $R_{\rm K} = h/e^2|_{\rm EHQ}$ (47).



Figure 9.

Triangle métrologique quantique (*i* et *n* sont des entiers).

De la proposition originelle de Likharev et Zorin en 1985 (48) et l'invention des premières pompes à électron au CEA-Saclay six ans plus tard (49), notre équipe a été l'une des premières à relever le défi de la fermeture du triangle métrologique (le projet ayant commencé en 1996). L'approche suivie est unique, fondée sur l'amplification du courant délivré par les pompes (quelques picoampères) à partir d'un comparateur cryogénique de courants (CCC).

Dans l'état actuel des connaissances sur les constantes qui émanent des trois effets quantiques, trois seuils d'incertitude sont à atteindre pour cette expérience (18) (21) (50): Comme souligné par Keller la première fois, la fermeture à 10^{-6} (en valeur relative) constitue le premier test significatif de la correspondance entre la charge quantique Q_X transportée par les dispositifs à un électron et la charge élémentaire *e* (sachant que ni l'effet Josephson, ni l'effet Hall quantique ne peuvent être remises en question à ce niveau d'incertitude). Cet objectif a récemment été atteint par le NIST en suivant la seconde approche du triangle (fondée sur le chargement d'un condensateur) avec une incertitude relative de $9,2\cdot10^{-7}$ (51). L'atteinte du second seuil établi au niveau de 10^{-7} (plus rigoureusement entre 5 10^{-7} et 2 10^{-8}) permet de vérifier avec pertinence la validité des égalités $K_J = 2e/h$ et $Q_X = e$. Le seuil d'incertitude ultime est situé au niveau de 10^{-8} où l'égalité $R_K = h/e^2$ demande à être validée et où le test de cohérence des trois effets sera alors complet.

De plus, la combinaison de l'expérience du triangle métrologique avec la balance du watt et la capacité calculable conduit à une détermination de la charge élémentaire si l'on fait l'hypothèse somme toute raisonnable que $Q_X = e$ (21) (52), et ainsi renoue avec l'expérience historique de Millikan (au tout début du siècle dernier) démontrant la quantification de la charge électrique (53). Il est à noter que la poursuite de ces trois expériences est menée au LNE avec le même intérêt que celui de la détermination triangulaire des trois unités électriques dans le SI, alors effectuée dans quelques laboratoires nationaux comme le LCIE dans les années 60 (à partir de l'électrodynanomètre pour l'ampère, l'électromètre plan de type Kelvin pour le volt et de la capacité calculable):

« Vérifier la validité de la loi fondamentale de l'électricité (loi d'ohm) qui n'a jamais fait l'objet de vérifications directes et connaître la précision réelle de nos déterminations individuelles dans l'hypothèse d'une validité parfaite de la loi d'ohm. » - N. Elnekavé - 1967 (54).

A l'instar des constantes 2e/h et h, une valeur de la charge élémentaire peut également être obtenue de façon indirecte à partir d'une combinaison de constantes n'impliquant pas les effets quantiques électriques, c'est à dire donnant sans équivoque une valeur de la charge élémentaire dans l'espace libre

$$e = [\alpha^{3} A_{\rm r}(e) M_{\rm u} / (\mu_{0} R_{\infty} N_{\rm A})]^{1/2}.$$
 (7)

La figure 10 montre la valeur Q_X obtenue par le NIST et la valeur donnée par la relation (7) par comparaison aux dernières valeurs ajustées de *e* jusqu'en 2006 (53).



Figure 10

Cercles pleins : Valeurs CODATA de e ajustées par la méthode des moindres carrés ; cercles vides : valeur donnée par la relation (7) et valeur de Q_X obtenue par le NIST.

Suite à une étude approfondie menée sur des pompes à électron et le développement de comparateur cryogénique de courants (CCC) comme amplificateur de courant (objet du chapitre suivant), nous avons pu mettre en œuvre pour la première fois l'expérience du triangle métrologique dans sa version directe $U = R \cdot I$. Le montage expérimental complet, associait une pompe à électron fournie par la PTB (pompe aluminium à trois jonctions délivrant des courants de quelques picoampères) à un CCC de rapport 20 000, un banc Josephson programmable et une résistance étalon (10 k Ω) raccordée à l'effet Hall quantique (figure 11). Ces travaux qui rentraient dans le cadre d'un projet ANR (TRIMET 2007-2009) et d'un projet européen (iMERA+, REUNIAM) comprenaient également le développement d'un système électronique dédié (source de courant stable, système de synchronisation entre la tension Josephson et le courant de la pompe à électron) (55).



Figure 11

Le cœur du dispositif expérimental est fondé sur un CCC de rapport 20 000 : 1 réalisé à partir de deux enroulements de $N_1 = 20\ 000$ tours et $N_2 = 1$ tour enfermés dans un blindage supraconducteur toroïdal associé à un SQUID DC de telle sorte que son gain soit égal exactement au rapport des enroulements $G = N_1/N_2$ (voir chap. 3).

Le courant I_{SET} délivré par la pompe à électron est injecté dans l'enroulement primaire (20 000 tours) du CCC. Le courant $G \cdot I_{\text{SET}}$ généré par une source de courant externe asservie sur la tension de sortie du SQUID alimente une résistance de 10 k Ω . La tension aux bornes de celle-ci est comparée à la tension Josephson (55). Des séries de mesures de la grandeur $\Delta e/e = (Q_X - e_{CODATA})/e_{CODATA}$ ont été effectuées avec une pompe à électron fonctionnant à 22,65 MHz (3,6 pA) et sont reportées en figure 12 (la valeur e_{CODATA} étant celle recommandée en 2006). Les trois premières séries montrent une irreproductibilité qui a été imputée principalement à l'existence de deux points de masse du système expérimental. Une fois cette imperfection levée, nous avons pu effectuer une quatrième série de mesures (en été 2009). Les problèmes de défaut de reproductibilité observés antérieurement ont complètement disparu. A partir de quatre points, une valeur moyenne pondérée égale à $Q_X = 1,602\,168\,C$ (écart inférieur à - $5\cdot10^{-6}$ avec la valeur CODATA) entachée d'une incertitude relative de $1,3\cdot10^{-5}$ a été déterminée. La réduction de l'incertitude au niveau de $1\cdot10^{-6}$ était attendue en collectant un nombre suffisant de points, (l'incertitude étant essentiellement dominée par le niveau de bruit de la mesure et non par les incertitudes reliées à des erreurs provenant d'effets systématiques du circuit de mesure), mais la série a été brutalement interrompue par un incident sur le réseau électrique. Nous reviendrons sur ces résultats ultérieurement (§ 4.4).





Figure 12

Les trois premières séries ont été obtenues pendant la durée du projet TRIMET et la quatrième série a été réalisée durant les mois suivants la fin du projet. Le dernier point de cette quatrième série correspond à la moyenne des points de la série.



Les travaux se poursuivent actuellement suivant deux axes : l'étude de nouveaux dispositifs SET pouvant délivrer des courants plus forts, de l'ordre de 100 pA ; et le développement de nouveaux CCC, de meilleures performances en terme de résolution et de gain. L'objectif à moyen terme (2015) est de fermer le triangle métrologique avec une incertitude relative de l'ordre de $1 \cdot 10^{-7}$ ou moins. A une incertitude de $1 \cdot 10^{-8}$, la détermination directe de la charge élémentaire (au moyen du triangle métrologique associé à la balance du watt et à la capacité calculable) deviendra une alternative pertinente vis à vis des méthodes d'ajustement aux moindres carrés (figure 13).

Les travaux ont également pour objectif d'améliorer la chaîne de traçabilité pour des faibles intensités de courant *I*. En effet, bien que l'ampère soit aujourd'hui représenté avec la meilleure exactitude en étant dérivé de l'ohm et du volt à partir de l'effet Hall quantique et de l'effet Josephson, la partie basse de l'échelle de courant pourrait être améliorée de façon significative par l'utilisation directe de dispositif SET comme étalon de courant pour *I* < 1 nA, ou associé à un CCC pour la gamme 1 nA< *I* < 100 nA (figure 14).



Figure 14

Incertitudes associées aux différentes méthodes (comparateur de courants à temperature ambiante, pont de mesure de chute de tension aux bornes d'une résistance ou d'un condensateur) utilisées pour l'étalonnage de courant continu d'amplitude *I* < 1A.

Ce progrès bénéficiera :

(*i*) aux laboratoires nationaux de métrologie pour leurs activités d'étalonnage sur les subnano ampèremètres, les étalons de courant secondaires ou les étalons de résistance de très hautes valeurs ($R > 1 T\Omega$) ou leurs activités impliquant des moyens de référence de haut niveau pour la mesure des faibles valeurs de courant ou de charge;

(*ii*) aux fabricants d'instruments de mesure (détecteurs ou mesureurs de faibles signaux électriques) ;

(*iii*) à l'industrie de la micro et nanoélectronique pour la caractérisation des dispositifs semiconducteurs ou MEMS, dispositifs nanostructurés ou nanomatériaux (caractéristiques *I* - *V*, tests électriques de « wafers », mesures de courant de fuite ou de spectre de bruit en courant, mesures de conductance ou d'impédance sous faible niveau de signal d'excitation ou avec une très grande dynamique ou sur des temps courts ...).

La pertinence du développement d'un étalon quantique de courant fondé sur les dispositifs SET est encore plus claire dans le cadre d'une redéfinition de l'ampère et la mise en pratique correspondante, qui devrait être formulée ainsi (57):

« L'ampère A est l'unité de courant électrique ; son amplitude est définie en fixant la valeur numérique de la charge élémentaire, égale exactement à 1,602 17X quand elle est exprimée en A.s, unité égale au coulomb», le symbole X correspondant à un ou plusieurs chiffres selon la valeur de *e* résultant de l'ajustement le plus récent de CODATA une fois les incohérences levées.

Cette définition sera accompagnée d'un texte explicatif dans la brochure du SI :

« Ainsi, nous avons la relation exacte $e = 1,602 \ 17X \cdot 10^{-19}$ C. L'effet de cette définition est que l'ampère est le courant électrique correspondant au débit de 1/(1,602 $17X \cdot 10^{-19}$) charges élémentaires par seconde ».

Cela diffère de façon drastique avec la définition actuelle:

« L'ampère est l'intensité d'un courant constant qui, maintenu dans deux conducteurs parallèles, rectilignes, de longueur infinie, de section circulaire négligeable et placés à une distance de 1 mètre l'un de l'autre dans le vide, produirait entre ces conducteurs une force égale à $2 \cdot 10^{-7}$ newton par mètre de longueur. »

2.4. NOUVELLE DEFINITION DE L'AMPERE : CHARGE ELEMENTAIRE OU IMPEDANCE DU VIDE ?

La question de fonder la nouvelle définition de l'ampère sur la charge élémentaire plutôt que sur l'impédance du vide a donc été tranchée. Pour cette décision, le CIPM s'est appuyé sur les positions des comités consultatifs CCEM (pour l'électricité-magnétisme) et CCU (sur les unités) et n'a pas suivi les recommandations de l'Académie des Sciences (17) dont les

réflexions fortement débattues sur le sujet auraient mérité plus d'attention et/ou davantage de diffusion.

La majorité de la discussion à l'Institut a porté sur des considérations de physique théorique où deux points de vue se sont opposés sans pouvoir réellement se départager. Le clivage tournait autour de la perception de la constante de structure fine α comme propriété du vide ou comme propriété de l'électron¹¹. La première option plaide en faveur de *e* comme constante de base pour les unités électriques. La seconde prône le choix de la charge de Planck

$$q_{\rm P} = (2\varepsilon_0 hc)^{1/2} = (2h/Z_0)^{1/2} = e/(\alpha)^{1/2},$$

qui revient à garder la valeur fixée de l'impédance du vide $Z_0 = (\mu_0/\epsilon_0)^{1/2}$. Cette cinquième unité de Planck ainsi définie complète le système initialement proposé par Planck et composé de quatre unités naturelles l_P , m_P , t_P et T_P fondées sur les quatre constantes *c*, *G* et *h et k* (58), système d'unités qui a le mérite de souligner que les formulations de la théorie quantique et de la gravitation ne peuvent être dissociées pour traiter des prémices de l'Univers (59):

$$I_{\rm P} = [Gh/(2\pi c^3)]^{1/2}$$
; $m_{\rm P} = [ch/(2\pi G)]^{1/2}$; $t_{\rm P} = I_{\rm P}/c$; $T_{\rm P} = m_{\rm P}c^2/k$.

La première interprétation de la constante de structure fine émane de la théorie des cordes, théorie prometteuse qui serait capable de réconcilier la gravitation et les autres interactions fondamentales. La constante α correspondrait alors à la valeur moyenne attendue dans le vide d'un champ scalaire relié au dilaton, particule élémentaire hypothètique (sans masse et sans spin) interagissant avec la matière. Selon la théorie, le dilaton et le volume des dimensions supplémentaires (au delà des quatre dimensions que nous percevons) sont des paramètres dynamiques qui peuvent varier dans le temps. Il en est de même des constantes (comme α , e ou la constante de gravitation G) qui décrivent l'intensité des forces fondamentales et dont l'évolution est déterminée par le dilaton (60). Dans cette hypothèse, ne pas considérer e comme constante de base rendrait la condition d'invariance par transformation de jauge difficile à remplir (61). Notons cependant qu'à ce jour, aucune variation temporelle de α n'a été détectée à l'incertitude des mesures près, la limite la plus basse étant de 5.10¹⁷/an obtenue lors d'une comparaison entre deux horloges optiques (62). Par contre, l'absence d'écart entre les valeurs absolues de la charge de l'électron et du proton (deux particules de structures particulièrement différentes) ou l'observation de la neutralité de charge du neutron, ou encore celle de la matière massive qui traduit quelque part que la charge élémentaire est quantifiée plaide plutôt en faveur de e comme constante de base. Les résultats expérimentaux les plus précis ne montrent pas d'asymétrie de charge à un niveau d'incertitude de l'ordre de $10^{-21} \cdot e$ (63) (64).

L'interprétation de la constante de structure fine comme représentant une propriété de l'électron repose sur l'assertion que c'est α qui caractérise le couplage entre le champ électromagnétique libre et les charges. Parmi les nombreux travaux qui sont menés dans la quête sur la signification exacte de α et sur la connaissance de l'électron (questions qui semblent loin d'être résolues), nous pouvons citer ceux récemment publiés par Schönfeld et Wilde qui semblent corroborer ce point de vue sur α (65). Dans le cadre de la théorie des champs, les auteurs montrent qu'il est possible d'expliquer α comme la base d'un modèle d'électron ponctuel). Ils conduisent à une valeur calculée de α en très bon accord (à 10⁻⁹ près) avec les valeurs les

¹¹ Outre la constante de structure fine α_{EM} qui caractérise l'intensité de la force électromagnétique, le modèle standard de la physique s'appuie sur trois autres constantes sans dimension α_W , α_S et α_G pour traiter des autres interactions fondamentales, respectivement faibles, fortes et gravitationnelles.

¹² avec une charge *e*, un spin $h/(4\pi)$, et un flux d'énergie interne se propageant à la vitesse de la lumière.

plus précises obtenues à ce jour et plaident pour une invariance temporelle et spatiale de la constante, celle-ci dépendant essentiellement de π . Par ailleurs, les valeurs de *c* et *h* étant préalablement fixées, la fixation de la valeur numérique de *e* présenterait des inconvénients d'ordre conceptuel en physique théorique. En notant que la charge est une grandeur sans dimension (h = c = 1), fixer *e* conduirait les unités électriques à ne plus être des unités purement mécaniques ni même géométriques. Ce choix rendrait aussi des grandeurs telles que la force électrostatique, la densité d'énergie électrique du vide ou la capacité d'un condensateur (qui est considérée comme une grandeur purement géométrique) dépendantes d'une valeur imparfaitement connue de α (66).

C'est donc essentiellement sur des considérations d'ordre pratique et pédagogique que le choix s'est porté sur e et non sur Z_0 .

- Un système SI reposant sur des valeurs fixées de *h* et de *e* est effectivement bien adapté à la métrologie électrique quantique. Cette décision présente l'avantage de réintégrer dans le SI les représentations de l'ohm et du volt à partir de l'effet Hall quantique et l'effet Josephson. De plus, les relations $R_{\rm K} = h/e^2$ et $K_{\rm J} = 2e/h$ seront alors considérées comme exactes et la grande confiance des « électriciens » dans le caractère universel de ces deux phénomènes sera de ce fait traduite en certitude.
- Sous l'angle pédagogique, la simplicité de la définition plaide également en faveur de e. La charge de Planck ou préférentiellement l'impédance du vide semblaient a priori plus compliquées à expliquer à l'homme de la rue. Cet argument est cependant à relativiser en regard du peu d'intérêt que porte le commun des mortels vis à vis de la définition actuelle de l'ampère. Ce même argument peut aussi se retourner contre la définition du kilogramme à partir de la constante de Planck !

Notons que le système SI aura ainsi une connotation « particule » (photon / électron) et la charge élémentaire réapparaitra dans la classification des constantes fondamentales de premier plan (59) (53). La coloration «électronique» du SI pourrait être d'ailleurs renforcée à plus long terme si la seconde est redéfinie au travers de la constante de Rydberg en fixant la valeur de la masse de l'électron m_e . Un système SI fondé sur une valeur fixée de l'impédance du vide aurait été par contre en parfaite adéquation avec Maxwell en maintenant cohérentes les définitions du mètre et des unités électriques à partir des propriétés de propagation de la lumière dans le vide (déjà fixées dans le SI actuel): le mètre défini à partir de la célérité de la lumière dans le vide $c_0 = 1/(\varepsilon_0\mu_0)^{1/2}$ et l'ohm à partir de l'impédance du vide $Z_0 = (\mu_0/\varepsilon_0)^{1/2}$. Pour conclure, il est intéressant de constater que le choix de *e* trouve son principal argument dans les résultats remarquables de phénomènes collectifs (EHQ, EJ) traduisant une dominance ondulatoire du comportement électronique et qui conduit à remettre au premier rang l'ampère dont la mise en pratique sera assurée naturellement par un dispositif SET fonctionnant sur l'aspect corpusculaire de l'électron.

3. LE COMPARATEUR CRYOGENIQUE DE COURANTS COMME AMPLIFICATEUR DE FAIBLE COURANT

3.1. UN OUTIL METROLOGIQUE PAR EXCELLENCE

Inventé par Harvey en 1972 (67), le comparateur cryogénique de courants (CCC) a d'abord été utilisé avec succès pour des mesures de tension Josephson (68) (69) avant de devenir l'outil de prédilection des laboratoires nationaux de métrologie pour les mesures de résistance en lien avec l'exploitation de l'effet Hall quantique (EHQ) pour la représentation de l'ohm (voir par exemple les revues (33), (70), (71), (72)). Son utilisation dans les ponts de résistances a notamment permis d'établir la très grande reproductibilité des étalons quantiques de résistance fondés sur l'EHQ mentionnée précédemment. Par son association « magique » avec un SQUID utilisé comme détecteur de flux magnétique, le CCC a pu ainsi supplanter les comparateurs de courants continus conventionnels utilisés jusque là (fonctionnant avec des noyaux ferromagnétiques) en présentant les deux avantages suivants (73) :

(*i*) Sous réserve de certaines précautions, l'incertitude sur le rapport de courants n'excède pas 10⁻⁹. Elle est même d'ailleurs le plus souvent réduite à moins de 10⁻¹⁰ comparée à quelques 10⁻⁸ avec un comparateur à noyau ferromagnétique fonctionnant à température ambiante¹³. Ce niveau d'exactitude remarquable résulte d'une propriété véritablement topologique du CCC dans l'application combinée du théorème d'Ampère et de l'effet Meissner (figure 15);

(*ii*) La résolution en courant est améliorée par au moins un facteur 100. Pour un CCC, la racine carrée de la densité spectrale de puissance de bruit exprimée en ampère-tour est comprise entre 10⁻⁹ et 10⁻¹⁰ A·t/Hz^{1/2} dans la bande passante. Elle est généralement de l'ordre de 100 fA/Hz^{1/2} obtenue avec les enroulements de plus grand nombre de tours (soit 1000 typiquement) et peut atteindre un seuil de 30 fA/Hz^{1/2}. Cette très bonne résolution est principalement due aux propriétés bas bruit du SQUID.



Figure 15

A gauche, principe du CCC : Deux fils insérés dans un tube supraconducteur. Des courants I_1 et I_2 circulant dans ces fils induiront un supercourant *I* qui s'écoulera dans la surface intérieure du tube et reviendra par la surface extérieure de telle sorte que la densité de flux magnétique soit maintenue nulle à l'intérieur de tube. L'application de la loi d'Ampère sur un contour (a) dans le massif du tube conduit à l'égalité des courants : $I = I_1 + I_2$. A droite, illustration schématique d'un CCC : Les extrémités du blindage toroïdal se recouvrent (tout en étant isolé électriquement) sur une longueur relativement grande (typiquement 2 couches de recouvrement) **(73)**.

¹³ Dans le meilleur des cas, des incertitudes de mesure de l'ordre de 1.10⁻⁹ ont pu être obtenues à partir d'un comparateur fonctionnant à température ambiante et en courant alternatif à une fréquence de 1 Hz (155).

En étendant le concept de détecteur de courant sensible, proposé par Harvey dans son article originel (67), le CCC peut aussi être utilisé comme un amplificateur de faible courant exceptionnel alliant deux caractéristiques dont l'une est difficilement atteinte par les dispositifs conventionnels et l'autre jamais obtenue. Comme nous allons le montrer ci-après, le CCC peut exhiber une résolution en courant d'environ 1 fA/Hz^{1/2} ou moins dans le domaine recherché des très basses fréquences (< 10 Hz) en régime de bruit blanc. La seconde propriété extraordinaire de cet amplificateur cryogénique réside dans l'exactitude du gain en courant. Par comparaison, les amplificateurs fondés sur des transistors à effet de champ (FET) peuvent également atteindre cette sensibilité à 1 kHz mais pas dans le domaine du hertz du fait de leur bruit en 1/f. Notons néanmoins l'existence d'amplificateur électronique (disponible commercialement) présentant des bruits en courant d'entrée de l'ordre de 0,2 fA/Hz^{1/2} à 1 Hz. Par contre leur gain est instable dans le temps et nécessite un étalonnage régulier.

Le besoin métrologique d'un CCC comme amplificateur de courant émergea dans les années 1990 quand les premières sources de courant à effet tunnel à un électron (SET), tourniquet à électron (74) et pompes à électron (49) furent démontrées et exhibèrent une quantification du courant délivré, pour des amplitudes de seulement quelques picoampères. Effectivement, une incertitude relative de $1 \cdot 10^{-6}$ sur un courant de 1 pA exige une résolution en courant d'entrée de l'amplificateur de l'ordre de 100 aA/Hz^{1/2} à 1 Hz pour un temps de mesure limité à une heure. La première voie pour amplifier de si faibles courants avec une bonne précision est un CCC avec un très grand rapport d'enroulements et un grand diamètre intérieur pour maximiser son inductance. Nous devons mentionner là le travail de pionnier d'Hartland qui a développé un CCC de rapport 109 999:1 avec un diamètre hors-tout de 160 mm conduisant à une résolution théorique de $\delta I = 80$ aA/Hz^{1/2} (75). Mais ce CCC n'a jamais fonctionné proprement. Plusieurs problèmes ont été suggérés: l'effet d'instabilité de la température du bain d'hélium et les phénomènes de résonance mécanique et électrique (l'association de l'inductance des enroulements supraconducteurs et leurs capacités de fuite conduit à de redoutables circuits oscillants !).

En réalité, un compromis sur la taille du CCC et sur le nombre de tours de ses enroulements doit être trouvé. Plus ces deux paramètres sont grands, meilleure est la résolution en courant mais l'influence du champ magnétique environnemental est plus forte et la fréquence de résonance électrique est plus faible. Sur la base de cette première tentative, nous avons opté au laboratoire pour le développement de premiers CCC de dimension plus modeste, dotés d'enroulements de nombre de tours plus faible et conçus pour être installé à proximité des dispositifs SET dans le même cryostat, minimisant ainsi la longueur des câbles de liaison électrique entre les deux systèmes.

Dans la partie suivante (§ 3.2), nous donnons la définition des principaux paramètres caractérisant les performances des CCC et décrivons brièvement leurs deux modes de fonctionnement. Une revue complète sur les CCC, incluant théorie, conception et mesures, est disponible par ailleurs (73). Nous présentons et analysons ensuite les caractéristiques des différents CCC que nous avons réalisés jusqu'ici (§ 3.3). Les résultats les plus significatifs qui ont pu être obtenus au moyen de ces comparateurs lors des mesures de dispositifs SET seront présentés dans le chapitre suivant (§ 4).

3.2. CARACTERISTIQUES DES CCC

3.2.1.Définitions

Les performances du CCC en termes de sensibilité et résolution en courant dépendent fortement du transformateur de flux (TF) qui doit adapter le mieux possible le SQUID au blindage toroïdal de recouvrement *via* la bobine de détection (figure 16).

La sensibilité du CCC, S_{CCC} , est définie comme la variation du supercourant *I* circulant sur la surface du tube de recouvrement qui crée une variation de flux magnétique Φ_{SQ} de 1 Φ_0 à travers l'anneau du SQUID. Il est aisé de montrer que la sensibilité est donnée par la relation :



$$S_{\rm CCC} = (L_{\rm p} + L_{\rm i}) / (MM_{\rm i}),$$

où L_p est l'inductance de la bobine de détection, L_i est l'inductance d'entrée du SQUID, *M* est l'inductance mutuelle entre le tube toroïdal de recouvrement et la bobine de détection, et M_i est l'inductance mutuelle entre la boucle de SQUID et la bobine d'entrée. La relation (8) n'est cependant qu'approximative. En pratique, tout l'ensemble CCC et SQUID est entouré par (au moins) un écran supraconducteur pour obtenir un champ magnétique environnemental assez faible et particulièrement très stable. En conséquence, le couplage inductif entre cet écran externe et à la fois le blindage de recouvrement et la bobine de détection doit être pris en compte. De même, l'effet miroir du blindage toroïdal de recouvrement sur la bobine de détection des fils de liaison reste petite par rapport à l'inductance d'entrée du SQUID. En gardant cette dernière hypothèse et en supposant un couplage parfait entre la bobine de détection et son image, il est montré que la sensibilité atteint la valeur optimale (76):

(8)

$$S_{CCC}^{opt} = (2/k_C)(L_i/L_{CCC}^{i})^{1/2}/M_i = (2/k_C)N^{opt}/M_i,$$
(9)

où $k_{\rm C}$ est un paramètre de couplage entre la bobine de détection et le blindage toroïdal d'inductance effective $L'_{\rm CCC}$, pour un nombre de tours de la bobine de détection

$$N^{\rm opt} = (L_i/L'_{\rm CCC})^{1/2}.$$
 (10)

La caractéristique la plus pertinente à considérer pour juger réellement de la qualité d'un CCC comme amplificateur, est la résolution en courant δI_{CCC} (en A/Hz^{1/2}). Elle est définie comme la racine carrée de la densité spectrale de puissance (DSP) de bruit en courant rapportée à l'entrée du SQUID ou de façon équivalente, comme le supercourant minimum mesurable circulant dans le tube de recouvrement du CCC. L'expression complète de δI est donnée par la relation :

$$\delta I_{\rm CCC} = \left[4kT/R_{\rm in} + 8\varepsilon_{\rm SQ}/(N_1^2 k_{\rm C}^2 L_{\rm CCC}) + (S_{\rm dext}/(N_1 L_{\rm CCC}))^2\right]^{1/2},\tag{11}$$

où N_1 est le nombre de tours de l'enroulement primaire du CCC. Le premier terme correspond au bruit Johnson de la résistance d'entrée à la température *T*. Le second terme est la contribution du SQUID avec une résolution en énergie ε_{SQ} quand la sensibilité optimale du CCC est atteinte¹⁴. Ce terme dépend également de la température. Dans les conditions optimales de fonctionnement du SQUID, ε_{SQ} est donnée par l'expression approximative :

$$\varepsilon_{\rm SQ} \approx 9kTL_{\rm SQ}/R \approx 16kT(L_{\rm SQ}C)^{1/2},\tag{12}$$

 L_{SQ} , *R* et *C* étant respectivement l'inductance propre du SQUID, la résistance et la capacité des jonctions Josephson.

Le troisième terme provient du bruit de flux magnétique externe avec une densité spectrale de puissance $S_{\Phi ext}$. Il est attendu que ce dernier terme devienne négligeable si des précautions de blindage sont prises. Le bruit dominant est alors issu des deux premiers termes en fonction de l'application du CCC. Quand un CCC est utilisé pour comparer des résistances, le bruit Johnson qu'elles délivrent ne peut être évité et par conséquent le nombre de tours de l'enroulement primaire est augmenté à une valeur seuil (environ 1 000) au-dessus de laquelle la contribution de bruit du SQUID devient négligeable. Dans le cas

¹⁴ Ce terme découle de la relation (9), la résolution du SQUID étant donnée par $\varepsilon_{SQ} = \delta \Phi^2 / (2L_{SQ})$ et $M_i = (L_{SQ}L_i)^{1/2}$ au facteur de couplage près.

traité ici des mesures de faibles courants, les résistances d'entrée *R*_{in} sont élevées et seul le bruit du SQUID est sensé intervenir :

$$\delta I_{\rm CCC} \approx [8\varepsilon_{\rm SQ}/L'_{\rm CCC}]^{1/2}/(N_1k_{\rm C}). \tag{13}$$

3.2.2.Modes de fonctionnement

La majorité des SQUID utilisés pour les CCC (et c'est notre cas) sont d'origine commerciale, pour des raisons de fiabilité et pour leurs performances en terme de bruit tout à fait honorables, comme nous le verrons par la suite. Ils sont aussi fournis avec une électronique particulièrement bien optimisée. Ces SQUID fonctionnent avec une boucle à contre-réaction de flux et, pour certains, un circuit de modulation de flux à basses fréquences (500 kHz typiquement). Cela permet d'obtenir une réponse linéaire en fonction du flux magnétique appliqué avec une très grande dynamique.

Mode de contre-réaction externe

Dans le mode de fonctionnement usuel du CCC, le SQUID est verrouillé en flux en délivrant un courant dans l'enroulement secondaire du CCC (N_2 tours) au moyen d'une source dont l'intensité de courant I_S est régulée par le courant de contre-réaction I_f du SQUID (figure 17). Le CCC associé à cette source agit alors comme un véritable amplificateur de courant avec un gain d'amplification (I_2/I_1) égal exactement au rapport des enroulements N_1/N_2 . Le gain de boucle en régime dynamique reste élevé et peut excéder 100 dB, la fréquence des signaux à mesurer se situant dans les très basses fréquences (typiquement 1 Hz) et la bande passante du système complet étant caractérisée par une fréquence de coupure à 3 dB comprise généralement entre 1 kHz et 10 kHz (en fonction de la sensibilité choisie). Il est alors suffisant de préajuster l'intensité du courant de la source secondaire à 10⁻⁵ près pour rendre négligeable l'erreur due à la valeur finie du gain de boucle, soit en dessous de 10⁻¹⁰ en valeur relative (73). Directement proportionnel à la fréquence de coupure de la bande passante (77), le taux de balayage (ou « slew rate ») auquel la boucle verrouillée en flux arrive à suivre des variations sans décrocher reste également suffisamment élevé, de l'ordre de 10³ à 10⁴ Φ_0 /s.



Figure 17

Schéma bloc du CCC dans les deux modes de contre-réaction :

En contre-réaction externe (à gauche) le gain de boucle du CCC, G_L , est donné par : $G_L = N_2 G_E V_{\Phi}/R_f S_{CCC}$ où G_E est le gain de l'électronique de contre-réaction, V_{Φ} est le coefficient de transfert optimisé du SQUID, R_f est la résistance de contre-réaction (73);

En contre-réaction interne (à droite), le gain de boucle G_L devient $G_L = M_f G_E V_{\Phi}/R_f$.

Mode de contre-réaction interne

Il s'agit du mode de verrouillage en flux par défaut du SQUID commercial, le courant de contre-réaction alimentant une bobine directement couplée au SQUID (figure 17). Ce mode, par construction plus simple à mettre en œuvre, plus stable avec une large bande passante

et un slew rate élevé¹⁵, et *a priori* moins bruyant, s'avèrera particulièrement bien adapté pour les premières phases de caractérisation des dispositifs à un électron où les mesures de courant en valeur relative sont privilégiées. Dans ce mode, le gain d'amplification du CCC est imprécis, donné par le rapport entre le courant de contre-réaction et le courant primaire :

$$G = N_1 / (S_{\rm CCC} \cdot M_{\rm f}), \tag{14}$$

où *M*_f est l'inductance mutuelle entre le SQUID et la bobine de contre-réaction.

3.3. PERFORMANCES ATTEINTES

3.3.1. Sensibilité et résolution en courant

Le tableau 1 ci-après présente les performances en termes de sensibilité et résolution des CCC que nous avons développés et les résultats obtenus par d'autres laboratoires. Contrairement à la sensibilité pour laquelle les valeurs mesurées sont proches des valeurs optimales (à 10 % près) démontrant ainsi un bon niveau de connaissance sur la théorie des CCC, la maîtrise sur le niveau de bruit est loin d'être parfaite avec des écarts atteignant un facteur 10 entre la théorie et la mesure.

CCC / auteurs	Gain maximum	S _{CCC} mesure	$δΦ_{SQ}$	8 _{SQ}	δ <i>I</i> _{CCC} théorie	δ <i>I</i> _{CCC} mesure CCC seul	δ <i>I</i> _{CCC} mesure CCC+sys
		µA∙t/Φ₀	$\mu\Phi_0/Hz^{1/2}$	h	fA/Hz ^{1/2}	fA/Hz ^{1/2}	fA/Hz ^{1/2}
CCC ₁ (78) (79)	10 000 :1	5	6	1 967	3	4	(<i>ii</i>) 4
CCC ₂ (80)	20 000 :2	4,5	6	1 967	1,3	-	(<i>i</i>) 6
CCC ₃ (55)	20 000 :1	5	3,1	528	0,8	4	(<i>i</i>) 3 à 5 (<i>ii</i>) 8 à 10
CCC ₃	20 000 :1	14,5	1,7	309	1,2	-	(i) 2
CCC ₄	30 000 :1	8,8	2,8	212	0,8	1,5	-
Rietveld (81)	30 000 :1	2,3	11	6 411	0,8	2,1	-
Elmquist (82)	15 500 :1	3,8	5	-	1,2	1,9	(<i>ii</i>) 10,7
Janssen (83)	40 960 :1	10,7	3,2	-	0,8	6	-

Tableau 1

Bilan des CCC réalisés au laboratoire (CCC₁ à CCC₄) et par d'autres équipes pour la mesure des faibles courants donnant les sensibilités expérimentales, les valeurs intrinsèques à 4,2 K de la densité spectrale de puissance de bruit (DSP) du SQUID à 1 Hz et de sa résolution en énergie (en terme de constante de Planck), les valeurs déduites de la résolution du CCC par comparaison aux meilleures valeurs mesurées avec un CCC seul (le SQUID opérant en mode de contre réaction interne) ou inséré dans un système complet expérimental (avec les deux modes possibles de contre réaction : (*i*) interne ; (*ii*) externe).

Plusieurs causes pouvant être à l'origine de cet écart ont été évoquées : le bruit généré par le mouvement des câbles de mesure reliant le CCC à l'étalon quantique de résistance dans les champs magnétiques parasites d'après Elmquist (82), les deux systèmes étant placés dans différents cryostats ; un blindage magnétique imparfait du CCC pour Janssen (83). Dans le cadre de nos résultats, d'autres raisons peuvent être avancées.

¹⁵ Avec le SQUID seul, fonctionnant en contre-réaction interne, le slew rate peut s'élever à 10⁶ voire 10⁷ Φ_0 /s et la bande passante du système est plus étendue, comprise typiquement entre 10 kHz et environ 1 MHz. On trouve des valeurs typiques *f*_{.3dB} de l'ordre de 25 kHz (Quantum Design), 50 kHz (Starcryoelectronics) et 280 kHz (Magnicon).

Considérons d'abord les expériences menées sur le premier comparateur à grand rapport d'enroulements dénoté CCC₁ (78) (79). Elles montrent un relativement bon accord entre la valeur mesurée du bruit intrinsèque du CCC ($\delta I = 4 \text{ fA/Hz}^{1/2}$ à 1 Hz) et la valeur attendue (3 fA/Hz^{1/2}). Ce résultat a été parfaitement confirmé lors de mesures où des courants dans la gamme de 250 aA à 2,5 nA ont été appliqués dans l'enroulement primaire du CCC, ce dernier fonctionnant dans le mode exact de contre réaction externe (79) (figure 18).

Afin de s'affranchir du bruit en 1/f du SQUID (apparaissant typiquement en dessous de 1 Hz) mais aussi de ses offsets et dérives, les mesures sont effectuées en inversant périodiquement la polarité du courant. Le signal de sortie, une fois démodulé, est ensuite traité en calculant la variance d'Allan et l'évolution temporelle de celle-ci (84) (85). Dans le cas présenté ici, les données de sortie présentaient le caractère d'un bruit blanc avec une variation en $\tau^{-1/2}$ de l'écart type d'Allan σ_{AD} (où τ correspond à un temps d'analyse des données). Cet écart type alors égal à l'écart type expérimental de la moyenne constituait bien un estimateur sans biais de l'écart type expérimental et conduisait à une incertitude de type A u_A égale à 50 aA pour une heure de mesure. L'incertitude est donnée par la relation



Résultats de la démodulation synchrone d'un signal d'entrée de 250 aA (traits tirés) modulé à 0,3 Hz sur une heure de mesure. Chaque point résulte d'une intégration de 500 données **(78)**.

$$u_{\rm A} = \left[h_0/T_{\rm M}\right]^{1/2},\tag{15}$$

où h_0 est le niveau de bruit blanc en A²/Hz (85) et T_M , le temps de mesure.

Un niveau de bruit légèrement plus élevé (de l'ordre de 6 fA/Hz^{1/2}, figure 19) a été obtenu lors des premières mesures de pompes à électron (80) par l'intermédiaire d'un second CCC, dénoté CCC₂. Ce comparateur a été développé avec des dimensions similaires au précédent¹⁶ et couplé au même type de SQUID (Quantum Design) mais disposant d'un enroulement primaire de 20 000 tours (78). Il n'a pas été testé dans une configuration isolée. L'urgence de l'époque était de vérifier la compatibilité de fonctionnement du CCC avec les dispositifs SET et d'effectuer les toutes premières expériences combinant les deux systèmes. Pour cela, le comparateur a été installé directement dans le dispositif expérimental et configuré dans le mode de contre-réaction interne.



Figure 19

Spectre de bruit en courant d'entrée du CCC_2 connecté à une pompe à électron. En trait tiré, valeur intrinsèque du CCC_1 (53). Le régime de bruit blanc apparaît entre 0,2 Hz et 3 Hz.

Dans l'encadré, pics de résonance entre 10 Hz et 30 Hz dus aux vibrations mécaniques environnementales (site de Fontenay aux Roses), origine confirmée par des mesures d'accéléromètrie.

Les résultats obtenus avec le CCC_2 nous ont ainsi permis de démontrer la possibilité d'effectuer des mesures de courant de dispositifs SET avec un faible niveau de bruit au moyen d'un CCC, et la pertinence de placer les deux systèmes dans un seul et même cryostat (anticipant ainsi les problèmes rapportés plus tard par Elmquist *et al.* (82)). Les

¹⁶ Blindage toroïdal de diamètre intérieur 22 mm, de diamètre exterieur 42 mm et de hauteur 14 mm.

résultats sur le CCC₁ semblent par ailleurs valider nos options prises pour minimiser le bruit magnétique extérieur et disposer d'un champ magnétique résiduel stable (au moyen d'un premier blindage ferromagnétique permettant d'atténuer le champ magnétique avant qu'il ne soit piégé par deux autres blindages supraconducteurs renfermant le CCC (78)).

En parallèle aux études menées sur les pompes à électron qui ont abouti en 2008 à une caractérisation complète de leurs modes de fonctionnement, ces travaux comprenant également quelques améliorations du dispositif expérimental¹⁷ incluant le CCC_2 (86), nous avons poursuivi le développement de nouveaux CCC avec l'objectif de gagner davantage en rapport signal à bruit. Après une tentative infructueuse sur un CCC de 45 000 tours (les fils d'enroulement cassés lors de la première mise en froid) et un échec sur la réalisation de CCC avec des enroulements constitués de pistes supraconductrices microlithographiées (contraintes technologiques trop sévères), nous sommes revenus sur la fabrication de CCC de 20 000 tours (avec des enroulements conventionnels à base de fil supraconducteur NbTi dans une matrice en cuivre, 60 µm de diamètre hors tout, et englués dans de la colle époxy).

Deux nouveaux exemplaires, dénotés CCC_3 , ont ainsi été développés. Ils sont de conception similaire aux deux premiers mais couplés à un SQUID Quantum Design d'un meilleur niveau de bruit¹⁸. Les tests de sensibilité et de bruit ont montré que la résolution intrinsèque du CCC (4 fA/Hz^{1/2}) s'écarte significativement de la valeur théorique (0,8 fA/Hz^{1/2}). Ce résultat pourrait indiquer que l'efficacité des blindages utilisés jusqu'alors n'est plus suffisante ou que le bruit magnétique généré par le piégeage de flux au sein même du blindage toroïdal de recouvrement devient prédominant. Malgré cela, c'est avec un de ces deux comparateurs CCC_3 que l'expérience du triangle métrologique a pu être menée.

Après une amélioration supplémentaire du système expérimental et l'intégration du CCC, nous avons d'abord testé le niveau de bruit avec le SQUID placé en mode de contre réaction interne, la pompe à électron étant en mode pompage. La valeur mesurée concorde avec la valeur intrinsèque du CCC (3 à 5 fA/Hz^{1/2}, figure 20) confirmant une meilleure maîtrise des phénomènes perturbateurs pouvant apparaître dans le circuit reliant le CCC à la pompe à électron (bruit généré par des effets microphoniques ou influence accrue des effets de boucle d'antenne dus aux connexions électriques établies entre l'enroulement primaire du CCC et le dispositif SET par exemple). Cependant, dans l'expérience complète du triangle métrologique (SQUID en mode de contre-réaction externe) le niveau de bruit détecté a été trouvé relativement élevé, variant de 8 à 10 fA/Hz^{1/2} (55). Cela indiquait des progrès encore à réaliser sur la maîtrise des sources de bruit parasites du circuit secondaire, l'excès de bruit pouvant provenir notamment du câblage supplémentaire reliant l'enroulement de 1 tour du CCC au reste du circuit composé de la source de courant asservie alimentant la résistance étalon de 10 k Ω (figure 11).

Ce même CCC a ensuite été couplé à un SQUID de type Magnicon dont les performances en bruit dépassent celles des meilleurs SQUID de type Quantum Design (voir leur résolution en énergie – tableau 1), puis intégré dans un second système expérimental dédié à l'étude de nouvelles pompes à électron (à base de nanofil de silicium). Les résultats obtenus en contre-réaction interne, le CCC étant couplé à un de ces dispositifs silicium, montrent un niveau de bruit (2 fA/Hz^{1/2}) légèrement moins d'un facteur deux supérieur à la valeur attendue (1,2 fA/Hz^{1/2}).

¹⁷ Le niveau de bruit blanc, obtenu initialement à 130 fA/Hz^{1/2} avec une pompe à électron en mode pompage, a pu être réduit à 14 fA/Hz^{1/2}. D'abord le dispositif a été déménagé dans les nouvelles installations du LNE à Trappes offrant un environnement expérimental mieux protégé vis à vis des perturbations électromagnétiques et mécaniques. Les améliorations du CCC₂ portaient sur le blindage de la bobine de détection et un meilleur maintien des câbles de mesure contre les vibrations.

¹⁸ Blindage toroïdal de diamètre intérieur 22 mm, de diamètre exterieur 48 mm, de hauteur 13 mm.



Figure 20

Ecart type d'Allan avec recouvrement (σ_{AR} en aA) en fonction du temps d'échantillonnage. Les cercles vides correspondent aux calculs de l'écart type d'Allan. Les deux croix représentent les écarts types expérimentaux de la moyenne en prenant en compte l'ensemble des données de mesures (55). L'incertitude de type A de 14 aA, obtenue pour 50 MHz (soit une incertitude relative de 1,9·10⁻⁶) correspond à un niveau de bruit blanc $h_0 = 4,9$ fA/Hz^{1/2}.

Récemment, nous avons amorcé l'étude de nouveaux CCC qui ont des particularités bien distinctes des CCC jusque là réalisés et qui devraient permettre d'aboutir à des performances en bruit et en gain inégalées, *i.e.* une résolution en courant inférieure à 1 fA/Hz^{1/2} dans le régime de bruit blanc. Cette étude se décline en deux volets. Le premier consiste à réaliser un CCC insensible au champ magnétique environnemental et devrait permettre de répondre à la question sur l'origine de l'excès de bruit magnétique évoqué précédemment. Nous reviendrons sur ce développement plus loin (§ 4.3). Le second volet consiste à réaliser des CCC à très grand gain (\geq 30 000) tout en disposant d'une marge de stabilité suffisante. Les observations de résonance électrique LC lors de la caractérisation des premiers CCC (CCC₁ et CCC₃) nous ont convaincu de procéder à un nouvel agencement des enroulements permettant de réduire les capacités parasites de sorte que la fréquence de résonance soit maintenue typiquement à une valeur supérieure à 1 kHz.

Un premier CCC de rapport 30 000 :1, dénoté CCC₄, a ainsi été fabriqué (figure 21) et adapté à un SQUID de type Magnicon de très bonne résolution en énergie ($\varepsilon_{SQ} = 212$ h à 1 Hz).

Les premières optimisations du comparateur conduisent à un niveau de bruit relativement proche du niveau attendu, avec une valeur en termes de flux magnétique de 3,7 $\mu \Phi_0/Hz^{1/2}$ à 1 Hz à comparer à la contribution en bruit de 2,8 $\mu \Phi_0/Hz^{1/2}$ qu'apporte le SQUID (figure 22).

Figure 21

Image du CCC₄. Placé en bas d'une canne de test, l'ensemble {CCC4 et SQUID} est enfermé dans 4 blindages, l'externe en matériau ferromagnétique (cryoperm) alors que les 3 autres sont supraconducteurs (plomb).



Cela conduirait à une résolution en courant de valeur inégalée de 1,5 fA/Hz^{1/2} à 1 Hz (la valeur théorique étant de 0,8 fA/Hz^{1/2} à 1 Hz pour 30 000 tours). Il est à noter une valeur un peu plus élevée de la fréquence de recouvrement, $f_C \approx 2$ Hz délimitant le bruit en 1/f du bruit blanc dont le plancher se situe à une valeur de 3 $\mu \Phi_0$ /Hz^{1/2} sur un domaine de fréquence particulièrement étendu {2 Hz – 1 kHz}. Sur la plage de fréquence {2 Hz – 6 Hz} adaptée aux mesures de courant (considérant la fréquence d'échantillonage et la fréquence d'inversion de polarité), nous disposerions d'une résolution en courant du CCC de l'ordre de 1,1 fA/Hz^{1/2}, valeur obtenue également sans précédent.

Par comparaison, le CCC de rapport 30 000 :1 développé par Rietveld *et al.* (81) présente un planché de bruit plat entre 0,1 Hz et 10 Hz mais établi à une valeur plus élevée de

2,1 fA/Hz^{1/2}. Le niveau de bruit du CCC₄ et les valeurs élevées de fréquences de résonance que nous avons observées sur ce même comparateur (discutées dans la partie suivante), constituent des résultats prometteurs qui ouvrent la voie à la construction de CCC de gain plus élevé (> 30 000) et d'une résolution inférieure à 1 fA/Hz^{1/2}.



Figure 22

Spectre de bruit en flux magnétique du CCC₄. Les lignes noires en trait tiré indiquent le plancher de bruit blanc au niveau de 3 $\mu \Phi_0/Hz^{1/2}$ et le bruit en 1/f (en dessous de 2 Hz). Le cercle indique la valeur intrinsèque du SQUID à 1 Hz (2,8 $\mu \Phi_0/Hz^{1/2}$). Les deux pics à 7,6 et 11,4 Hz sont dus aux vibrations mécaniques environnementales (site de Trappes, vues par accéléromètrie). Le pic à 6 kHz traduit la résonance selfique (LC) du CCC.

3.3.2. Fréquence de résonance et exactitude du gain

Malgré les performances des SQUID utilisés en termes de stabilité dans leur mode à verrouillage de flux (évoquées dans § 3.2.2), le fonctionnement du système global peut être affecté dramatiquement par des phénomènes de résonance émanant principalement des circuits oscillants que constituent les plus grands enroulements avec les capacités parasites existantes au sein du CCC. Les résonances peuvent être excitées par différentes sources : le signal de modulation du SQUID transmis par le transformateur de flux (81) ; le signal de déséquilibre dynamique des enroulements lors des rampes de courant (87), ou lors des inversions de polarité du courant ; des signaux parasites circulant dans les circuits primaire et secondaire du système. A des fréquences trop basses, les résonances peuvent aussi induire une élévation importante du plancher de bruit, en étant stimulées par des sources de vibration acoustique ou mécanique. Nous verrons par la suite qu'à l'instar des imperfections du blindage toroïdal de recouvrement, les résonances peuvent aussi se traduire par des erreurs de gain très significatives. Leur appréhension est donc indispensable pour tout développement de CCC.

Résonance

Nos premières observations sur le spectre de bruit en courant d'entrée du CCC₁ montraient une fréquence de résonance de 4,1 kHz en relativement bon accord avec une extrapolation des valeurs obtenues antérieurement sur un CCC de dimensions équivalentes mais composé d'enroulements de 5 000 tours et sur les CCC de plus petite taille dédiés aux mesures de résistance (78) (88) (89). L'extrapolation s'appuie sur la variation attendue en 1/N de la fréquence de résonance, celle-ci étant donnée par la relation bien connue $f_r = 1/[2\pi(LC)^{1/2}]$ et l'inductance d'un enroulement de *N* tours s'exprimant comme le produit $N^2 \cdot L'_{CCC}$ où on retrouve l'inductance effective L'_{CCC} du blindage toroïdal du CCC. Des valeurs plus faibles de fréquence de résonance ont été rapportées pour des CCC équivalents au CCC₁ (tableau 2), notamment celle de l'équipe de Rietveld (81) (90) qui confirme nos prévisions en trouvant une capacité de fuite *C* voisine de celles que nous avions déduites (de l'ordre de 1,1 nF pour des CCC avec des enroulements de 1 500, 5 000 et 10 000 tours) et sur la relation approximative donnant la fréquence de résonance en fonction du nombre de tours N:

$$f_{\rm r} = f_{\rm r0} \cdot N_0 / N, \tag{16}$$

où f_{r0} correspond à la fréquence de résonance de l'enroulement de plus grand nombre de tours N_0 du CCC.

CCC / auteurs	Nb de tours	Matériau	Super- position des spires	Fréq. de résonance (kHz)	Inductance (H)	Capacité (nF)
CCC ₁ (78)	10 000	Supra.	Radiale	4,1	1,5	1,1
CCC ₃	10 000	Supra.	Radiale	3,5	1,7	1,2
CCC ₄	10 000	Supra.	Axiale	6	1,2	0,6
Rietveld (81)	10 000	Supra.	Radiale	1,75	6	1,4
Elmquist (82)	15 496	Résistif	Radiale	2,7	1,4	2,5

Tableau 2

Fréquences de résonance associées à l'enroulement de plus grand nombre de tours des CCC réalisés au laboratoire (CCC₁ à CCC₄) et par d'autres équipes. Les valeurs théoriques des inductances sont obtenues à partir de l'expression $L = N_1^2 L'_{CCC}$. Les valeurs approximatives de capacité sont ensuite déduites de l'égalité $LC\omega^2 = 1$.

Ces premiers résultats indiquaient donc qu'au delà d'un certain nombre de tours, de l'ordre de 30 000 pour un CCC de même dimension que le CCC₁, la fréquence de résonance tomberait en dessous de kilohertz. Cela est corroboré par les travaux qui ont suivi sur le CCC₃. En relevant la fréquence de résonance sur le spectre de bruit pour différentes configurations des enroulements du CCC (mise en série, connexion à la masse...), nous avons pu déduire les valeurs de certaines capacités de fuite, notamment la capacité de shunt des enroulements de 10 000 tours, de l'ordre de 1,2 nF, et la capacité entre les deux enroulements de 10 000 tours, de l'ordre de 1,6 nF.

La figure 23 montre un spectre de bruit en flux magnétique du CCC_3 dans une configuration où ses deux enroulements de 10 000 tours étaient mis en série et connectés à une pompe à électron. Un pic de résonance est observé à une fréquence de 1,86 kHz, proche de la valeur attendue. L'amplitude du pic est similaire à celles obtenues sur les autres CCC cités ici (10⁻³ à 10⁻² $\Phi_0/Hz^{1/2}$).

Outre le dysfonctionnement possible du CCC ou tout du moins une sensibilité accrue à toutes vibrations mécaniques ou bruits acoustiques, une fréquence de résonance interne trop faible se traduirait aussi par une erreur non négligeable sur le rapport d'enroulements.





Spectre de bruit en flux d'entrée du CCC_3 (le SQUID fonctionnant en mode de contre-réaction interne). Ses deux enroulements de 10 000 tours étant mis en série et connectés à une pompe à électron (à base de mono fil de silicium) placée dans un état non conducteur.

Un majorant de cette erreur est couramment donné par l'expression approximative suivante :

$$\varepsilon_{\rm ac} = (1 - k_{\rm M}) (f/f_{\rm r})^2,$$
 (17)

où $k_{\rm M}$ est le facteur de couplage caractérisant l'inductance mutuelle entre les deux enroulements utilisés (88).

Plusieurs pistes ont été proposées pour minimiser l'impact de la résonance interne sur le fonctionnement du CCC et sur l'exactitude de son gain. Ainsi la diminution de la fréquence de coupure de l'électronique de contre réaction du SQUID est une solution. Elle conduit naturellement à réduire la bande passante mais aussi en contre partie le gain de boucle, ce qui entraîne une augmentation de l'erreur de gain en boucle ouverte du CCC (73). De plus, l'erreur liée à l'effet de fréquence donnée par la relation (16) reste inchangée. Il a été aussi suggéré de placer une capacité supplémentaire en parallèle à l'enroulement ou entre une des bornes de l'enroulement et la masse, ce qui pourrait annuler au moins partiellement l'erreur ϵ (89).

D'autres pistes ont été suivies comme l'utilisation de fil en matériau résistif pour les enroulements de grand nombre de tours par Elmquist *et al.* (82) ou la connexion à un enroulement auxiliaire (de nombre de tours intermédiaire) d'un circuit composé d'une résistance et d'une capacité mises en série, préférablement à basse température (87). La résonance interne du CCC a été effectivement amortie (avec une amplitude du pic réduite à 10^{-4} ou $10^{-5} \Phi_0/Hz^{1/2}$) mais la valeur de la fréquence de résonance reste relativement faible conduisant donc à une erreur ε_{ac} non négligeable. Par ailleurs, une tentative de réduire les capacités parasites entre enroulement par l'insertion de feuilles de cuivre entre chaque couche d'enroulement ne s'est pas avérée concluante (81). Dans un même but, alors que les CCC ont usuellement des enroulements qui se superposent radialement couche par couche, nous avons opté pour un agencement des enroulements du CCC₄ par empilement axial (figure 24).

Différentes configurations de mesure (enroulements mis en série, ou connectés à la masse, ou courtcircuité) ont permis d'observer une diversité de pics de résonance sur les spectres de bruit.

Dans la configuration où tous les enroulements étaient disconnectés (en circuit ouvert), la valeur de fréquence de résonance la plus faible a alors été trouvée à 6 kHz, traduisant une capacité de fuite des enroulements de 10 000 tours de 0,6 nF, soit au moins deux fois plus faible que les valeurs obtenues jusque là (tableau 2).



a) Agencement conventionnel des enroulements par une superposition radiale des couches; b) Agencement par empilement axial des enroulements.

D'autre part, lors de la mise en série de deux enroulements de 10 000 tours, puis des trois enroulements, le principal pic de résonance a été observé à des fréquences respectivement de 4,7 kHz et 3 kHz, plus fortes que celles prédites par la relation (15). Des mesures directes de l'inductance de chaque enroulement, des inductances mutuelles et des capacités entre enroulements (88) seront utiles pour établir un circuit électrique équivalent complet de tout le système qui nous permettra de rendre compte de nos observations.

En considérant la relation (17), l'erreur ε_{ac} sur le rapport 30 000 :1 devrait donc ne pas excéder $3 \cdot 10^{-8}$ pour une fréquence de mesure de 1,6 Hz (en considérant un coefficient de couplage $k_{\rm M} = 0.9$). Nous allons voir par la suite que l'erreur sur les rapports d'enroulements (en courant continu) peut, quant à elle, ne pas être négligeable.

Imperfections du blindage de recouvrement

Jusqu'à présent, très peu de mesures ont été rapportées sur l'exactitude des CCC de grand rapport d'enroulements. Certes ces tests indiquaient l'absence d'erreur à l'incertitude des mesures près, typiquement de l'ordre de 10⁻⁸ mais ils n'étaient généralement restreints qu'à un nombre limité d'enroulements et pouvaient être alors considérés comme incomplets. Il en

est ainsi de nos premières mesures portées sur CCC_2 , et CCC_3 comme de celles effectuées par Rietveld *et al.* (56) (unique test significatif de deux enroulements de 1 000 tours). Ces mesures étaient réalisées selon la méthode habituelle : application d'un courant continu à deux enroulements de même nombre de tours, mis en série opposition et détection du signal d'erreur sur la tension de sortie du SQUID¹⁹.

La question est de savoir si les tests portant uniquement sur les enroulements impliqués dans l'amplification du courant sont suffisants pour garantir l'exactitude du gain et ne nécessitent pas d'être étendus à d'autres enroulements disposant de nombres de tours intermédiaires comme cela est le cas pour les CCC dédiés aux mesures de résistance. Ces derniers sont en effet généralement composés d'une série d'une dizaine d'enroulements d'effectuer les mesures successives de rapport 1 en partant des enroulements d'une valeur initiale typique de 15 ou 16 pour aboutir avec les plus grands enroulements de nombre de tour de l'ordre de 1 000²⁰. Il parait effectivement difficile de suivre la même procédure pour des CCC avec des enroulements allant de 1 à plus de 10 000 tours, car cela imposerait la fabrication d'un trop grand nombre d'enroulements intermédiaires et le risque de rupture de fil lors de la réalisation du CCC (notamment au cours du bobinage) est loin d'être faible.

Le sens commun nous conduirait à répondre par l'affirmative en revenant sur le principe même du CCC (figure 15) selon lequel au moyen d'un blindage parfaitement supraconducteur (assurant ainsi l'application de l'effet Meissner) se recouvrant sur une longueur suffisamment grande, la densité de supracourant circulant sur la surface extérieure du blindage ne porte plus l'information de la position des enroulements (seule la distribution de densité de courant sur la surface interne du tube peut être inhomogène dans le cas d'un positionnement asymétrique des fils). Si des précautions sont prises pour disposer les enroulements symétriquement les uns des autres au sein du tore, le risque d'erreur sera davantage limité. La formulation analytique de l'erreur de rapport proposée par Seppä (91) indique dans ce cas une décroissance exponentielle en fonction de la longueur de recouvrement. Ainsi en partant de l'hypothèse simplificatrice de deux fils positionnés symétriquement par rapport au centre du tore, l'erreur s'exprime comme le rapport entre le flux magnétique $\delta \Phi$ fuyant à travers l'espace interstitiel du recouvrement provoqué par le passage de courants égaux et opposés dans les deux fils (ce flux de fuite portant l'information sur la position des fils) et le flux magnétique total Φ généré par le même courant dans un seul fil placé au centre :

$$\delta \Phi / \Phi = [a\delta \exp(-l/r)] [Rr \ln(R/r)]^{-1}, \qquad (18)$$

où 2*a* est la distance séparant les deux fils, δ est l'espacement entre deux couches de recouvrement, *I* est la longueur de recouvrement, *r* est le rayon équivalent de la section du tube de largeur *w* et de hauteur *h* (*r* = (*wh*/ π)^{1/2}), et *R* est le rayon moyen du tore.

Pour les enroulements de grand nombre de tours, un effet de moyennage s'opère et le critère de symétrie pour appliquer la relation (18) est respecté. On peut donc s'attendre à une erreur de rapport négligeable. Pour des enroulements de quelques tours, dont le positionnement parfaitement central au sein du tore est dans la pratique difficilement réalisable, cette même relation (18) ne peut être appliquée. Il nous paraissait donc nécessaire de quantifier les limites de l'efficacité du blindage toroïdal de recouvrement vis à vis de la position des enroulements de faible nombre de tours en étudiant le cas d'un CCC

¹⁹ Une rampe de courant est généralement appliquée aux deux enroulements, tout en inversant une fois la polarité du courant à chaque palier sur des temps de quelques secondes pour s'affranchir principalement des dérives d'offset du SQUID.

²⁰ Ainsi, avec un CCC composé d'une série de 9 enroulements de nombres de tours 15, 15, 30, 60, 120, 240, 480, 960 et 1920, le test d'exactitude consistera à effectuer les mesures dans les configurations suivantes : 15 - 15; (15+15) - 30; (15 + 15 + 30) - 60; (15 + 15 + 30 + 60) - 120; *etc*.

dont les enroulements sont disposés de façon dissymétrique. C'est ce que nous avons testé avec le CCC₄. En considérant les paramètres dimensionnels de celui-ci (δ = 0,4 mm; *r* = 11,2 mm; *R* = 18 mm), une longueur de recouvrement correspondant à 1,5 fois la circonférence moyenne du tore conduirait déjà à une erreur $\delta \Phi/\Phi$ de l'ordre de 1.10⁻⁸.

La figure ci-contre indique l'emplacement des huit enroulements du CCC_4 (2 enroulements de 1 tour, 3 enroulements de 2 tours et 3 enroulements de 10 000 tours). Les enroulements de 1 et 2 tours ont un rayon qui correspond environ au rayon moyen du tore.

Figure 25

Vue schématique d'une section du tore du CCC_4 et répartition des enroulements avec la numérotation suivante : 1 et 5 (1 tour) ; 2, 3 et 4 (2 tours) ; 6, 7 et 8 (10 000 tours). Pour plus de clarté, le blindage n'est représenté qu'avec deux couches. Dans la pratique, les feuilles de plomb ne sont soudées que sur les faces supérieure et inférieure du tore et à la base de la cheminée.



axe du tore

Trois séries de mesures d'erreur de rapport d'enroulements ont ainsi été effectuées sur ce comparateur (92). Pour la première série de mesures, le blindage toroïdal ne possédait que deux tours de recouvrement (soit trois couches de plomb) et sans aucun blindage (la cheminée habituelle) recouvrant les fils à leur sortie du tore. Une fois cette cheminée réalisée (trois cylindres coaxiaux en plomb), de nouvelles mesures ont été entreprises. Une troisième série a ensuite été réalisée après avoir prolongé le recouvrement d'un troisième tour (et avoir muni la cheminée d'un quatrième blindage cylindrique). Alors que des erreurs de rapport ont été trouvées à des valeurs déjà inférieures à 10⁻⁸ pour les plus grands enroulements, même dans la configuration sans cheminée, des erreurs comprises entre 10⁻⁷ et quelques 10⁻⁵ ont été relevées pour les enroulements de 1 et 2 tours (tableau 3).

Configuration	3 couches sans cheminée $(\varepsilon \pm u) \times 10^{-6}$	3 couches avec cheminée (ε ± <i>u</i>)×10 ⁻⁶	4 couches avec cheminée $(\varepsilon \pm u) \times 10^{-6}$	
1t(1) : 1t(5)	4.9 ± 1.6	3.07 ± 0.04	2.35 ± 0.01	
1t(1)+1t(5):2t(3)			2.28 ± 0.01	
2t(3) : 2t(4)	18 ± 0.3	5.1 ± 0.02		
2t(2) : 2t(3)	22 ± 0.4			
2t(2) : 2t(4)	0.16 ± 0.24			
$10^4 t(6) : 10^4 t(7)$	0.006 ± 0.002	0.0018 ± 0.0008	0.0004 ± 0.0002	
$10^4 t(6) : 10^4 t(8)$	0.005 ± 0.0003	0.0005 ± 0.001	0.0004 ± 0.0003	
$10^4 t(7) : 10^4 t(8)$	0.0053 ± 0.0003	0.0022 ± 0.0006	0.0003 ± 0.0002	

Tableau 3

Erreur de rapport d'enroulements en courant continu (ε) et incertitude de type A (*u*) associée mesurée dans trois configurations du CCC et impliquant les enroulements de 1 tour (1t), de 2 tours (2t) et de 10 000 tours.

Les résultats soulignent que l'erreur de rapport décroit rapidement avec les enroulements de 10 000 tours et très lentement pour les enroulements de 1 et 2 tours. Cette lente

décroissance rappelle celle observée par Grohmann et son équipe en 1974 (93) et fut attribuée à la présence de micro-trous dans le blindage (particulièrement au niveau des soudures). Une possible répartition homogène de ces imperfections de blindage expliquerait dans notre cas une compensation mutuelle des flux de fuite pour les enroulements à grand nombre de tours (car répartis sur toute la largeur du tore), une compensation qui s'opère plus difficilement pour les enroulements de 1 ou 2 tours. Cette piste est en passe d'être écartée suite à des mesures récentes portant sur un blindage toroïdal complétement refabriqué (en suivant le même modèle mais en utilisant une soudure supraconductrice différente, aucune présence de trous n'ayant d'ailleurs été décelée lors du démontage du blindage), et sur de nouveaux enroulements de faible nombre de tours qui ont été ajoutés à la bobine existante. Nous nous orientons désormais vers une autre explication qui invoque une différence de chemin parcouru par le courant dans les deux enroulements, cela au niveau de la sortie des fils à la base de la cheminée (en amont de la première torsade des fils) avec deux cas de figure : un courant de déplacement non nul δI , insuffisament écranté, parallèle au supercourant I_{CCC} circulant dans le blindage toroïdal, qui résulte : (1) de la finition imparfaite des enroulements au sein du tore ; (2) de la position non coïncidente des fils de sortie des deux enroulements (figure 26). Dans le second cas, la position radiale de la cheminée s'avèrerait alors moins avantageuse que la position axiale traditionnelle (lors du bobinage des enroulements selon la méthode conventionnelle par empilement radial des couches (figure 24, cas a), tous les fils de sortie sont maintenus en les glissant à travers une fente étroite et radiale d'un disque et sont ainsi approximativement coplanaires par construction).



 $\varepsilon = [d_{A1B1C1}/(2\pi N_1 R) - d_{A2B2C2}/(2\pi N_2 R)] \cdot \alpha_r^{-1}$



$$\begin{split} &\delta I_1/I_1 = [(d_{A1B1} - d_{B1C1})/(2\pi N_1 R)] \cdot \alpha_r^{-1} \\ &\delta I_2/I_2 = [(d_{A2B2} - d_{B2C2})/(2\pi N_2 R)] \cdot \alpha_r^{-1} \\ &\epsilon = \delta I_1/I_1 - \delta I_2/I_2 \end{split}$$

Figure 26

A gauche, le croquis représente les fils de sortie de deux enroulements (N_1 tours et N_2 tours) au sein d'une cheminée positionnée radialement par rapport au blindage toroïdal. Le fait qu'ils ne soient pas dans un même plan (traits tirés bleus) induirait une erreur ε sur le rapport d'enroulements. Cette erreur est proportionnelle à la différence des longueurs de chemins parcourus par les courants I_1 et I_2 dans la zone d'intersection ($d_{A1B1C1} - d_{A2B2C2}$) rapportées à la longueur totale des enroulements $2\pi N_{1,2}R$, R étant le rayon moyen du tore. L'erreur est réduite d'un facteur α_r qui traduit l'atténuation des champs magnétiques de fuite à la fois par le blindage toroïdal et la cheminée.

A droite, dans le cas d'un torsadage imparfait, par exemple celui des fils parcourus par l_1 , un courant de déplacement non nul $\delta l_1 = [(d_{A1B1} - d_{B1C1})/(2\pi N_1 R)] \cdot l_1/\alpha_r$ se superpose au courant principal et induit une erreur sur le nombre de tour effectif. Il en est de même, mais de façon moindre, pour l'enroulement parcouru par le courant l_2 .

Outre le fait qu'il soit crucial de mener les tests d'erreur sur les enroulements de faibles nombres de tours pour s'assurer de l'efficacité du blindage toroïdal de recouvrement, cette première étude indique cependant que les erreurs de rapport peuvent rester négligeables si toutefois les deux enroulements du rapport concerné occupent une position symétriquement

opposée. Il serait aussi souhaitable que l'enroulement de faible nombre de tours *N* (par exemple N = 1), soit réalisé par la mise en série opposition de deux enroulements de plus grands nombres de tours N_1 et N_2 tels que $N_1 - N_2 = N$ (par exemple $N_1 = 100$, $N_2 = 99$). De plus, sous réserve que ces deux conditions soient remplies, il ne serait pas nécessaire de recourir ni à une longueur de recouvrement du blindage qui soit supérieure au double de la circonférence moyenne du tore, ni à un long recouvrement des fils de sortie (*i.e.* une cheminée) pour disposer d'un CCC avec une erreur de gain limitée à quelques 10⁻⁹.

3.3.3.Conclusion et perspectives

Le LNE est le premier et jusqu'à aujourd'hui le seul laboratoire à utiliser un CCC en série avec un dispositif SET afin de mesurer le courant généré. Nous allons décrire dans le chapitre suivant les principaux résultats qui ont pu être obtenus sur différents dispositifs SET au moyen des CCC présentés ici. Ces résultats ont marqué les principales étapes qui nous ont conduits à la première expérience du triangle métrologique. Pour en venir jusque là, plusieurs difficultés expérimentales ont été surmontées : a) la réalisation d'un CCC de grand rapport d'enroulements avec une densité spectrale de bruit en courant de quelques fA/Hz^{1/2} dans le régime de bruit blanc pour une fréquence de fonctionnement de l'ordre du hertz ; b) la limitation d'excès de bruit et des phénomènes perturbateurs mutuels lors de l'association du CCC et du dispositif SET final (la pompe à électron) ; c) la stabilité du système global pour disposer d'un temps de mesure maximal.

Les efforts sont poursuivis pour doter le montage expérimental du triangle métrologique d'un CCC ultra performant, présentant une résolution en courant bien en dessous du fA/Hz^{1/2}. Ils comprennent des études sur l'influence de paramètres extérieurs tels que l'instabilité du champ magnétique résiduel et de la température, les vibrations mécaniques. Ces études seront associées à des travaux de modélisation. Ces derniers porteront principalement sur la définition d'un circuit électrique équivalent du CCC pour mieux appréhender son comportement en fréquence et sur la distribution du supracourant en présence d'imperfections du blindage toroïdal ou en fonction de la position radiale ou axiale de la cheminée pour conclure sur les erreurs de gain possibles liées à la position non centrale des enroulements de faibles nombres de tours ou liées aux effets d'extrémité au niveau de la cheminée.

Une autre piste d'amélioration de la résolution en courant que nous explorerons porte sur la réduction en température de tout le système, au moins jusqu'à 1,2 K ce qui aura pour avantage immédiat de gagner d'abord un facteur 2 sur le bruit intrinsèque du SQUID. Cela conduirait aussi à une réduction du bruit magnétique du blindage toroïdal de recouvrement due à un meilleur ancrage des vortex. Le « prix à payer » est une légère complication du dispositif cryogénique global et une perte substantielle de l'ergonomie. Différentes voies de thermalisation du CCC et du SQUID sont envisagées : insertion de l'ensemble dans un bain d'hélium pompé, dans une enceinte à gaz d'échange ou à vide. Cette étude est commune au développement en cours sur le refroidissement d'un CCC au moyen d'un cryogénérateur fonctionnant sans hélium liquide, le système que nous avons choisi étant un réfrigérateur à tube pulsé (94).

Dans une perspective d'application comme amplificateur de courants pour des mesures en régime dynamique (temps de mesure courts) ou alternatif avec des fréquences de travail dans le domaine audio, les CCC pourraient être une alternative sérieuse aux amplificateurs conventionnels en allégeant la contrainte cryogénique avec l'émergence de ces nouveaux cryogénérateurs. A une fréquence de travail de l'ordre du kilohertz, les performances en bruit du CCC bénéficieraient d'un meilleur niveau de bruit du SQUID (mais sans atteindre le niveau record obtenu par les SQUID « de compétition », leur résolution en énergie approchant la limite quantique $\varepsilon_{SQ} = h/2\pi$). Elles pourraient se traduire par une résolution en courant de l'ordre du fA/Hz^{1/2} en régime de bruit blanc à l'entrée d'un enroulement primaire dont le nombre de tours serait moins élevé (1 000 tours). Au travers d'une simplification et

d'une compacité du blindage de recouvrement des enroulements, l'erreur sur le gain resterait très faible par rapport à ceux des amplificateurs conventionnels (l'erreur pouvant être limitée à 10⁻⁶ à 1 kHz sans mettre en œuvre des techniques de compensation). La proposition originelle mais non poursuivie de Seppä (95) d'un CCC microlithographié est certainement une piste à reconsidérer.

4. MESURES DE DISPOSITIFS SET AVEC UN CCC

4.1. DES TRANSISTORS SET AUX POMPES A ELECTRON

Le contrôle d'un courant en manipulant des électrons individuels à une fréquence f pour avoir une intensité quantifiée I = e f nécessite de disposer d'un système composé d'un ou plusieurs îlots métalliques (ou supraconducteurs). Ces derniers sont couplés au monde extérieur par des barrières de potentiel suffisamment fines pour permettre l'effet tunnel (passage un par un des électrons à travers la barrière) et par des barrières épaisses, (condensateur de grille par exemple) permettant de porter sans fuite électronique le ou les îlots à un potentiel donné. Ainsi, par répulsion coulombienne entre électrons, il est possible de bloquer ou d'autoriser le transfert tunnel qui est un processus stochastique, de maîtriser à une valeur entière le nombre d'électrons en excès sur chaque îlot et par une polarisation synchronisée du ou des potentiels de grille, de transférer un électron d'un bord à l'autre du circuit de façon parfaitement contrôlée.

L'exemple le plus remarquable (encore de nos jours) de source de courant monoélectronique est la pompe métallique à jonctions tunnels (96). Elle est remarquable de par sa conception relativement simple, fondée sur une théorie robuste et mature (voir par exemple les ouvrages de base (97) (98)), et par le niveau d'exactitude atteint sur le comptage d'électrons. Ainsi, un taux d'erreur de 1.10⁻⁸ fut démontré par le NIST en 1996 sur une pompe à sept jonctions tunnels (99). Ces travaux faisaient suite aux premiers résultats obtenus sur la pompe à trois jonctions inventée par Pothier et al. en 1991 (49), puis sur une pompe à cinq jonctions développée par Martinis et al. en 1994 (100). Sur la base de ces résultats très prometteurs et forts du soutien de l'équipe de Saclay, il était naturel de bâtir l'expérience du triangle autour de ces pompes à jonctions tunnels dès le début du projet en 1996. Dans un premier temps, nous nous sommes d'abord intéressés au transistor SET considéré comme la brique de base des pompes à électron. Il nous a permis d'abord de nous familiariser avec les contraintes expérimentales que ces dispositifs peuvent engendrer (101) (102) (103), puis de prouver le principe d'une mesure directe de leur courant à partir d'un CCC tout en validant le système expérimental. La fiabilité de ce dernier a été atteinte ensuite lors des mesures de pompe à trois jonctions tunnels.

Transistor SET

Le transistor SET est un simple îlot métallique formé à partir des électrodes communes de deux jonctions tunnels et d'un condensateur de grille (figure 27).

Le phénomène de blocage de Coulomb de l'effet tunnel, qui place le système dans un état non conducteur, apparaît si la capacité totale de l'îlot C_{Σ} est suffisamment faible comparée à $e^2/(2kT)^{21}$, et si les jonctions tunnels sont suffisamment opaques avec des résistances tunnels $R_t >> h/e^{222}$.

Le système retourne dans un état « passant » si une tension de polarisation suffisante lui est appliquée ($|V_B| > e/C_{\Sigma}$) ou pour des valeurs périodiques (en e/C_G) de la tension de grille V_G .





²¹ L'énergie de fluctuation thermique disponible n'est plus alors suffisante pour un électron de surmonter la barrière d'énergie sans recourir à une énergie fournie par une source de tension extérieure.

²² Les fluctuations quantiques du nombre d'électrons excédentaires sont alors négligeables. Cette condition découle de l'incertitude d'Heisenberg où la constante de temps Δt associée à l'effet tunnel et qui correspond au temps de charge de l'îlot (R_tC) doit être assez grande pour que l'incertitude en énergie soit petite devant la variation d'énergie $\Delta E = E_c$ de l'îlot.

Pompe à trois jonctions

La pompe à trois jonctions peut être décrite comme la mise en série de deux transistors dont une jonction tunnel est commune (figure 28). Le potentiel des deux îlots métalliques étant contrôlable individuellement, des zones de blocage et de déblocage de l'effet tunnel vont alors apparaître en fonction des couples de valeurs des tensions de grille V_{G1} et V_{G2} .

Contrairement au cas du transistor SET, il va être possible ici de contourner les zones de conduction. Celles-ci sont équivalentes à des points triples communs à trois états stables de la pompe (n, n), (n+1, n) et (n, n+1) et qui se répartissent sur un réseau en nid d'abeille, chaque couple (n_1, n_2) dénotant le nombre d'électrons excédentaires dans les deux îlots,

En pratique, l'application sur les deux grilles de signaux périodiques, déphasés de 90° environ ajoutés aux tensions continues correspondant aux coordonnées du point triple, permet de réaliser des cycles complets autour de ce point et ainsi de produire le passage d'un courant électron par électron à travers le système.





trois jonctions tunnels.

4.2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

La principale contrainte expérimentale pour que de tels dispositifs SET fonctionnent correctement est donc une température électronique suffisamment basse de sorte que l'énergie disponible dans une fluctuation thermique soit bien plus faible que l'énergie de Coulomb $e^2/2C_{\Sigma}$ qui caractérise l'énergie que coûterait une fluctuation de charge pour égaler la charge de l'électron dans l'îlot. La capacité totale C_{Σ} de ce dernier, généralement dans la gamme 100 aF à 1 fF, conduit à une énergie de Coulomb équivalente à une température de un à quelques kelvin. Cela rend alors obligatoire l'usage d'un réfrigérateur à dilution ³He/⁴He combiné à un filtrage très efficace de toutes les lignes électriques directement couplées au dispositif SET pour lutter contre le rayonnement électromagnétique haute fréquence environnemental.

D'une part, il est effectivement démontré que l'erreur de pompage due aux fluctuations thermiques devient négligeable par rapport aux autres sources d'erreur si la température électronique est de l'ordre ou en dessous de 100 mK. D'autre part, cette même température électronique peut devenir supérieure à la température du réseau des phonons et atteindre la température de Coulomb $T_{\rm C}$ si les photons de fréquence supérieure à (*k*/*h*) $T_{\rm C}$ sont absorbés (soit 20 GHz pour $T_{\rm C} = 1$ K).

La figure 29 montre un croquis de la version définitive de notre premier dispositif expérimental associant un réfrigérateur à dilution Oxford (puissance frigorifique de 400 μ W à 100 mK) et un CCC placé en contre bas dans un bain d'hélium liquide à 4,2 K. Nous avons montré que le système permettait de réduire la température électronique à une valeur suffisamment basse, 90 mK, quoique légèrement supérieure à la température de la chambre de mélange (typiquement 30 à 40 mK). Cette optimisation résulte des travaux que nous avons menés successivement sur des transistors SET (104) puis sur des pompes à trois jonctions (105) dans le cadre de deux projets européens successifs (SETamp et Count).

Le circuit de polarisation en tension du dispositif SET est composé de câbles Thermocoax[®] jusqu'à 4,2 K puis en aval d'un diviseur résistif de rapport 10 000 (utilisé pour réduire l'influence des forces électromotrices thermiques à 300 K), de câbles bifilaires blindés (« faitmaison »), de deux filtres micro-ondes miniatures à base de lignes méandres coaxiales, réalisés par le groupe quantronique de Saclay (106) et de câbles supraconducteurs torsadés et blindés assurant la liaison entre le dispositif SET et l'enroulement primaire du CCC. Les deux lignes coaxiales dédiées à l'alimentation des grilles sont équipées d'atténuateurs 20 dB placés à 800 mK et 4,2 K (préalablement testés à froid).

Nous avons confirmé que l'association de câbles bifilaires et d'un filtre méandre constituait un dispositif de filtrage micro-onde très large bande avec une atténuation totale atteignant 200 dB (à partir de mesures effectuées jusqu'à 40 GHz) jugée suffisante pour protéger le dispositif SET (lui-même placé dans une boîte hermétique en cuivre) du rayonnement du corps noir émis par les impédances placées à plus haute température.

De plus, l'utilisation d'un second filtre méandre, inséré entre l'enroulement primaire du CCC et le dispositif SET, s'est avérée indispensable pour éviter un suréchauffement des électrons provoqué par le rayonnement des jonctions Josephson du SQUID²³ (105).

Sur la base de l'expérience acquise sur ce montage concernant le filtrage mais aussi toutes les mesures prises pour assurer la fiabilité du système global (particulièrement au niveau de la connectique et des liaisons avec le CCC) et des dispositifs SET (très sensibles aux décharges électrostatiques), nous avons mis en œuvre un second montage assez similaire.





Montage expérimental adapté à la mesure de dispositifs SET au moyen d'un CCC. En pointillé, les parois de l'enceinte à vide renfermant l'unité de dilution.

Dédié pour l'étude de nouveaux dispositifs SET (§ 4.3), il utilise un réfrigérateur à dilution Cryoconcept (300 μ W à 100 mK) couplé à un second CCC²⁴. Le dispositif de filtrage réalisé diffère juste par le remplacement du câble bifilaire par du câble Thermocoax[®].

4.3. EXPERIENCES SUR UN TRANSISTOR SET

Nous présentons ici les deux principaux résultats obtenus sur un transistor SET qui nous ont permis de démontrer le potentiel d'utilisation d'un CCC comme amplificateur de courant très faible bruit, notamment pour la mesure de courant sur des dispositifs monoélectoniques.

Le premier résultat est l'observation des oscillations de Coulomb sur la caractéristique $I - V_G$ d'un transistor en appliquant des tensions de polarisation aussi basses que 100 nV (figure 30).

Figure 30



Oscillations de Coulomb d'un transistor SET refroidi à 50 mK et polarisé sous deux tensions de polarisations V_B 100 nV et 1 μ V.

²³ L'absence de filtrage se traduisait par une température électronique de 160 mK.

²⁴ Cette unité de dilution dispose d'un emplacement suffisament large sur l'étage 800 mK pour pouvoir accueillir à terme un CCC .

Le transistor avec un îlot en aluminium et des jonctions tunnels Al/AlO_x/Al a été fabriqué par la PTB suivant la technique de métallisation sous deux angles au travers d'un masque suspendu (107). Il est caractérisé par une résistance totale de 300 k Ω (à haute tension de polarisation) et des capacités de grille et de jonctions tunnels respectivement de 50 aF et 230 aF. Du fait de la résolution en courant du CCC₂ alors utilisé (6 fA/Hz^{1/2} à 1 Hz), les oscillations n'étaient plus discernables pour des tensions inférieures à 10 nV. A notre connaissance, c'était la première fois que de si faibles signaux ont pu être mesurés sur un transistor SET.

Le second résultat significatif a été obtenu à partir des mesures de bruit de grenaille effectuées avec le CCC₂ sur le même transistor SET porté à une température de 4,2 K (78). La figure 31 montre les densités spectrales de puissance (DSP) de bruit en tension δV mesurées aux bornes du transistor pour différentes valeurs du courant / appliqué. La figure 32 donne les valeurs en racine carrée de la DSP de bruit en courant δI relevées à 10 Hz (dans le régime de bruit blanc) en fonction de *I*. Pour des courants plus faibles que 1 nA, les valeurs mesurées sont en excellent accord avec la valeur théorique Johnson-Nyquist de 35,4 fA/Hz^{1/2}, la résistance du transistor mesurée étant de 184,5 k Ω et la contribution en bruit du CCC n'intervenant quasiment pas (\approx 3%). Au-delà de 2 nA, les valeurs se rapprochent bien de la courbe théorique prédisant une réduction d'un facteur 2 du bruit de grenaille dans le cas d'un système métallique à deux jonctions tunnels de résistances équivalentes (108). Des mesures préalables du creux de conductance en fonction de la tension de polarisation, dont la largeur à mi-hauteur est donnée par l'expression

$$\Delta V_{\rm B} = 5,439 \ NkT,\tag{19}$$

où N = 2 est le nombre de jonctions tunnels, ont permis de vérifier que l'augmentation du bruit n'était pas due à un suréchauffement des électrons, une largeur mesurée de 4 mV correspondant bien à la température du transistor (4,25 K).





DSP de bruit en courant du transistor SET. Les courbes théoriques donnent $(S_i)^{1/2}$ et $(S_i/2)^{1/2}$ où S_i est donnée par l'expression de Schottky $S_{\rm I} = 2eI {\rm coth}(eV_{\rm B}/2kT)$.

 $\delta I = (S_1/2)^{1/2}$

 10^{4}

10⁵

4.4. MESURES DE COURANT SUR DES POMPES A TROIS JONCTIONS

Au delà des effets thermiques communs à tout dispositif SET, le fonctionnement des pompes à électron et la quantification du courant qu'elles délivrent $I = e \cdot f$ peuvent être affectés par d'autres mécanismes perturbateurs (102) (101) (103) :

- (i) les déplacements stochastiques de charges résiduelles de fond²⁵ qui modifient l'état de charge des îlots. Cela est particulièrement vrai pour les dispositifs métalliques dont la durée de pompage sans interruption a été trouvée généralement limitée à une dizaine d'heures ;
- (*ii*) les événements tunnels manquants²⁶ ou thermiquement activés²⁷ dus à un pompage d'électrons à trop haute fréquence;
- *(iii)* les événements tunnels concomitants relatifs au passage simultané d'électrons à travers les différentes barrières²⁸.

Sur la base des travaux théoriques de Jensen et Martinis (102) portant sur ces phénomènes et démontrant par exemple que les effets de fréquence et de cotunneling affectent l'exactitude de la pompe de façon différente selon le nombre de jonctions, notre choix de pompe s'orientait préférentiellement sur une pompe à cinq jonctions pour limiter les erreurs à 10⁻⁸ tout en disposant d'une intensité la plus élevée possible, soit de l'ordre de 10 pA.

Toutefois. la modification de l'impédance de l'environnement par l'ajout de résistances à proximité des deux jonctions externes d'une pompe, telle que proposée par Zorin et al. est apparue comme une alternative sérieuse à l'augmentation des nombres de jonctions pour limiter l'influence de l'effet tunnel concomitant (109). Il a été en effet démontré que la dissipation par une résistance extérieure de l'énergie des électrons au cours d'un évènement tunnel affecte davantage celui-ci lorsqu'il est concomitant. Ainsi, en terme d'exactitude, une pompe à trois jonctions munie de résistances, pompe dite de type R, serait équivalente à une pompe à cinq jonctions.

Nous avons alors saisi l'opportunité qui nous était offerte d'étudier ces nouvelles pompes à trois jonctions qui, en outre, présentaient l'avantage d'une électronique de commande des tensions de grilles plus simple à mettre en œuvre (figure 33).



Figure 33

Image en microscopie électronique à balayage d'une pompe à trois jonctions de type R fabriquée par la PTB. Les deux résistances de chrome (50 k Ω) sont placées à 0,5 µm des jonctions. La pompe étudiée avait les caractéristiques suivantes: $R_{\rm t} = 70 \, \rm k\Omega$, $C_{\rm G1} = C_{\rm G2} = 12$ aF, $C_{\rm t} = 120 \, \rm aF$.

Contrairement aux pompes à N jonctions standards, aucune théorie complète n'a été développée sur les causes possibles d'erreurs et notamment celles liées aux effets de fréquence de pompage. Notre dispositif de mesure fondé sur le CCC se prêtait donc bien pour étudier l'exactitude et la reproductibilité de l'intensité du courant délivré par ces nouvelles pompes, et pour déterminer la fréquence maximale de fonctionnement pour une utilisation métrologique (110).

²⁵ « Background charges » distribuées de façon aléatoire et provenant particulièrement des défauts dans le substrat.

²⁶ En lien avec la valeur finie du taux de recharge de l'îlot (= $(R_tC_t)^{-1}$). On estime une fréquence maximale $f_{max} \approx 10^{-2}/(R_tC_t)$ au delà de laquelle l'incertitude sur le transfert d'un électron excédentaire excéderait 10^{-8} , soit une fréquence de l'ordre de 1 GHz en prenant des valeurs typiques $R_t = 100 \text{ k}\Omega$ et $C_t = 100 \text{ aF}$ (98).

²⁷ Le processus de transfert n'est alors plus adiabatique.

²⁸ La fréquence de pompage a également une double influence sur ce phénomène de « cotunneling » : (*i*) elle joue sur la valeur de tension de polarisation qui minimise l'erreur du processus ; (*II*) elle augmente la probabilité d'apparition des transferts d'ordres inférieurs.

Nos travaux ont porté sur plusieurs pompes aluminium à trois jonctions de type R fournies par la PTB (dans le cadre du projet COUNT) et d'une pompe de même type développée par le CNRS/LPN. La première phase de l'étude a consisté à la caractérisation de ces dispositifs et pour cela le dispositif de mesure a été utilisé dans sa version « allégée », *i.e.* le CCC en mode de contre réaction interne.

Le développement d'un programme de simulation du diagramme de stabilité (86) nous a permis d'estimer la valeur des principales caractéristiques des pompes (résistance tunnel, capacité de grille et de jonction, diagramme de stabilité, « cross-talking » …) qui, en retour nous a été utile pour l'ajustement des paramètres de pompage (amplitude des signaux de tension continue et alternative sur les lignes de grille, déphasage entre les signaux) (110).





Premières observations d'un diagramme de stabilité relevé directement à partir d'un CCC (CCC₂) sur une pompe à 3 jonctions (PTB) fonctionnant à 10 MHz ($V_B = 0 V$, $V_{G1,2}(ac) = 3,2mV$) **(80)**. On distingue bien les deux familles de points triples, à polarité positive (bleu) ou négative (rouge). Le CCC était ici en mode de contre-réaction interne.

Des mesures préliminaires de marches de courant ont alors pu être effectuées en étant assuré du fonctionnement optimisé de la pompe. Ainsi pour la meilleure des pompes étudiées (pompe PTB, SL 218-44), des premières marches de courant ont été observées jusqu'à 16 pA (f_{SET} = 100 MHz). L'observation de marches aussi bien développées à ces fréquences là fut considérée comme une réelle surprise pour ce type de pompe à électron. De plus, le courant généré par la pompe a été trouvé stable sur des temps de mesures pouvant atteindre 20 heures. Nous avons vu § 3.3.1 que cette stabilité du fonctionnement a été mise en évidence par une analyse des données fondée sur la variance d'Allan et qui montre que dans la gamme de fréquences étudiée (10 MHz – 100 MHz), le niveau de bruit blanc généré par la pompe est constant, situé entre 3 fA/Hz^{1/2} et 5 fA/Hz^{1/2} proche de la valeur intrinsèque du CCC utilisé (CCC₃) (figure 20). Nous rappelons aussi que le meilleur résultat a été obtenu pour une fréquence de pompage de 50 MHz donnant une incertitude relative de type A de 1,9·10⁻⁶ après 17 heures de mesures (55) (111).

A partir de ces résultats, les travaux se sont orientés sur des mesures précises de courant portant sur la meilleure pompe étudiée puis sur la première tentative de fermeture du triangle métrologique. Le dispositif expérimental a donc été placé dans sa configuration métrologique (figure 11), avec le SQUID du CCC₃ en mode de contre réaction externe. Dans un premier temps, la tension aux bornes de la résistance de 10 k Ω était mesurée directement à partir d'un voltmètre numérique de haute précision (Agilent 3458A), l'étalon de tension Josephson étant remplacé par un court-circuit. Cela nous a permis de vérifier le bon niveau de fonctionnement de la pompe. Nous avons ainsi retrouvé les très belles marches de courant dans le domaine de fréquence 10 MHz à 100 MHz comme le montre la figure 35. Ces marches de courant témoignent de la quantification du courant ($I_{pompe} = e \cdot f_{SET}$) sur un certain domaine de tensions de polarisation aux bornes du dispositif V_B . La largeur des marches mesure la qualité de l'étalon de courant. Les résultats obtenus (86) montrent qu'une marche observée à 10 MHz est plate sur environ 400 μ V si l'on considère une dispersion crête à crête ΔI_{pompe} de 40 fA (60 μ V pour $\Delta I_{pompe} = 300$ aA).



Figure 35

A gauche, séries de marches de courant pour les deux polarités (f^{\dagger} et f) à différentes fréquences du signal appliqué sur les électrodes de grilles (de 10 MHz à100 MHz). A droite, zoom sur trois marches de courant obtenues à 10 MHz, 30 MHz et 50 MHz. Le décalage des centres de marche vers des fortes valeurs de tension en fonction de la fréquence est consistent avec la théorie (augmentation en $f^{d/2}$ de la tension de polarisation qui minimise l'effet tunnel concomitant). Mesures effectuées avec le CCC en contre réaction externe.

Nous avons pu ensuite procéder à l'expérience du triangle métrologique proprement dite. Le même voltmètre numérique (Agilent 3458A) était placé alors comme détecteur de zéro pour mesurer la tension de déséquilibre U_{DZ} entre la chute de tension U_R aux bornes de la résistance de 10 k Ω et la tension Josephson U_J . L'inversion périodique de la polarité du courant (pour s'affranchir du bruit en 1/f et autres effets de dérive et de tension de décalage) s'opérait non pas par changement du déphasage entre les tensions de grille mais en alternant périodiquement le fonctionnement de la pompe autour de deux points triples adjacents (de polarité opposée).

A l'incertitude cible de $1\cdot 10^{-6}$ que nous nous étions fixés dans un premier temps, le test de fermeture du triangle revenait à la mesure d'un écart éventuel entre le quantum de charge Q_X porté par le dispositif SET et la valeur de la charge élémentaire e_{CODATA} recommandée par CODATA. Cet écart est donné par l'expression

$$(Q_{\rm X} - e_{\rm CODATA}) / e_{\rm CODATA} = (n_{\rm J}f_{\rm J}/K_{\rm J} - U_{\rm DZ})/(R_{10k\Omega}G_{\rm CCC}f_{\rm SET}e_{\rm CODATA}) - 1.$$
⁽²⁰⁾

A ce même niveau d'incertitude de $1\cdot10^{-6}$, il est attendu que la composante d'incertitude prépondérante du dispositif expérimental provienne des sources de bruit et particulièrement du CCC (47) (112). Les autres sources d'erreurs donneraient lieu à des composantes d'incertitude estimées par des méthodes autres que statistiques (méthode d'évaluation de type B) conduisant effectivement à des valeurs de l'ordre de $1\cdot10^{-6}$ ou moins (et dépendant faiblement du niveau du courant). Ces sources proviennent du CCC ($u_{CCC} \approx 10^{-8}$, incluant les erreurs de rapport d'enroulements en courant continu et en courant alternatif, l'erreur due à la valeur finie du gain en boucle ouverte du SQUID), de l'étalon de résistance de 10 k Ω ($u_R \approx 10^{-8}$, considérant la dérive temporelle et la dépendance en température, pression et puissance), du dispositif Josephson ($u_J < 10^{-8}$, erreurs principalement dues aux forces électromotrices résiduelles et aux fuites résistives, l'erreur de fréquence étant négligeable), du détecteur de zéro ($u_{DZ} < 10^{-8}$, erreur de gain et de non linéarité) et de la branche expérimentale associée à la pompe à électron ($u_{SET} < 10^{-8}$ provenant des fuites de courant et très faiblement d'erreur de fréquence) sans tenir compte des erreurs intrinsèques de la pompe elle-même.

Pour réduire l'incertitude de la mesure de Q_X , il était donc impératif de faire fonctionner la pompe sur un temps le plus long possible et de vérifier que le spectre de données soit strictement blanc sur ce temps de mesure. La figure 36 donne la variation temporelle de l'écart type d'Allan calculé sur les données de tension de déséquilibre recueillies au cours de deux séries de mesure (à des fréquences de pompage différentes $f_{SET} = 23,55$ MHz et $f_{SET} = 37,69$ MHz). Cette évolution linéaire démontre bien l'absence de corrélation des données. L'amplitude du bruit en tension relevé au niveau du détecteur de zéro traduit cependant un bruit en courant nettement plus élevé, à hauteur de 8 à 10 fA/Hz^{1/2}, que le bruit intrinsèque du CCC₃.



La figure 37 représente uniquement la série des quatre valeurs de Q_X , et leur valeur moyenne pondérée (série obtenue avec une fréquence de pompage de $f_{SET} = 23,55$ MHz et en polarisant un segment de 5 jonctions du réseau Josephson sur la première marche de tension et à une fréquence d'irradiation de 73 GHz).

Des mesures précises de courant effectuées ensuite sur la même pompe à électron ont mis en évidence un écart significatif $(2,3\cdot10^{-4}$ en valeur relative) de la quantification du courant mais hautement reproductible (une dispersion crête à crête de la mesure de Q_X de $15\cdot10^{-6}$ sur 5 points de mesure à comparer à la dispersion obtenue précédemment (figure 37) (112). De façon plus surprenante encore est l'observation d'une dépendance en fréquence. Figure 36

Ecart type d'Allan (carré) et écart type expérimental (cercle) de la moyenne de deux séries de mesures de tension de déséquilibre réalisées à deux fréquences de pompage 23.55 MHz et 37.69 MHz. La tension Josephson d'opposition était délivrée respectivement par les segments de 5 et 8 jonctions du réseau Josephson, polarisées sur la première marche de tension et irradiées par micro-onde à une même fréquence f_J de 73 GHz.



Figure 37

Quatrième série de mesures de Q_X effectuées avec une fréquence de pompage de 22,65 MHz. L'incertitude de type A la plus faible résulte d'un temps de mesure proche de 17 heures. En symbole bleu, la valeur moyenne pondérée entachée d'une incertitude relative de 1,3·10⁻⁵.

Cette double erreur systématique et l'effet de fréquence pourraient être imputable à une dégradation de la pompe (fuite résistive et capacitive) qui depuis est « morte » mais aussi au CCC qui s'est avéré défaillant lors de tests effectués ultérieurement.

4.5. PERSPECTIVES : VERS DES SOURCES DE COURANT QUANTIQUES DE 100 PA !

La pompe à électron métallique est le seul dispositif de transport de charge dont les propriétés métrologiques (taux d'erreur de pompage, exactitude du courant) furent démontrées expérimentalement à ce jour et permettant à la fois le développement d'étalons quantiques de courant et l'expérience du triangle métrologique pour franchir le niveau d'incertitude de $1 \cdot 10^{-6}$ (51) (56). L'atteinte du prochain seuil d'incertitude, typiquement $1 \cdot 10^{-7}$, n'est cependant plus concevable pour les pompes métalliques. L'intensité de courant requise devient de l'ordre de 100 pA hors de leur portée (la quantification du courant à 16 pA pour *f* = 100 MHz que nous avons observée sur la pompe PTB fait figure d'exception) et la connexion d'un grand nombre de ces dispositifs en parallèle est une tâche très difficile, sans dire impossible.

Face à une telle question, de nouvelles sources de courant quantifié de plus de 100 pA émergent en nombre croissant. Certaines d'entre elles fonctionnent à des fréquences allant jusqu'à la gamme des GHz, tandis que d'autres travaillent à des fréquences inférieures mais sont parallèlisables. Parmi les dispositifs les plus en vue sous l'angle métrologique (voir par exemple (113)), nous orientons actuellement nos travaux sur les pompes à barrière ajustable à base de nanofils en silicium développées par le CEA-INAC avec le CEA-LETI et sur les tourniquets hybrides SINIS²⁹ fabriquées par l'Université Aalto ainsi que des dispositifs analogues réalisés à la PTB. Ces travaux qui s'inscrivent dans le cadre d'un nouveau projet européen (« quantum ampere »³⁰), pourront éventuellement être étendus à d'autres dispositifs, tels que les dispositifs GaAs à barrière ajustable de la PTB, sous réserve que ces derniers puissent fonctionner de manière optimale sans la nécessité d'appliquer un champ magnétique. Une amélioration et optimisation des systèmes de mesure est envisagée à court terme, avec un accent mis sur le blindage et le filtrage des perturbations électromagnétiques. Ce point est crucial pour les mesures des tourniquets hybrides SINIS, qui sont particulièrement sensibles à ces perturbations.

Ces trois types de dispositif dont une description est donnée très brièvement par la suite, présentent la caractéristique commune de pouvoir fonctionner avec un seul îlot et une seule électrode de grille haute fréquence. Ces dispositifs à un seul paramètre variable sont d'opération plus simple que les pompes métalliques à barrière tunnel fixe et les courants qu'ils peuvent délivrer au niveau de 100 pA montreraient, selon la théorie, l'exactitude requise pour une application métrologique, soit le niveau de 10^{-8} (114) (115) (116) (117).

En outre, le fait de pouvoir être piloté par seulement un signal d'horloge contrôlé en externe (tension alternative sur la ligne de grille) rend un fonctionnement en parallèle de ces dispositifs sensiblement plus facile.





Exactitude mesurée en fonction de l'intensité du courant délivré par les dispositifs SET présentés ici et deux autres systèmes qui ont fait l'objet d'intenses recherches : les transistors RF-SET (118) et les systèmes à onde acoustique de surface SETSAW (119).

 $^{^{29}}$ SINIS: supraconducteur/isolant/normal/isolant/supraconducteur : dans le cas des tourniquets hybrides, les jonctions sont de type Al/Al_2O_3/Al/Al_2O_3/Al, la couche centrale étant de l'aluminium dans l'état normal.

³⁰ Projet financé dans le cadre de l'appel 2011 de l'EMRP (European Metrology Research Program)

Dispositif GaAs à barrière ajustable

Il s'agit d'un dispositif développé à partir d'un canal unidimensionnel gravé dans une hétérostructure GaAs/Al_xGa_{1-x}As à l'interface de laquelle les électrons sont confinés et forment un gaz d'électrons bidimensionnel (GE2D) (120). Contrairement aux pompes métalliques où le potentiel électrostatique de chaque îlot est contrôlé par une grille et le transfert d'électrons d'un contact à l'autre est réalisé de façon adiabatique via des états de charges quasi-statiques (si $f \ll f_{max}$), le pompage des électrons repose ici sur un processus non adiabatique par la création d'un profil de potentiel en « dos de chameau » au sein du GE2D. Deux grilles déposées sur le nanofil permettent d'appliquer des tensions continues dont les valeurs sont réglées légèrement en dessous du seuil de conduction pour créer artificiellement un îlot isolé. L'application d'une tension de modulation haute fréquence sur une des deux grilles permet de varier la hauteur d'une des barrières de potentiel et d'agir ainsi sur le passage des électrons par effet tunnel de façon contrôlée. Une seule pompe de ce type est considérée comme suffisante pour générer un courant de 100 pA. Les mesures originelles de Blumenthal en 2007 montraient ainsi des marches de courant de 160 pA (120). Plus récemment, la possibilité de mettre en parallèle trois structures de ce type a été démontrée (121). Enfin, le fonctionnement conjoint d'une pompe connectée en série à une croix de Hall à partir du même GE2D au sein d'une hétérostructure GaAs/AlGaAs ouvre la voie à une nouvelle méthode pour la fermeture du triangle métrologique (122).

Les mesures les plus précises rapportées à ce jour sur une pompe simple ont été effectuées par le NPL au moyen d'un électromètre bas bruit et d'une résistance étalon de haute valeur (1 G Ω). L'intensité mesurée d'un courant de 100 pA (*f* = 630 MHz) a été trouvée conforme à la valeur attendue dans l'incertitude de mesure de 1,5·10⁻⁶ (123) (figure 38).

Dispositif silicium à barrière ajustable

A l'instar des résultats sur les nanofils GaAs, il a été démontré qu'une pompe à barrière ajustable à partir d'une structure MOSFET à base d'un nanofil de silicium pouvait également fonctionner à une fréquence de l'ordre du GHz (124)³¹. Cette nouvelle piste a été suivie récemment par Jehl *et al.* (CEA INAC) sur du nanofil de silicium développé en combinant les technologies SOI et de nano-CMOS maîtrisées par le CEA-LETI (125). Le nanofil est gravé dans un substrat silicium sur isolant et deux électrodes de grille lui sont adossées (figure 39). Il est à souligner que ces dispositifs présentent un très grand intérêt du fait d'une température de fonctionnement plus élevée (quelques kelvins) et d'une bien meilleure immunité face aux charges de décalage³².



Figure 39

Image en microscopie électronique à balayage d'une pompe à deux grilles à base d'un nanofil de silicium (50 nm de large) d'après **(125)**.

En fonction de paramètres du système (profondeur de dopage et taille), les deux modes de pompage d'électrons, adiabatique (barrière fixe) et non adiabatique (barrière variable) sont possibles. Les premiers résultats obtenus en mode adiabatique montrent des marches de courant à 65 pA (126) (125). Très récemment, des résultats ont été obtenus sur de nouvelles structures silicium en mode non adiabatique montrant des marches de courant jusqu'à

³¹ Les premiers résultats ont été obtenus dès 2004 avec un dispositif similaire fonctionnant à 20 K et à une fréquence de pompage de 100 MHz (156).

³² L'avantage réside aussi du fait de bénéficier d'une technologie mature avec des possibilités de fabrication d'un grand nombre d'échantillons sur une seule et même plaque (permettant aussi la réalisation de réseau de structures mises en parallèle ou la co-intégration de dispositifs silicium classiques servant comme électronique de contrôle du pompage).

1,12 nA en pompant jusqu'à 7 électrons par cycle (1 GHz) à 0,6 K (127). Une de ces structures est actuellement en cours de caractérisation métrologique au laboratoire.

Tourniquet SINIS

Le troisième type de dispositif qui nous intéresse pour son fort potentiel métrologique est celui proposé par Pekola (128). Il s'agit d'un simple transistor SET mais contrairement aux transistors métalliques, la nature des matériaux composant les électrodes et l'îlot central diffère. Dans la configuration SINIS, les électrodes sont supraconductrices et l'îlot reste dans l'état normal (et *vice versa* pour la configuration inverse, NISIN). Son fonctionnement est similaire à un tourniquet à électron. Il repose sur l'association du blocage de Coulomb et de la bande d'énergie interdite du supraconducteur. Le passage du courant est contrôlé en polarisant le système sous une tension idoine et en variant périodiquement le potentiel électrique de l'îlot (*via* une grille). Ces tourniquets hybrides, cependant, ne délivreraient qu'un courant maximal de seulement 10 pA pour une exactitude théorique de 10⁻⁸ en valeur relative. Ils requièrent donc une mise en parallèle de 10 structures pour atteindre la valeur de courant recherchée. La possibilité de fabriquer de tels réseaux sur un même chip a été récemment démontrée par le groupe de Pekola (114). La meilleure incertitude de mesure de courant obtenue jusque là sur un dispositif simple est limitée à 10⁻³ (129) (figure 38).

5. SUR LA MISE EN RESEAU DE STRUCTURES METROLOGIQUES

Cette dernière partie est dédiée à l'exploitation, somme toute naturelle, des propriétés remarquablement scalaires que possèdent les dispositifs quantiques, qu'ils soient supraconducteurs, métalliques, semiconducteurs ou hybrides³³. Ainsi, les sources de tension idéales rendues possibles avec l'effet Josephson alternatif (générateur de résistance interne nulle) et les sources de courant idéales (résistance interne infinie) qui sont attendues avec les dispositifs à un électron, ne doivent pas montrer d'obstacle de principe pour, respectivement, une mise en série ou en parallèle de plusieurs structures élémentaires. Dans le premier cas, des défis technologiques ont dû être néanmoins relevés pour disposer, d'abord dans les années 1990, de réseaux de quelques dizaines de milliers de jonctions Josephson sous-amorties permettant de générer des tensions de 1V et de 10 V puis, quelques années plus tard de réseaux programmables de jonctions Josephson 1 V et, plus récemment encore de 10 V (130). De même, il a été démontré depuis peu la possibilité de mettre en parallèle plusieurs sources à un électron, tels que les tourniquets hybrides SINIS (§ 3.4.3), pour délivrer des courants quantifiés d'intensité de l'ordre de 100 pA (114). Cependant, des difficultés technologiques restent à surmonter pour disposer d'une source de courant fiable, stable et générant des valeurs reproductibles et parfaitement quantifiées.

Par comparaison à l'effet Josephson et l'effet tunnel à un électron, les propriétés scalaires de l'effet Hall quantique sont plus subtiles. La réalisation de réseaux de *N* échantillons en série et/ou en parallèle est possible par une double exploitation du phénomène quantique, la première pour disposer d'une résistance quantifiée idéale sur chaque élément constituant le réseau et la seconde pour rendre négligeables les résistances d'interconnexion entre n'importe quels éléments. Nos résultats marquants dans ce domaine et le potentiel des différentes applications proposées (simplification et amélioration de la chaîne d'étalonnage de résistance, étalon quantique voyageur pour les comparaisons internationales ...), font que le développement des réseaux de barres de Hall dénommés QHARS (Quantum Hall Resistance Standards) est reconnu aujourd'hui comme étant un axe de recherche aussi essentiel pour la métrologie future de l'ohm que ne l'est la réalisation des réseaux de jonctions Josephson pour la métrologie du volt.

La mise en réseau peut également concerner des éléments quantiques complexes et de plus grande taille. C'est particulièrement le cas pour les dispositifs supraconducteurs. Par exemple, des réseaux de SQUID en série sont largement utilisés comme éléments de lecture à la sortie des détecteurs cryogéniques développés pour la détection des ondes millimétriques aux rayonnements X pour des applications en astrophysique (131) mais aussi en métrologie dédiée à l'activité des radionucléides, un des premiers réseaux à SQUID ayant été développés au NIST (132). En allant encore plus loin dans la taille des systèmes à mettre en réseau, le comparateur cryogénique de courants de conception gradiométrique constitue un autre exemple. Ce tout nouveau type de CCC que nous avons récemment proposé, s'inspire des techniques bien connues en magnétométrie à base de SQUID comme détecteur de flux (133). Dans sa version la plus simple, il s'agit de deux CCC positionnés tête bêche dont les enroulements supraconducteurs respectifs sont mis en série opposition ainsi que les deux bobines de détection qui sont par ailleurs couplées à un seul et même SQUID.

Trois exemples de réseaux de structures métrologiques sont traités dans les parties suivantes. Nous commençons par un résumé des travaux réalisés et des résultats obtenus sur les réseaux QHARS, puis sur des réseaux de jonctions Josephson programmables. Des éléments théoriques relatifs aux CCC gradiométriques sont ensuite présentés.

³³ Jonctions Josephson, jonctions normal/isolant/supraconducteur, CCC, SQUID, pompe à électrons métallique ou semiconductrice, échantillon à effet Hall quantique à base de semiconducteur ou de graphène.

5.1. LES RESEAUX QHARS

Sur la base d'une collaboration antérieure et fructueuse avec Jean-Pierre André du Laboratoire d'Electronique de Philips (LEP aujourd'hui OMMIC)³⁴ (134) (135), nous avons lancé en 1995 le développement des premiers réseaux QHARS (136) (137). L'objectif visé pour cette première génération de réseaux était de démontrer qu'il était possible de réaliser des étalons quantiques de résistance avec diverses valeurs s'étendant sur plusieurs décades, de 129 Ω à 129 k Ω . Ce développement a d'abord porté sur un réseau de valeur nominale 129 k Ω , de par sa complexité moindre en terme de conception et dont la première application attendue visait le triangle métrologique, permettant d'augmenter d'un facteur proche de 10, le rapport signal à bruit au niveau de la mesure de tension (137).

L'ingénierie mise en œuvre pour le développement des réseaux QHARS utilise la technique des multiples connexions proposée par Delahaye (138). Elle repose sur deux propriétés fondamentales de l'EHQ : la résistance mesurée en deux bornes entre n'importe quelle paire de bornes et la résistance longitudinale mesurée en quatre bornes sont idéalement égales à la résistance de Hall du plateau utilisé et à zéro, respectivement.

La technique consiste à connecter deux échantillons adjacents au moyen des bornes de tension et de courant et d'augmenter le nombre *n* de liaisons (figure 40). Ainsi, l'erreur due aux valeurs finies des résistances de contact $R_{\rm C}$ et des résistances de liaison $R_{\rm L}$, est limitée à $\varepsilon^{\rm n}$, où ε (ε <<1) correspond typiquement au rapport ($R_{\rm C}+R_{\rm L}$)/ $R_{\rm H}(i)$, où $R_{\rm H}(i)$ est la résistance de Hall du plateau considéré d'indice i^{35} .



Figure 40 Schéma de deux barres de Hall placées en parallèle au moyen d'une triple connexion

Une formulation complète de la théorie doit prendre en compte la situation réelle où l'EHQ est observé dans un régime dissipatif ($T \neq 0$). Dans le cas d'une triple connexion, nous avons démontré (139) que la contribution de la valeur finie des résistances longitudinales R_{XX} au sein des différentes barres de Hall élémentaires se traduit par des termes d'erreur $\beta \times \epsilon$, β correspondant au rapport R_{XX}/R_H , cela quelque soit la paire de prises de tension utilisée pour mesurer la résistance de Hall du réseau. Ces termes restent généralement négligeables par rapport aux termes ϵ^3 (dans le cas des prises centrales). Toutefois, la probabilité qu'ils deviennent prédominants augmente avec le nombre de barres de Hall élémentaires.

Les défis technologiques qui doivent être relevés pour garantir l'exactitude des QHARS sont doubles : (*i*) disposer de gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG) de densité électronique très homogène ; (*ii*) développer des procédés de microfabrication qui garantissent de très bons contacts électriques (ohmiques et de faible résistance) avec le gaz d'électrons et une très grande isolation électrique entre les barres de Hall. Les résultats très encourageants qui ont

³⁴ Un des résultats marquants de cette collaboration est celui obtenu dans le cadre d'un projet (associant également le BIPM) qui a conduit à la fabrication d'un grand nombre de barres de Hall de très grande qualité métrologique : les échantillons EHQ de type LEP514. Ils ont fait l'objet d'une large distribution au sein des laboratoires nationaux de métrologie et pour la plupart sont toujours opérationnels.

³⁵ Cette technique des multiples connexions s'inspire judicieusement d'une méthode bien connue en métrologie électrique traditionnelle utilisant un « bras de Kelvin » pour réduire les chutes de potentiel dans les prises de tension de la résistance à mesurer.

été obtenus (137) (139) (140) (141) nous ont permis de lancer la conception et le développement d'une seconde génération de QHARS, cela toujours en collaboration avec le LEP (141). Outre une plus grande étendue de valeurs disponibles (100 Ω à 1,29 MΩ) l'innovation la plus marquante portait sur le positionnement latéral de toutes les pistes d'interconnexion vis à vis des barres de Hall élémentaires contrairement aux réseaux de 1^{ère} génération pour lesquels des pistes passaient au-dessus des barres de Hall, configuration susceptible d'affecter localement la densité des porteurs du GE2D.



Figure 41

Réseau QHARS de valeur nominale 100 Ω (carré de 12 mm de côté). Le réseau est composé d'un sous réseau de 129 barres de Hall (200 μ m de large) placées en parallèle par la technique de la triple connexion. Ce sous-réseau est connecté en parallèle avec un autre sous-réseau de 16 barres de Hall placées en série.

La préparation d'une telle structure a nécessité sept niveaux de masque : 1) mesa par gravure humide ; 2) contacts ohmiques Au/Ge/Ni ; 3) couche Si₃N₄ et gravure des aires de contact ; 4) épaississement des contacts ohmiques et dépôt du 1^{er} niveau des connexions Ti/Pt/Au ; 5) dépôt de couche isolante SiO₂ ou Si₃N₄/SiO₂ et gravure des aires pour connecter les deux premiers niveaux de liaison ; 6) réalisation du 2nd niveau de connexion Ti/Pt/Au ; 7) dépôt de la couche de protection Si₃N₄ et gravure des aires pour les contacts extérieurs.

Des mesures ont d'abord été effectuées sur les réseaux de valeur nominale 129 Ω ($R_{\rm k}/200$) et 100 Ω (16× $R_{\rm k}$ /4130) (figure 40). Avec des courants appliqués jusqu'à 4 mA, et à la température de 1,3 K, les valeurs de leurs résistances de Hall ont été trouvées en accord avec les valeurs nominales dans l'incertitude relative de 5 10^9 à un écart-type (1 σ) (141). Comme pour les simples barres de Hall, la résistance de Hall varie linéairement avec la résistance longitudinale (lorsque la température augmente) et la pente de cette variation change de signe avec la direction du champ magnétique. La moyenne des valeurs de la résistance de Hall pour les deux directions du champ magnétique a été mesurée constante à l'incertitude près de 5 10⁻⁹ jusqu'à 4,2 K. Du fait qu'ils acceptent des forts courants, ces mêmes réseaux ont permis un étalonnage précis d'une résistance étalon de 100 Ω tout en utilisant un pont de résistances commercial. Les résultats ont ainsi montré que l'exactitude mesurée du pont est cohérente avec les spécifications du constructeur (5.10⁻⁸ à 2σ). Nous avons également étudié un réseau de valeur nominale 1290 Ω ($R_{\rm K}/20$) composé de dix barres de Hall mises en parallèle par quadruple connexion. Les résistances de Hall mesurées à partir de trois paires différentes de prises de tension ont montré un accord dans l'incertitude relative de 5.10⁻⁹. En appui de l'ensemble de ces résultats, nous avons aussi établi des critères techniques adaptés à l'utilisation des QHARS pour atteindre le niveau de quantification requis, à l'instar du guide technique qui est à suivre pour la mise en œuvre de l'EHQ comme étalon de résistance à partir d'une barre de Hall élémentaire (142).

L'étude de ces réseaux de seconde génération a été poursuivie au laboratoire et leurs performances métrologiques ont été validées dans le cadre d'un projet international qui a pris fin en 2010. Par exemple, il a été trouvé que les réseaux parallèles de plus faible valeur de résistance sont parfaitement quantifiés avec une incertitude relative de 2 à $3 \cdot 10^{-9}$. Pour les QHARS de valeur nominale 1,29 M Ω (50 barres de Hall en série, fonctionnant sur le plateau *i* = 2), aucun écart significatif n'a pu être mesuré à l'incertitude de mesure près de $5 \cdot 10^{-8}$. Ce dernier résultat confirme bien que la chaîne de traçabilité des résistances de haute valeur peut être nettement améliorée au moyen de ces réseaux.

5.2. LES RESEAUX DE JONCTIONS JOSEPHSON PROGRAMMABLES

Bien que les réseaux de jonctions Josephson sous amorties assurent une représentation du volt unique et hautement reproductible à travers le monde, leurs modes de fonctionnement restent délicats et empêchent d'autres applications métrologiques (marches de tension insuffisamment stables vis à vis des perturbations électromagnétiques extérieures et ne pouvant pas être sélectionnées rapidement et sans ambiguïté). Hamilton proposa alors en 1995 un convertisseur numérique-analogique Josephson de précision fondamentale (143). Il s'agit d'un réseau de jonctions Josephson fortement amorties, subdivisé en segments binaires de 1, 2, 4, ..., 2^{N} jonctions qui sont individuellement polarisables (figure 42). Ces nouveaux réseaux ont été spécialement conçus pour disposer d'étalons quantiques de tensions continues de fonctionnement plus robuste, mieux adaptés à l'étalonnage de voltmètres et pour étendre le domaine d'application à la mesure de grandeurs en courant alternatif (tension et puissance à basse fréquence, f < 100 kHz), ou de tension continue dans des régimes de mesure particuliers (dynamique, inversion de polarité sur des temps courts ...) tels que l'exigent les expériences du triangle métrologique et de la balance du watt. Un second type de réseau programmable fut proposé l'année suivante, un véritable synthétiseur de formes d'ondes arbitraires réalisé à partir d'un réseau série de jonctions Josephson qui au lieu d'être irradié par une onde sinusoïdale haute fréquence est commandé par des impulsions de courant (144).



Figure 42

(a) Schéma de principe d'un réseau programmable « binaire » de jonctions Josephson. (b) Photographie d'un réseau développé par la PTB dont le circuit hyperfréquence se décompose en 64 branches contenant 128 jonctions chacune (au centre de la photo). Le réseau est subdivisé en 12 segments alimentés séparément (*via* les plots de contact à gauche). Il est couplé à un guide d'onde par l'antenne hyperfréquence (à droite) (145).

Dès lors, l'enthousiasme des métrologues sur ces réseaux programmables a été immense se traduisant lors de la dernière décennie par une activité très intense au sein des laboratoires nationaux de métrologie et conduisant particulièrement à des travaux communs dans le cadre de projets européens. Dans ce contexte, nos travaux se sont focalisés essentiellement sur l'instrumentation et la maîtrise de la mesure relatives aux réseaux programmables de type binaire. Ils ont d'abord porté sur la caractérisation de trois réseaux programmables 1V de technologies différentes, développés par le NIST, la PTB et le VTT (146). Le premier réseau, utilisant des jonctions SNS³⁶ et fonctionnant à une fréquence d'irradiation de 16 GHz, nous avait été fourni par le NIST avec tout le système associé (la canne d'instrumentation cryogénique, la source hyperfréquence et la source de polarisation programmable). Pour les deux autres réseaux, utilisant des jonctions SINIS³⁷ (PTB) ou des jonctions SIS³⁸ shuntées en externe (VTT), fonctionnant à une fréquence entre 70 et 80 GHz, nous avons dû développer un second système d'instrumentation complet. Cela nous a

³⁶ SNS : Supraconducteur/Normal/Supraconducteur : Nb/PdAu/Nb

³⁷ Ici, les jonctions SINIS sont de technologie Nb/Al₂O₃/Al/Al₂O₃/Nb

³⁸ SIS : Supraconducteur/Isolant/Supraconducteur : jonction NbAl/Al₂O₃/Nb shuntée par du molybdène

permis de gagner en autonomie en disposant d'un système flexible, facilement optimisable (ce qui n'était pas le cas pour le système du NIST).

Les tests consistaient principalement à déterminer la dépendance des points de fonctionnement des réseaux, (polarisation d'un segment individuel ou du réseau complet) en fonction de la fréquence et de la puissance du signal d'irradiation micro-onde. Les deux difficultés majeures pour la fabrication des réseaux programmables résidaient effectivement dans la nécessité d'obtenir sur l'ensemble du réseau de jonctions, d'une part, une très grande homogénéité des paramètres des jonctions (comme le courant critique), et d'autre part, une distribution uniforme de la puissance micro-onde dans le circuit hyperfréquence. Contrairement aux réseaux programmables sont stables de manière inhérente mais apparaissent à des courants non nuls. Comme n'importe quelles petites résistances en série peuvent provoquer des erreurs, la platitude des marches doit être vérifiée avec précaution. C'est la raison pour laquelle nous avons mené des comparaisons directes de tension avec le banc Josephson qui sert de référence nationale (utilisé pour les étalonnages de routine d'étalons de tension de 1V). Elles ont montré des accords de l'ordre de quelques nV/V sur des mesures de tension allant de quelques dizaines de millivolts à 1,3 V (figure 43).

Par ailleurs, la confrontation de nos observations sur les réseaux PTB et VTT avec celles d'autres laboratoires effectuée sur ces mêmes réseaux a permis de mettre en évidence des disparités sur les paramètres électriques (amplitude des marches, courant critique) ou sur la sensibilité aux perturbations électromagnétiques (influence du filtrage sur l'allure de la marche), mais essentiellement imputables aux configurations de mesure qui étaient différentes (147).



Figure 43

Comparaisons de tension entre des réseaux programmables binaires et un réseau SIS conventionnel. Les barres d'erreur reflètent des incertitudes de type A (à un écart-type). Dans la configuration d'une polarisation complète du réseau SINIS, la première mesure (triangle plein) montrait une différence significative avec le réseau SIS. Une analyse du système complet a permis de déceler un dysfonctionnement du verrouillage en phase du compteur de fréquence qui a alors été remplacé (triangle vide) **(146)**.

Bénéficiant d'une collaboration intense et fructueuse avec la PTB, nos travaux se sont ensuite concentrés sur des réseaux programmables binaires particulièrement adaptés à l'expérience du triangle métrologique. Ainsi, nous avons pu étudier des nouveaux réseaux SINIS, conçus pour fonctionner à une fréquence d'irradiation de 10 GHz. Composés d'un nombre de jonctions relativement faible (512) répartis sur 9 segments, ces réseaux présentaient une tension nominale maximale de 10 mV et se caractérisaient par un pas d'incréments de tension de plus faible amplitude, soit de l'ordre de 20 µV (au lieu de 140 µV pour les réseaux PTB initiaux) qui devait permettre une plus grande finesse d'ajustement de la tension de sortie. Ces travaux furent l'occasion de perfectionner le dispositif de mesure dans cette gamme de fréquence (canne cryogénique, source de polarisation programmable, nouveaux programmes d'acquisition et de traitement de données) et de pouvoir disposer aujourd'hui d'un banc Josephson opérationnel relativement versatile, utilisable aussi bien pour des opérations d'étalonnage que pour le triangle métrologique³⁹.

³⁹ Dans l'expérience du triangle, nous utilisons actuellement un réseau PTB composé de 7168 jonctions SINIS répartis en 14 segments et fonctionnant à 73 GHz.

L'aboutissement de nos travaux sur les réseaux programmables binaires pour la mise en œuvre de références quantiques de tension continue⁴⁰ a conduit à la réalisation récente d'un système Josephson complet dédié à l'étalonnage courant de références de tension continue (références à diode Zener et piles Weston) et de voltmètres numériques de grande précision pour les activités de transfert du LNE (145). Le système, entièrement automatique, compact, convivial et de mise en œuvre simplifiée, permet d'ores et déjà de nouvelles possibilités d'étalonnage. Par exemple la sortie 1,018 V des références Zener peut être étalonnée avec une incertitude-type de 80 nV (2σ) dans le cadre de prestations courantes, soit une amélioration d'un facteur 7.

5.3. CCC EN CONFIGURATION GRADIOMETRIQUE

Les meilleures performances en bruit des CCC développés jusqu'à maintenant restent nettement en deçà des valeurs attendues, soit dans une proportion de 2 à 10 (tableau 1, § 3.2.1)). Cet écart peut être le fait du bruit microphonique résiduel généré par les fils composant tout le circuit de mesure connecté à l'inductance d'entrée du SQUID. Il peut également être dû à l'instabilité du champ magnétique capté par la bobine de détection du CCC. Dans la quête de disposer d'un CCC présentant une résolution en courant δI_{CCC} inférieure à 1 fA/Hz^{1/2} dans la bande passante, il est impératif de s'assurer que le terme de bruit magnétique de la relation (11), $S_{\Phi ext}/(N_1L'_{CCC})$, soit d'un facteur 10 plus faible. Pour une inductance typique L'_{CCC} de l'ordre de 10 nH et un enroulement N_1 de 10 000 tours, la variation de densité de flux magnétique captée par la bobine de détection (de diamètre interne 20 mm) ne doit pas excéder 30 aT/Hz^{1/2}.

Les variations naturelles du champ magnétique terrestre, de l'ordre de 1 nT sur quelques secondes jusqu'à 25 nT sur une journée (148), exige de doter le CCC de blindages magnétiques externes portant l'atténuation totale à plus de 180 dB, cela à très basse fréquence (1 Hz). Si l'on se fie à la théorie, les deux blindages supraconducteurs et le blindage ferromagnétique qui recouvrent usuellement les CCC de grand rapport d'enroulements devraient permettre d'atteindre cette valeur cible (78) (90). Néanmoins, ces mêmes blindages externes et le blindage toroïdal de recouvrement génèrent eux aussi un bruit magnétique dont le niveau n'est probablement pas négligeable (citons par exemple le glissement des lignes de flux magnétiques ou vortex au sein d'un blindage supraconducteur).

Empruntée à la magnétométrie, la technique gradiométrique doit nous permettre de répondre définitivement à cette question du seuil de bruit magnétique réellement atteint au sein du CCC. Naturellement adaptable au CCC, elle est sensée lui procurer à la fois une meilleure immunité vis à vis du bruit magnétique environnemental et une résolution en courant accrue. Cette technique avait été utilisée auparavant pour deux CCC mais de façon partielle car restreinte uniquement à la détection de flux (citons la bobine de détection gradiométrique qui équipe un CCC planaire microlithographié (95) et le gradiomètre à SQUID associé à un CCC de type II conçu pour un sondage non invasif de faisceau de particules chargées (149)). La figure 44 décrit le schéma de principe d'un CCC intégralement gradiométrique tel que celui que nous sommes en train de développer. Il s'agit d'une configuration gradiométrique de 1^{er} ordre associant deux CCC élémentaires positionnés tête bêche et couplés à un seul SQUID

⁴⁰ Dans le cadre de deux projets européens (JAWS puis JOSY), l'équipe a poursuivi indépendamment des travaux sur la réalisation d'un étalon quantique de tension alternative. Elle a pu notamment développer un dispositif Josephson permettant d'améliorer d'un facteur dix l'incertitude d'étalonnage de convertisseurs thermiques fondé sur la mesure d'écarts de transposition entre les régimes courant alternatif - courant continu (ac-dc).

au travers d'un transformateur de flux lui aussi gradiométrique. Les CCC disposent des mêmes enroulements qui sont mis en série deux à deux en fonction de leur nombre de tours.

En première approximation, considérant les deux CCC élémentaires comme parfaitement identiques et distant l'un de l'autre de telle sorte que leur mutuelle inductance soit négligeable, il est aisé de montrer que la sensibilité atteint la valeur optimale

$$S_{GCCC}^{opt} = (2/k_C)(L_i/L_{GCCC})^{1/2}/M_i = (2/k_C)N^{opt}/M_i, \quad (21)$$

pour un nombre de tours de chaque bobine de détection

$$N^{\text{opt}} = [L_i/(2L'_{\text{CCC}})]^{1/2}, (22)$$

l'inductance du CCC gradiométrique *L'*_{GCCC} étant la somme arithmétique de l'inductance des deux CCC élémentaires.

De même, la résolution en courant du système dans les conditions d'une sensibilité optimale est donnée par l'expression suivante

$$\delta I_{\text{GCCC}} \approx [8\varepsilon_{\text{SQ}}/L'_{\text{GCCC}}]^{1/2}/(N_{\text{a+b}}k_{\text{C}}) = \delta I_{\text{CCC}}/8^{1/2}, \tag{23}$$

Figure 44

où N_{a+b} est la somme des nombres de tours des deux enroulements primaires et δI_{CCC} est la résolution en courant que présenterait individuellement chaque CCC élémentaire (dans la configuration habituelle).

La figure ci-contre montre les deux CCC élémentaires qui constitueront un premier prototype de CCC gradiométrique. De dimensions quasi-identiques, Ces deux éléments devraient posséder une inductance de leur blindage toroïdal de recouvrement très proche l'une de l'autre, estimée de l'ordre de 20 nH. Ils sont composés chacun d'une série de six enroulements avec comme nombre de tours: 1, 1, 500, 500, 4 000 et 4 000, et confèrent au système global un gain maximum de 18 000 : 2. Couplé à un SQUID Magnicon de type XL (Inductance d'entrée de 1 μ H, sensibilité de 0,3 μ A/ Φ_0 et une densité spectrale de puissance de bruit en flux magnétique de 2,5 $\mu\Phi_0$ /Hz^{1/2} à 1 Hz) une sensibilité de l'ordre de 4 μ A·t/ Φ_0 et une résolution en courant de l'ordre de 0,6 fA/Hz^{1/2} à 1 Hz sont attendus.

Figure 45 Image des deux CCC élémentaires. Les blindages toroïdaux constitués de deux couches de plomb ont un diamètre extérieur de 33,6 mm, un diamètre intérieur de 19,4 mm et une hauteur de 8,2 mm.

Diverses expériences sont prévues sur ce prototype avant de procéder au montage définitif et aux tests qui détermineront ses caractéristiques. Ainsi l'optimisation nécessite des mesures de sensibilité effectuées individuellement sur chacun des deux CCC puis couplés ensemble en modifiant la distance les séparant (pour estimer le couplage inductif entre les deux CCC). Diverses mesures de bruit magnétique seront également réalisées pour discriminer les différentes sources de bruit possibles (blindages externes et blindage toroïdal), par exemple en insérant à la place d'un des CCC élémentaires, une bobine équivalente (9 000 tours) non recouverte de plomb, ou encore une bobine de détection celleci étant connectée à un second SQUID. Enfin des mesures de corrélation sur le bruit détecté par les deux CCC couplés séparément à deux SQUID sont également envisagées.



Circuit gradiométrique composé de deux CCC identiques connectés à un seul et

même SQUID. Les signes + et - indiquent

la polarité des enroulements.

CCC



6. CONCLUSION GENERALE ET NOUVELLES PERSPECTIVES

A son niveau fondamental, la métrologie moderne pour ne pas dire quantique, a pour objectif le développement d'étalons dont les valeurs sont reliées directement aux constantes fondamentales de sorte que n'importe quelle grandeur puisse être mesurée avec la plus grande exactitude demandée, exprimée dans des unités naturelles non biaisées, sans se référer à des artefacts matériels. *De facto*, une des tâches importantes de la métrologie en amont de cet objectif est la détermination des constantes fondamentales associée aux tests des théories sous-jacentes.

Dans ce mémoire, nous avons présenté l'état d'avancement des travaux engagés par le LNE sur la détermination de la constante de von Klitzing $R_{\rm K}$ dans le but de tester la validité de la relation $R_{\rm K} = h/e^2$ et sur la fermeture du triangle métrologique pour vérifier la cohérence des trois constantes concernées $R_{\rm K}$, $K_{\rm J}$ et $Q_{\rm X}$, expérience conduisant à une détermination de la charge élémentaire e. Ces deux expériences ont un point commun : Elles conduisent toutes deux à une détermination d'une quantité sans dimension : α et $R_{\rm K}K_{\rm J}Q_{\rm X}$. En ce sens elles rejoignent la classe d'expériences fondamentales avec un impact qui dépasse le contexte du système SI. L'expérience du triangle se distingue par contre de la seconde en ne mettant en œuvre que des moyens de reproduction d'unités électriques et non des moyens de réalisation sous-tendant un raccordement aux unités mécaniques. Sur le papier, nous pourrions alors imaginer que c'est plus simple. Dans la pratique la vérité est toute autre !

Les conditions requises pour réformer le SI fixent typiquement au niveau du 10⁻⁸ l'exactitude cible à atteindre pour ces deux expériences.

- Dans la première expérience, les verrous technologiques à lever sont principalement du ressort de la mécanique « traditionnelle ». Plusieurs laboratoires sont en course avec le LNE (BIPM, NMIA, NRC et NIM) pour atteindre cet objectif de 10⁻⁸ et faire ainsi mieux que le NIST en 1997 (avec une incertitude de 2,2·10⁻⁸). Il est couramment admis que le niveau d'incertitude ultime pouvant être atteint sur une valeur de 1 pF mesurée à partir d'une capacité calculable sera au mieux d'environ 5·10⁻⁹. Si cette valeur seuil s'avère réaliste, elle pourrait être l'incertitude visée pour une prochaine détermination de la constante de structure fine α . Sous la condition première d'avoir obtenu une valeur de $R_{\rm K}$ à 1.10⁻⁸, un nouveau projet expérimental consisterait à rénover complètement la chaîne d'impédance par la mise en œuvre d'un pont de quadrature intégrant l'effet Hall quantique. Le projet pourra bénéficier naturellement des dernières avancées sur le graphène. L'enjeu fondamental sera de confirmer l'accord sur α entre les deux domaines de la physique : physique atomique et physique du solide à un niveau d'incertitude jamais atteint. Il sera aussi question de la « mise en pratique » de la définition du farad en vérifiant l'équivalence des deux chemins de traçabilité possibles, l'un fondé sur l'effet Hall quantique et h/e^2 , l'autre partant du théorème de Thompson-Lampard et de μ_0 .
- Fermer le triangle métrologique au niveau de $1 \cdot 10^{-8}$, voire déjà dans un premier temps entre $2 \cdot 10^{-8}$ et $5 \cdot 10^{-7}$ (incertitude suffisante pour tester avec pertinence les relations $K_J = 2e/h$ et $Q_X = e$), nécessite comme nous l'avons vu, de disposer de nouvelles sources mono-électroniques permettant de délivrer des courants quantifiés d'au moins 100 pA et exige le développement d'un CCC ultra performant, caractérisé par une résolution en courant de l'ordre de 100 aA/Hz^{1/2}. Puisqu'il s'agit de réaliser des étalons quantiques de courant et que pour cela plusieurs dispositifs SET différents s'avèrent être de sérieux candidats (pompe à électron à nanofil de silicium ou de GaAs, tourniquet hybride SINIS), les travaux comprendront aussi des tests d'universalité à l'image de ceux menés antérieurement sur l'effet Josephson et l'effet Hall quantique. Plusieurs laboratoires nationaux de métrologie (PTB, NPL, MIKES) ont aujourd'hui rejoint le LNE en adhérant à cette double exploration des dispositifs

SET à fort courant et des CCC comme amplificateurs. Il s'agit effectivement d'un objectif naturel pour les laboratoires soucieux d'assurer la mise en pratique de l'ampère dans les meilleures conditions et en phase avec les technologies modernes, d'être capables de répondre aux nouveaux besoins industriels et scientifiques sur la traçabilité des mesures de faible courant notamment dans le domaine de la micro et nanoélectronique⁴¹.

Au delà de ces travaux expérimentaux pour lesquels les perspectives sont relativement claires, la métrologie fondamentale regorge d'autres sujets de préoccupation qui pourraient devenir prioritaires à long terme, à moins que la physique ne nous réserve encore de nouvelles surprises et change une nouvelle fois la « donne » (le graphène, dernier en date, en est un parfait exemple). Il est certain que la fixation des valeurs de *h*, *e* et *k* dans le cadre du nouveau SI va avoir comme conséquence avantageuse une réduction significative de l'incertitude sur les valeurs de la plupart des autres constantes de la physique (constante électromagnétique, atomique ou nucléaire) (14). Cela n'est cependant absolument pas le cas pour la constante de gravitation *G*, constante universelle qui demeure la moins bien connue avec une valeur actuellement entachée d'une incertitude relative de $1,2\cdot10^{-4}$ soit près de quatre décades de plus que la constante de Planck⁴² ! Outre le fait que sa détermination constitue en soi un véritable défi métrologique (compte tenu de la faiblesse des forces d'interaction gravitationnelle à mesurer), la connaissance précise de *G* revêt un très grand intérêt pour les théories de la gravitation, de la cosmologie et de la physique des particules, mais aussi pour l'astronomie⁴³ et la géophysique.

Les travaux qui seraient à mener sur la détermination de *G* relèvent davantage de la métrologie mécanique que de la métrologie électrique et iraient de paire avec les développements actuels et futurs autour de la balance du watt. Réduire l'incertitude sur la valeur de *G* à $1\cdot10^{-5}$ permettrait déjà de résoudre les désaccords parmi les (onze) mesures indépendantes alors réalisées sur les trois dernières décennies (8). La tenue de cet objectif exige vraisemblablement une innovation technologique majeure ou une approche expérimentale foncièrement nouvelle qui diffère des pendules (ou des balances) de torsion jusque là utilisées (voir la revue (150)).

Le rapport gyromagnétique effectif⁴⁴ du proton γ'_p (ou de l'hélion γ'_h) est la seconde constante qui mériterait notre attention. Rappelons que sa valeur sert de base pour le raccordement au SI de toutes les mesures de champ magnétique (*via* les sondes de résonance magnétique nucléaire). En regard des autres constantes principales non universelles⁴⁵, γ'_p (= $4\pi\mu'_p/h$ où μ'_p est le moment magnétique effectif du proton) deviendrait la constante la moins bien connue, son incertitude étant la plus faiblement affectée par la fixation de *h* (14) et resterait légèrement supérieure à 1,3·10⁻⁸. La valeur de γ'_p recommandée par CODATA est

⁴¹ Il en est de même des mesures de faibles valeurs de capacité pour garantir le raccordement au SI des mesures locales. Des travaux ont récemment débuté au LNE pour l'établissement d'une chaîne de traçabilité jusqu'à 100 aF dont le point de départ est l'étalon calculable Thompson-Lampard.

⁴² Cette valeur entraîne une incertitude de 6·10⁻⁵ pour quatre autres constantes universelles, relatives aux unités de Planck, masse, longueur, temps et température.

⁴³ Par exemple, les expériences par satellite permettent de déterminer le coefficient gravitationnel $G \cdot M$ où M est la masse d'un objet céleste, avec une incertitude relative bien plus faible que celle qui entâche la valeur de G. Ainsi pour le cas de la Terre, la constante gravitationnelle géocentrique est connue avec une incertitude relative de $2 \cdot 10^{-9}$ (158). L'amélioration de l'exactitude sur la valeur de Gdonnera automatiquement une valeur de M avec la même incertitude.

⁴⁴ En pratique, les protons sont contenus dans un échantillon sphérique d'eau pure à 25°C entouré par du vide. Le diamagnétisme de l'échantillon sphérique d'eau affecte légèrement la densité de flux magnétique, d'où une valeur effective du rapport gyromagnétique.

⁴⁵ Citons le magnéton de Bohr μ_B ou le magnéton nucléaire μ_N , la constante de Faraday *F*, la constante d'Avogadro N_A , la masse de l'électron m_e ou du proton m_p .

actuellement entachée d'une incertitude de $2,5 \cdot 10^{-8}$ et résulte essentiellement de valeurs obtenues par des méthodes indirectes. Les dernières mesures directes (en champ faible ou en champ fort) conduisaient effectivement à des incertitudes trop importantes (au mieux de l'ordre de 10^{-7}). Elles montraient aussi des valeurs qui s'écartaient de façon très significative par rapport aux autres valeurs plus précises. Le raisonnement de mettre en doute ces écarts prétextant que cela est lié au dispositif expérimental lui-même est assez « rapide », donc insatisfaisant. Cela signifierait que l'incertitude aurait été notablement surestimée ! Une détermination directe de γ'_p (ou γ'_h) à une incertitude cible de $1 \cdot 10^{-8}$ apporterait sans aucun doute de la redondance pertinente, fort utile pour de prochains ajustements CODATA. Cet objectif nécessite là aussi de l'innovation ou de nouvelles méthodes expérimentales.

L'activité en métrologie fondamentale ne se réduit pas à la détermination des constantes de la nature. Les tests d'universalité menés sur les étalons électriques quantiques apportent aussi une contribution majeure dans la validation des théories. L'absence actuelle de tout écart procure une très grande confiance dans les relations de Josephson et de von Klitzing. Par ailleurs, un écart éventuel pourrait invalider une loi générale de la physique. C'est par exemple l'argument émis par Fulton sur l'universalité de la relation Josephson qui si elle avait été mise en défaut traduirait une violation de la loi de Faraday (151). D'où l'intérêt fondamental de poursuivre ce type d'expériences. Il en est de même des tests sur la loi de Coulomb, sur l'asymétrie de charge entre électron et proton ou sur la neutralité de charge de la matière massive qui auraient également toutes leurs places au sein d'une activité en métrologie électrique fondamentale⁴⁶. Pour les tests sur une éventuelle asymétrie de charge, l'électrométrie à partir des dispositifs SET pourraient être une piste à explorer à moins que l'interférométrie atomique soit un meilleur choix⁴⁷.

Comme les autres expériences citées précédemment, il s'agit toujours d'expériences de longue haleine, demandant un investissement en termes de personnel et d'équipement qui soit important et constant dans la durée. Toutes ces expériences qui invoquent des mesures de grande exactitude ont la possibilité de révéler des petites incohérences dans la théorie qui peuvent conduire à la découverte de nouvelles physiques. Cela s'est déjà produit dans le passé. Il me paraît utile ici de citer Cohen et Dumond (152) :

"Measurements of the physical constants to ever greater levels of accuracy are important /... / because they may lead to the discovery of a previously unknown inconsistency or the removal of a known inconsistency in our physical description of nature".

Ce point de vue, en accord avec le principe plus général qu'une expérience peut être initiée en l'absence de toute prédiction théorique, doit être étendue à l'amélioration et la réalisation des unités SI. Ces activités de recherche sur les constantes fondamentales et les étalons fondamentaux ont ainsi besoin d'un soutien constant pour toujours fournir un système d'unités le plus cohérent possible, comme le recommande inlassablement le Comité International des Poids et Mesures.

Avec les progrès continuels et remarquables des sciences, des technologies et des techniques de mesure, la métrologie fondamentale rentre aussi dans une nouvelle phase. Il est même question d'un changement de paradigme (153). Cette évolution de la métrologie a commencé par la possibilité de manipuler des atomes froids pour construire des horloges quantiques. Dans le domaine de l'électricité magnétisme qui nous concerne ici, la mesure des grandeurs macroscopiques telles que le flux magnétique, la force électromotrice ou l'intensité de courant se transforme en détection, contrôle ou comptage de quantum de flux

⁴⁶ Tout comme la mesure d'une éventuelle dérive temporelle de α par comparaison d'horloges optiques est une activité pertinente dans le domaine du temps et des fréquences.

⁴⁷ Une incertitude de 10⁻²⁸ serait possible par interférométrie atomique fondée sur l'effet Aharanov-Bohm scalaire (157).

magnétique ou de quantum de charge. Dans un avenir proche, l'intensité lumineuse pourra être raccordée au SI par simple détection de photon unique. Par extension, il est attendu que tout flux d'information soit contrôlé au niveau quantique à travers la manipulation de photons, de charges élémentaires, de spins ou de quanta de flux. Tôt ou tard, cette longue évolution des sciences de la mesure nécessitera bien la mise en œuvre d'un système d'unités quantique et universel. La refonte prochaine du SI peut en être considérée comme une étape clé, un système d'unités qui de toute façon sera mieux adapté aux connaissances actuelles de la physique.

BIBLIOGRAPHIE

1. Loi constitutive du 7 avril 1795.

2. *Convention du mètre.* http://www.bipm.org/fr/convention/ - Signature le 20 mai 1875 par 17 états.

3. Décret du 30 mars 1791. L.3, 1163.B.2, 305.

4. Brochure sur le SI. http://www.bipm.org/fr/si/si_brochure/.

5. Giorgi, G. Atti dell A.E.I. 1901.

6. **Stoney, G.J.** *Proceedings of the British Association for the Advancement of Science.* 1874.

7. Pitre, L. et al. Phil. Trans. R. Soc. A. 2011, Vol. 369, 1953.

8. Mohr, P.J. et al. arXiv:1203.5425v1 [physics.atom-ph]. 2012.

9. Draft Chapter 2 of the 9th SI brochure. http://www.bipm.org/en/si/new_si/.

10. Bordé, C.J. and Kovalevsky, J. (Ed.). Fundamental metrology. Comptes Rendus Physique, 2004, Vols. 5, pp789-939.

11. Quinn, T.J. and Burnett, K. (Ed). The fundamental constants of physics, precision measurements and the base units of the SI. Phil. Trans. R. Soc., 2005, Vols. A 363, pp2097-2327.

12. Hansch, T.W., Leschuitta, S. and Wallard, A.J. (Ed). Metrology and Fundamental Constants. *International School of Physics "Enrico Fermi", Course CLXVI.* 2007, Vol. 166.

13. **Piquemal, F. and Jeckelmann, B. (Ed).** *Quantum metrology and fundamental constants.* Eur. Phys. J. Special Topics, 2009, Vols. 172, pp1-408.

14. Mills, I.M. et al. Metrologia. 2005, Vol. 42.

15. **Kibble, B.P.** *"Atomic Masses and Fundamental Constants", édité par J.H. Sanders et A. Wapstra, 5, Plenum Press, New York.* 1976.

16. Eichenberger, A. et al. Eur. Phys. J. Special Topics. 2009, Vol. 172.

17. Kovalevsky, J. et al. Rapport de l'Académie des Sciences au CIPM. 2006.

18. Mohr, P.J. et al. arXiv:1203.5425v1, à paraître dans Rev. Modern Phys. 2012.

19. CIPM. Recommandation 1. 2005.

20. CCEM. Rapport de la 25ème réunion pour le CIPM. 2007.

21. **Piquemal, F. et al.** *Proceedings of the International School of Physics « Enrico Fermi » édité par T.W. Hansch, S. Leschiutta, A.J. Wallard et M.L. Rastello - IOS Press.* 2007, Vol. Course CLXVI.

22. Laughlin, R.B. Phys. Rev. B. 1981, Vol. 23.

23. Büttiker, M. Phys. Rev. B. 1988, Vol. 38.

- 24. Laughlin, R.B. and Pines, D. PNAS. 2000, Vol. 97.
- 25. Hartland, A. et al. Phys. Rev. Lett. 1991, Vol. 66.
- 26. Jeckelmann, B. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1995, Vol. 44.
- 27. Données disponibles sur le site du BIPM: http://www.bipm.fr/.
- 28. Janssen, T.J.B.M. Metrologia. 2012, Vol. à paraître .
- 29. Thompson, A.M. et Lampard, D.G. Nature. 1956, Vol. 888.
- 30. Lampard, D.G. IEE. 1957, Vol. 104C.
- 31. Clothier, W.K. Metrologia. 1965, Vol. 1.
- 32. Trapon, G. et al. Metrologia. 2003, Vol. 40.
- 33. Piquemal, F. Bulletin du BNM. 1999, Vol. 116.
- 34. Bouchendira, R. et al. Phys. Rev. Lett. 2011, Vol. 106.
- 35. Gournay, P., et al. Canadian Journal of Physics. 2011, Vol. 89.
- 36. Conséjo, C. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2009, Vol. 58.
- 37. Bloch, F. Phys. Rev B, 2. 1970, Vol. 2.
- 38. Tsai, J.S. et al. Phys. Rev. Lett. . 1983, Vol. 51.
- 39. Solve, S. et al. Metrologia Tech Suppl 01002. 2009, Vol. 46.
- 40. BIPM.EM-k10.b, Comparison. Données disponibles sur le site http://kcdb.bipm.org.
- 41. Clothier, W.K. et al. Metrologia. 1989, Vol. 26.
- 42. Funck, T. and Sienknecht, V. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1991, Vol. 40.
- 43. Quinn, T.J. Communications goupe de travail Acad. des Sciences. Mai 2006.
- 44. **Massa, E. and Nicolaus, A.** International determination of the Avogadro constant. *Metrologia N° special.* 2011, Vol. 48.
- 45. Mohr, P.J. and Taylor, B.N. Rev. Mod. Phys. 2005, Vol. 77.
- 46. Steiner, R.L. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2007, Vol. 56.
- 47. Piquemal, F. and Genevès, G. Metrologia. 2000, Vol. 37.
- 48. Likharev, K. and Zorin, A. Journal of low Temp. Phys. 1985, Vol. 59.
- 49. Pothier, H. et al. Europhys. Lett. 1992, Vol. 17.
- 50. Keller, M. Metrologia. 2008, Vol. 45.
- 51. Keller, M.W. et al. Metrologia. 2007, Vol. 44.
- 52. —. Metrologia. 2008, Vol. 45.
- 53. Feltin, N. and Piquemal, F. Eur. Phys. J. Special Topics. 2009, Vol. 172.
- 54. Elnekavé, N. Rapport interne LCIE. 1967.
- 55. Feltin, N. et al. Revue Française de métrologie. 2011, Vol. 25.
- 56. Camarota, B. et al. Metrologia. 2011.
- 57. Rapport de la 20ème réunion Comité Consultatif pour les Unités. 14-16 septembre 2010.
- 58. Planck, M. Theory of heat radiation. Blakiston Son & Co, 1914.
- 59. Uzan, J.P. et Lehoucq, R. Les constantes fondamentales. Belin, 2005.
- 60. Veneziano, G. Pour la Science. 2004, Vol. 320.

- 61. —. communication privée. 2006.
- 62. Rosenband, T. et al. Science. 2008, Vol. 319.
- 63. Unnikrishnan, C.S. and Gillies, G.T. Metrologia. 2004, Vol. 41.
- 64. Bressi, G. et al. Phys. Rev. A. 2011, Vol. 83.
- 65. Schönfeld, E. et Wilde, P. Metrologia. 2008, Vol. 45.
- 66. Fayet, P. à propos des unités fondamentales. Académie des Sciences. 2004-2006.
- 67. Harvey, I.K. Rev. Sci. Instrum. 1972, Vol. 43.
- 68. Dziuba, R.F. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1974, Vol. 23.
- 69. Harvey, I.K. Metrologia. 1976, Vol. 12.
- 70. Hartland, A. Metrologia. 1992, Vol. 29.
- 71. Jeckelmann, B. and Jeanneret, B. Rep. Prog. Phys. 2000, Vol. 64.
- 72. Poirier, W. and Schopfer, F. Eur. Phys. J. Special Topics. 2009, Vol. 172.
- 73. Gallop, J. and Piquemal, F. The SQUID Handbook Vol. 2 Wiley-VCH. 2006.
- 74. Geerligs, L.J. et al. Phys; Rev. Lett. 1990, Vol. 64.
- 75. Hartland, A. in Proc. British Electro-Magnetic Conference. 1993.
- 76. Sesé, J. et al. IEEE Trans. Appl. Supercon. 1999, Vol. 9.
- 77. Drung, D. and Mück, M. The SQUID Handbook Vol.1 Wiley VCH. 2004.
- 78. Gay, F. Thèse de doctorat CNAM. 2000.
- 79. Gay, F. et al. Rev. Sci. Instrum. 2000, Vol. 71.
- 80. Feltin, N. et al. IEEE Trans Instrum. Meas. 2003, Vol. 52.
- 81. Rietveld, G. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2003, Vol. 52.
- 82. Elmquist, R. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2005, Vol. 54.

83. Janssen, T.J.B.M. and Hartland, A. IEE Proceedings Sci. Meas. Technol. 2000, Vol. 147.

- 84. Allan, D.W. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1987, Vol. 36(2).
- 85. Witt, T.J. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2001, Vol. 50.
- 86. Steck, B. et al. Metrologia. 2008, Vol. 45.
- 87. Drung, D. et al. Supercond. Sci. Technol. 2009, Vol. 22.
- 88. Delahaye, F. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1991, Vol. 40.
- 89. Seppä, H. and Satrapinski, A. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1997, Vol. 46.
- 90. Bartolomé, E. PhD, The University of Twente. 2002.
- 91. Seppä, H. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1990, Vol. 39.
- 92. Rengnez, F. et al. soumis à CPEM'2012. 2012.
- 93. Grohmann, K. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1974, Vol. 23.
- 94. Radebaugh, R. J. Phys.: Condensed Matter. 2009, Vol. 21.
- 95. Seppä, H. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1999, Vol. 48.
- 96. Devoret, M.H. et al. Nature. 1992, Vol. 360.
- 97. Averin, D.V. and Likharev, K.K. Mesoscopic Phenomena in solids Elsevier. 1991.

- 99. Keller, M.W. et al. Appl. Phys. Lett. 1996, Vol. 69.
- 100. Martinis, J.M. et al. Phys. Rev. Lett. 1994, Vol. 72.
- 101. Pothier, H. Thèse de doctorat de l'Université de Paris VI. 1991.
- 102. Jensen, H.D. and Martinis, J. Phys. Rev. B. 1992, Vol. 46.
- 103. Keller, M. Eur. Phys. J. Special Topics. 2009, Vol. 172.
- 104. De Wilde, Y. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2000, Vol. 50.
- 105. Feltin, N. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2003, Vol. 52.
- 106. Vion, D. et al. J. Appl. Phys. 1995, Vol. 77.
- 107. Dolan, G.J. Appl. Phys. Lett. 1977, Vol. 31.
- 108. Li, Y.P. et al. Phys. Rev. B. 1990, Vol. 41.
- 109. Zorin, A.B. et al. J. Appl. Phys. 2000, Vol. 88.
- 110. Steck, B. Thèse de doctorat de l'Université de Caen. 2007.
- 111. Sassine, S. et al. Revista Controle & Automaçao. 2010, Vol. 21.
- 112. Devoille, L. et al. Meas. Sci. Tech. 2012, Vol. soumis.
- 113. Feltin, N. et Jehl, X. Techniques de l'Ingénieur. 2012.
- 114. Maisi, V.F. et al. New J. Phys. 2009, Vol. 11.
- 115. Averin, D. and Pekola, J. Phys. Rev. Lett. 2008, Vol. 101.
- 116. Kashcheyevs, V. and Kaestner, B. Phys. Rev. Lett. 2010, Vol. 104.
- 117. Hohls, F. et al. arXiv:1103.1746. 2011.
- 118. Bylander, J. et al. Nature. 2005, Vol. 434.
- 119. Fletcher, N.E. et al. Phys. Rev. B. 2003, Vol. 68.
- 120. Blumenthal, M.D. et al. Nat. Phys. 2007, Vol. 3.
- 121. Mirovsky, P. et al. Appl. Phys. Lett. 2010, Vol. 97.

122. Schumacher, H.W. et al. Joint dissemination iMERA+/DCQM EURAMET Meeting. Berlin - 19 mai 2011.

123. Giblin, S. Joint dissemination iMERA+/DCQM EURAMET Meeting. Berlin - 19 mai 2011.

- 124. Fujiwara, A. et al. Appl. Phys. Lett. 2008, Vol. 92.
- 125. Pierre, M. et al. IEEE-CPEM'2010 digest. 2010.
- 126. Pierre, M. Thèse de doctorat de l'Université de Grenoble. 2010.
- 127. Jehl, X. et al. à paraître dans IEEE-CPEM'2012 digest. 2012.
- 128. Pekola, J. et al. Nature Phys. 2008, Vol. 4.
- 129. Kemppinen, A. et al. Appl. Phys. Lett. 2009, Vol. 94.
- 130. Jeanneret, B. et Benz, S.P. Eur. Phys. J. Special Topics. 2009, Vol. 172.
- 131. Clarke, J. et al. The SQUID Handbook Vol. 2 Wiley-VCH. 2006.
- 132. Welty, R.P. et Martinis, J.M. IEEE Trans. Appl. Supercond. 1993, Vol. 3.

- 133. Cantor, R. and Koelle, D. The SQUID Handbook Vol.1 Wiley-VCH. 2004.
- 134. Piquemal, F. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1991, Vol. 40.
- 135. —. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1993, Vol. 42.
- 136. Piquemal, F. et André, J.P. Contrats BNM 953004, 963002, 973001. 1995-1998.
- 137. Piquemal, F. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1999, Vol. 48.
- 138. Delahaye, F. J. Appl. Phys. 1993, Vol. 73.
- 139. Poirier, W. et al. J. Appl. Phys. 2002, Vol. 92.
- 140. Bounouh, A. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2003, Vol. 52.
- 141. Poirier, W. et al. Metrologia. 2004, Vol. 41.
- 142. Delahaye, F. and Jeckelmann, B. Metrologia. 2003, Vol. 40.
- 143. Hamilton, C.A. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1995, Vol. 44.
- 144. Benz, S.P. and Hamilton, C.A. Appl. Phys. Lett. 1996, Vol. 68.
- 145. Djordjevic, S. et al. Revue Française de Métrologie. 2011, Vol. 27.
- 146. Lo-Hive, J.P. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2003, Vol. 52.
- 147. Behr, R. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 2003, Vol. 52.
- 148. Stepišnik, J. Nature. 2006, Vol. 439.
- 149. Hao, L. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1999, Vol. 48.
- 150. Gillies, G.T. Rep. Prog. Phys. 1997, Vol. 60.
- 151. Fulton, D. Phys. Rev. B. 1973, Vol. 7.
- 152. Cohen, E.R. and Dumond, J.W.M. Rev. Mod. Phys. 1965, Vol. 37.
- 153. Gallop, J. Eur. Phys. J. Special Topics. 2009, Vol. 172.
- 154. Seppä, H. et al. IEEE Trans. Instrum. Meas. 1999, Vol. 48.
- 155. Delahaye, F. and Bournaud, D. IEEE Trans. Intrum. Meas. 1993, Vol. 42.
- 156. Fujiwara, A. et al. Appl. Phys. Lett. 2004, Vol. 84.
- 157. Arvanitaki, A. et al. Phys. Rev. Lett. 2008, Vol. 100.
- 158. Ries, J.C. et. al. Geophys. Res. Lett. 1992, Vol. 19.

ANNEXE: LISTE DES SIGLES

ANR : Agence Nationale de la Recherche BNM : Bureau National de Métrologie BIPM : Bureau International des Poids et Mesures CCEM : Comité Consultatif d'Electricité et Magnétisme CEA : Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives CEA/INAC : CEA/Institut Nanosciences et Cryogénie CEA/LETI : CEA/Laboratoire d'électronique et de technologie de l'information CEA/SPEC : CEA/Service de Physique de l'Etat Condensé CGPM : Conférence Générale des Poids et Mesures CIPM : Comité International des Poids et Mesures CNRS : Centre National de la recherche Scientifique CODATA: Committee on data for science and technology EURAMET : Association Européenne des instituts nationaux de métrologie LEP : Laboratoire d'Electronique de Philips, aujourd'hui OMMIC LKB : Laboratoire Kastler Brossel - Paris LNE : Laboratoire national de métrologie et d'essais LNM : Laboratoire national de métrologie LPN/CNRS : Laboratoire de Photonique et de Nanostructures du CNRS METAS: Office fédéral de métrologie suisse MIKES: Mittatekniikan Keskus, centre finlandais pour la métrologie et l'accréditation NIM: National Institute of metrology of China NMIA: National metrology Institute of Australia NPL : National Physical Laboratory NRC : National research Council of Canada NTT: Nippon Telegraph and Telephone OMMIC: Laboratoire de Philips en France (Limeil Brévannes) PTB : Physikalisch Technische Bundesantalt VTT : VTT Automation, Measurement and Technology, centre de recherché finlandais CCC: Comparateur cryogénique de courants CMOS :Complemetary Metal Oxide Semiconductor **CPEM : Conference on Precision Electromagnetic Measurements** DSP : Densité spectrale de puissance EHQ: Effet Hall quantique EJ: Effet Josephson GE2D: Gaz d'électrons bidimensionnel HTc: Haute température critique KCDB: Key Comparison Data Base OAD: Overlapped Allan Deviation QHARS: Quantum Hall array resistance standard SET: Single electron tunneling SI: Système International d'unités Si-MOSFET: Silicon-Metal Oxyde Semiconductor Field Effect transistor SINIS: Supraconducteur/Isolant/Normal/Isolant/Supraconducteur SOI: Silicon On Isolator

SQUID: Superconducting Quantum Interference Device

PUBLICATIONS SELECTIONNEES

[1] **F. Piquemal** and G. Genevès, "Argument for a Direct Realization of the Quantum Metrological Triangle", Metrologia, issue 37(3), pp. 207-211, 2000.

[2] F. Gay, **F. Piquemal** and G. Genevès, "Ultralow noise amplifier based on a cryogenic current comparator", Rev. Scientific Instrum., Vol. 71, N°12, pp.4592-4595, Dec. 2000.

[3] Y. De Wilde, F. Gay, **F. Piquemal** and G. Genevès, "Measurements of single electron transistor devices combined with a CCC : progress report", IEEE T.I.M., Special issue CPEM'2000, Vol. 50, pp. 231-234, April 2001.

[4] N. Feltin, L. Devoille, **F. Piquemal**, S.V. Lotkhov and A. Zorin, "Progress in measurements of single electron pump by means of a CCC", IEEE T.I.M., Special issue CPEM'2002, Vol. 52, pp. 599-603, April 2003.

[5] **F. Piquemal**, A. Bounouh, L. Devoille, N. Feltin, O. Thevenot and G. Trapon, "Fundamental electrical standards and the quantum metrological triangle", C.R. Physique, 5, pp.857-879, 2004.

[6] J. Gallop and **F. Piquemal**, "SQUIDs for Standards & Metrology", SQUIDs Handbook (chapter 9), Vol.II "Applications of SQUIDs and SQUID Systems", édité par Alex Braginski et John Clark, Wiley, Berlin, 2006.

[7] B. Steck, A. Gonzalez-Cano, N. Feltin, L. Devoille, **F. Piquemal**, S. Lotkhov, A.B. Zorin, "Characterization and metrological investigation of an R-pump with driving frequencies up to 100 MHz", Metrologia, 45, pp. 482-491, 2008.

[8] P. Gournay, O. Thévenot O., L. Dupont, J.M. David and **F. Piquemal**, "Toward a determination of the fine structure constant at LNE by means of a new Thompson-Lampard calculable capacitor", Canadian J. of Phys., Volume 89, Issue 1, pp. 169-176, January 2011.

[9] L. Devoille, N. Feltin, B. Steck, B. Chenaud, S. Sassine, S. Djordevic, O. Séron, **F. Piquemal**, "Quantum metrological triangle experiment at LNE: Measurements on a 3 junction R-pump using a 20 000:1 winding ratio CCC", Meas. Sci. Technol., Volume 23, 124011 (11pp), November 2012.