



O. MONNOYE

Étalonnage des résistances de haute valeur et des très faibles courants

Calibration of high value resistors and very low currents

Olivier MONNOYE et Nicolas RUCHAUD

Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), 29 Avenue Roger Hennequin, 78197 Trappes Cedex, France.

Résumé

Un nouveau banc d'étalonnage des très faibles courants fondé sur une méthode d'intégration a été réalisé au LNE. Son principe et sa réalisation sont décrits. Le bilan d'incertitudes est établi et commenté dans le cadre d'étalonnage de sources de courants, de mesureurs de courants et de résistances.

MOTS CLÉS : MÉTROLOGIE ÉLECTRIQUE, COURANTS FAIBLES, ÉLECTROMÈTRE, RÉSISTANCE DE HAUTE VALEUR.

Abstract

A new calibration bridge devoted to very low currents and based on the integration method has been developed at LNE. Its principle and realization are described. Uncertainty budgets for the calibration of current sources, current meters and high value resistors are established and discussed.

KEY WORDS: ELECTRICAL METROLOGY, VERY LOW CURRENTS, ELECTROMETER, HIGH VALUE RESISTOR.

1. Introduction

La mesure de courants très faibles (inférieurs au nano-ampère) a connu un net regain d'intérêt au cours des dernières années [1,2,3].

Tout d'abord, la découverte des dispositifs mono-électroniques à blocage de Coulomb et leur possible utilisation en métrologie électrique [4] permet d'espérer un étalon de courant relié aux constantes fondamentales (*i. e.* : la charge de l'électron). Les niveaux de courant générés pour l'instant inférieurs au nano-ampère devront

être transférés aux utilisateurs finaux par l'intermédiaire d'un étalon de conservation robuste et facile à mettre en œuvre.

De plus, l'essor des nanotechnologies et les contraintes de faibles dissipations de puissance qui en résultent ont poussé les industriels à mesurer des courants de plus en plus faibles. Ce besoin a conduit au développement de nouveaux appareils commerciaux de mesure de très haut niveau [5] et en corollaire à la nécessité de les étalonner.

Dans le domaine de la santé, et tout particulièrement pour la mesure des rayonnements ionisants utilisés en radiothérapie, la réduction des incertitudes de mesure devient inévitable pour une meilleure évaluation des risques. Elle implique une meilleure maîtrise de la mesure des très faibles courants, paramètre non négligeable dans la mesure de la dose [6].

Enfin, le besoin industriel en étalonnages de résistances de hautes valeurs est toujours présent, en particulier dans le cadre des mesures d'isolement, par exemple lors d'essais de sécurité électrique.

Toutes ces raisons ont poussé le LNE à se doter d'un nouvel étalon de mesure de courant dans le domaine des valeurs les plus faibles (entre 1 fA et 100 pA), adaptable à la mesure de résistances de hautes valeurs. A partir du principe d'un banc à intégration de courant dédié à la mesure de résistances de hautes valeurs et précédemment réalisé au LCIE [7], il s'est agi de développer un nouveau banc d'étalonnage avec de meilleures performances. Après la description du principe et de la structure de ce banc, nous nous attachons dans cet article à résumer ses

performances dans le cadre de la mesure de courants, de résistances, et lors de l'étalonnage d'autres mesureurs. Nous explicitons par la suite les différentes mesures qui nous ont menés à l'établissement des bilans d'incertitude. L'étude de ces bilans nous conduit enfin à ébaucher quelques pistes en vue de l'amélioration des performances du banc.

2. Conception du banc

Cette partie concerne la description du banc de mesure. Elle détaille en particulier la fonction et la réalisation de chacun de ses constituants.

2.1. Principe de la mesure

Le banc d'étalonnage décrit dans cet article est basé sur le principe d'intégration du courant traversant une capacité. Un amplificateur opérationnel est utilisé de façon à pouvoir mettre en œuvre cette propriété. Le principe de la mesure est décrit dans la figure 1.

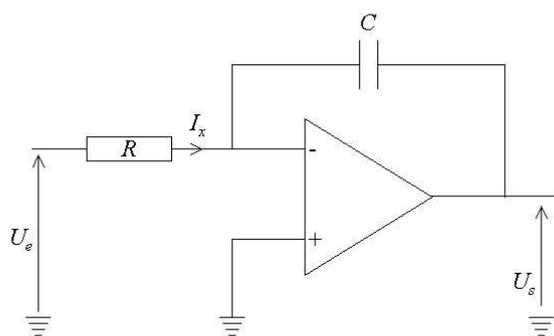


Fig. 1. – Schéma de principe d'intégration de courant.

La tension de sortie U_s du montage précédent concernant l'étalonnage d'une résistance R inconnue sous une tension continue U_e s'écrit :

$$U_s = \int -\frac{I_x}{C} dt = \int -\frac{U_e}{RC} dt$$

Dans cette configuration, un courant I_x constant dans le temps traverse la résistance R et vient charger la capacité C appelée capacité d'intégration. Ainsi, la tension de sortie du pont suit une rampe qu'il suffit de mesurer en fonction du temps pour déduire $I_x = \frac{U_e}{R} = -C \times \frac{dU_s}{dt}$.

La qualité des amplificateurs opérationnels actuels ainsi que les capacités d'échantillonnage des multimètres numériques garantissent que cette méthode permet des mesures de très faibles incertitudes pour des courants compris entre 1 fA et 100 pA, moyennant certaines précautions.

2.2. Circuit d'intégration

Cette section concerne le choix de l'amplificateur opérationnel utilisé ainsi que les précautions de mise en œuvre prises lors de son implémentation pour minimiser les causes d'erreur du montage.

2.2.1. Choix de l'amplificateur opérationnel

Un amplificateur opérationnel réel en boucle ouverte peut être schématisé comme sur la figure 2 par une source de tension de très grand gain commandée en tension.

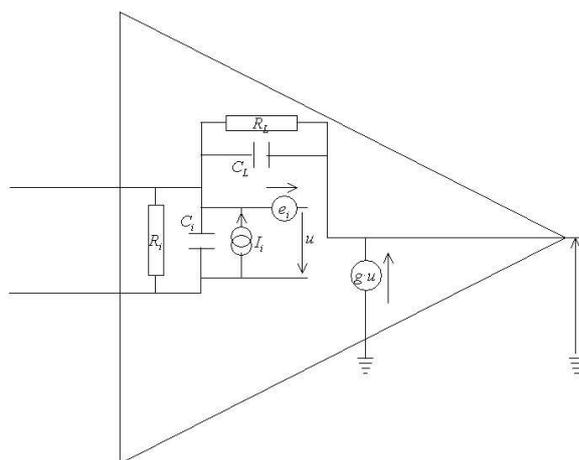


Fig. 2. – Schéma équivalent d'un amplificateur opérationnel [8].

Trois critères de choix s'imposent si on veut utiliser un tel composant pour mesurer de très faibles courants par la méthode d'intégration :

- La résistance d'entrée R_i de l'amplificateur doit être très grande de façon à dériver au minimum le courant à mesurer ;
- La capacité de fuite C_L entre l'entrée et la sortie de l'amplificateur doit être minimale puisqu'elle s'ajoute directement à la capacité d'intégration du courant ;
- Le courant parasite d'entrée I_i doit être faible et surtout très stable ce qui nous permettra de le compenser pendant les mesures.

Après test comparatif entre différents composants, l'amplificateur opérationnel choisi est l'OPA 128LM de Texas Instruments. Des précautions de montage supplémentaires ont de plus été prises pour minimiser la capacité de fuite C_L et compenser les courants parasites circulant dans la capacité d'intégration.

2.2.2. Réalisation du circuit d'intégration

Le circuit réalisé pour pouvoir tirer parti des propriétés de l'amplificateur OPA 128LM dans les meilleures conditions est représenté figure 3. Ce circuit prend en compte les contraintes de mise en contre réaction de l'amplificateur (lorsque aucune mesure n'est réalisée) et les causes d'incertitude liées à la mesure par intégration : les résistances de fuite, les capacités parasites et le courant résiduel.

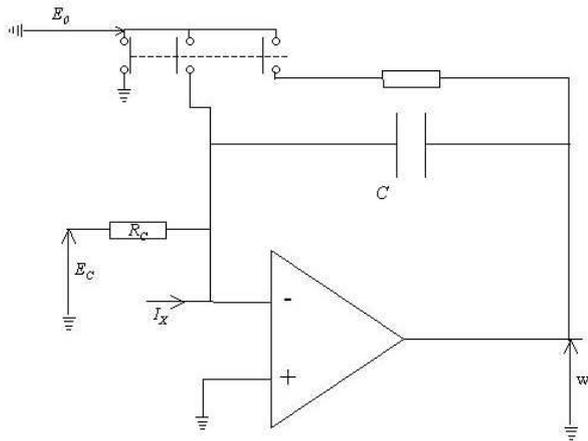


Fig. 3. – Schéma de la réalisation du circuit d'intégration.

2.2.2.1. Mise en contre réaction

Un amplificateur opérationnel est un composant actif qui possède une alimentation en énergie limitée par sa constitution (l'amplificateur utilisé dans le pont d'intégration est alimenté sous ± 15 V). La propriété d'intégration de courant conduit quant à elle l'amplificateur opérationnel à générer des rampes de tension qui ne sont pas limitées. Lorsque la tension générée par l'amplificateur s'approche de sa tension d'alimentation, celui-ci perd ses propriétés amplificatrices et atteint son régime de saturation. La tension de sortie de l'amplificateur est alors constante et ne dépend plus du courant circulant dans la capacité d'intégration. Ainsi, un amplificateur opérationnel ne peut-être utilisé dans un circuit à intégration que sur une plage limitée de tensions. Pour pouvoir contrôler cette plage, un circuit dit de contre réaction – constitué d'une résistance et d'une source de tension – est ajouté entre l'entrée et la sortie de l'amplificateur opérationnel (fig. 3). Il permet, par l'intermédiaire d'une commutation de relais, de remettre la tension de sortie de l'amplificateur à un niveau prédéfini et réglable en dehors des périodes de mesure. Pendant les périodes d'intégration de courant, les relais sont ouverts et leurs capacités parasites reliées à la masse du montage.

La commutation des relais est réalisée de manière magnétique ; en général, un courant de commande circule dans un solénoïde entourant le relais et crée un champ magnétique qui déclenche sa commutation. Pour éviter que ce courant de commande ne perturbe les mesures, nous avons créé ce champ magnétique par un aimant permanent que l'on déplace à proximité des relais à l'aide d'un moteur pas à pas.

2.2.2.2. Résistances de fuite

Les valeurs des résistances à mesurer sur le pont d'intégration de courant sont de l'ordre de grandeur des résistances d'isolement des composants couramment utilisés dans la fabrication de cartes électroniques. Par exemple, la résistance de fuite entre les points haut et bas de l'entrée du pont est au minimum égale à la résistance d'isolement du câble reliant la source de courant (ou la

résistance de haute valeur) au pont. Néanmoins, le principe même du pont de mesure rend l'effet de ces résistances de fuite quasiment négligeable, la différence de potentiel entre les points haut et bas de l'entrée du pont étant d'autant plus faible que le gain de l'amplificateur est élevé. Ainsi, les résistances de fuite les plus gênantes sont les résistances entre l'entrée et la sortie du pont, qui viennent se mettre en parallèle de la capacité d'intégration. A la différence des résistances de fuite liées aux câbles, ces résistances sont dues à l'implantation des composants sur la carte d'intégration et constituent donc des corrections stables dans le temps. Pour minimiser ces corrections, les composants ont été fixés à la carte d'intégration par l'intermédiaire de plots isolés au Téflon.

2.2.2.3. Capacité de fuite

Cette capacité se situe en parallèle de la capacité d'intégration et dérive une partie du courant qui lui est destiné. Elle est due à l'implantation des composants sur la carte d'intégration, en particulier aux capacités entre les connexions des divers composants sur la carte. Pour la minimiser, des câbles blindés ont été utilisés à chaque fois que possible et des écrans électrostatiques ont été placés entre les connexions les plus rapprochées (en particulier entre les connexions d'entrée et de sortie de l'amplificateur opérationnel).

2.2.2.4. Courant parasite d'entrée

Ce courant, lié aux caractéristiques de l'amplificateur opérationnel choisi, s'ajoute directement au courant mesuré. La technologie actuelle de ces composants ne permet pas de rendre ce courant parasite négligeable par rapport aux courants que l'on mesure. C'est pourquoi, il est nécessaire de privilégier sa stabilité à sa valeur de manière à pouvoir le compenser. Le circuit de compensation de ce courant est constitué par une résistance R_C de valeur nominale $10\text{ T}\Omega$ reliée à une source de tension et connectée au nœud d'entrée de courant de l'amplificateur opérationnel (fig. 3). La résistance de compensation étant un composant très sensible aux variations de température, elle a été placée sur la carte d'intégration à l'intérieur d'une enceinte régulée en température. La source de tension de compensation a quant à elle été placée à l'extérieur de cette enceinte ce qui permet une maintenance plus aisée et qui éloigne une source de bruit électromagnétique éventuelle des éléments sensibles du pont.

2.3. Enceinte régulée en température

Les composants utilisés dans le pont d'intégration sont sensibles aux variations de température, en particulier le circuit de compensation de courant résiduel, et l'amplificateur opérationnel. De plus, les stabilités recherchées lors de la mesure des plus faibles courants nécessitent que les connexions entre les différents composants soient les plus courtes possibles et dans un environnement thermique stable. C'est pourquoi, les capacités d'intégration de plus faibles valeurs et le circuit

d'intégration doivent être maintenus dans une enceinte régulée en température.

Cette enceinte est constituée d'un cylindre métallique et d'une résistance chauffante de 16Ω placée sur les faces inférieure et latérale du cylindre. L'ensemble est isolé thermiquement de la structure du pont d'intégration qui constitue en elle-même une masse thermique métallique. La puissance de chauffage est fournie par un transistor commandé en courant par un montage en « tout ou rien » à amplificateur opérationnel. L'ensemble de ce montage est représenté dans la figure 4.

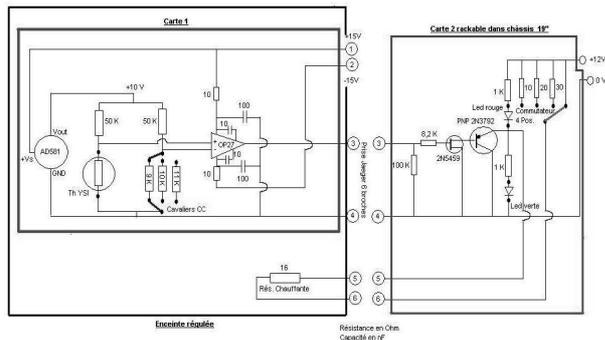


Fig. 4. – Parties « commande » et « puissance » du dispositif de chauffage de l'enceinte régulée en température.

Le signal de commande est piloté par la tension de déséquilibre d'un pont de Wheatstone constitué de deux résistances de $50 \text{ k}\Omega$, d'une thermistance, utilisée comme sonde de la température de l'enceinte et d'une résistance de $9 \text{ k}\Omega$, $10 \text{ k}\Omega$ ou $11 \text{ k}\Omega$ sélectionnée en fonction de la température de consigne désirée. La génération et la mise en forme de ce signal est réalisée au plus près de l'enceinte régulée à l'intérieur de la structure du pont d'intégration.

La conversion de ce signal de commande en un signal de puissance est réalisée dans un module déporté. Un commutateur situé dans ce module permet de sélectionner le courant circulant dans la résistance chauffante durant les phases de chauffage, c'est-à-dire la puissance de chauffage de l'enceinte.

2.4. Capacités d'intégration

Les capacités d'intégration sont les composants au cœur du pont d'intégration de courant. En effet, le courant mesuré est directement proportionnel à la valeur de la capacité utilisée lors de l'intégration du courant. C'est pourquoi le plus grand soin a été pris lors du choix et de la réalisation de ces capacités. De façon à pouvoir mesurer l'ensemble de la gamme de courant souhaitée avec le pont avec la meilleure incertitude, cinq valeurs de capacités ont été choisies : $0,1 \text{ pF}$, 1 pF , 10 pF , 100 pF et 1 000 pF . Les condensateurs choisis ont un diélectrique gazeux (air ou azote sec) et un soin particulier a été apporté aux connexions entre les capacités et l'environnement extérieur (câbles faible bruit blindés). Une première estimation de l'incertitude de mesure a montré que la stabilité de la valeur des capacités devenait une

composante prépondérante du bilan pour les plus faibles valeurs de capacité. C'est pourquoi les capacités de $0,1 \text{ pF}$ et 1 pF ont été réalisées au LNE avec les plus grandes précautions.

2.4.1. Réalisation des capacités de $0,1 \text{ pF}$ et 1 pF

La réalisation de ces deux capacités devait répondre au cahier des charges suivant :

- Stabilité à long terme de la valeur ;
- Stabilité à court terme, en particulier faible dépendance aux variations des conditions atmosphériques (température, pression, humidité) ;
- Faiblement génératrice de bruit ;
- Encombrement limité.

Pour répondre à ce cahier des charges, le principe suivant a été adopté (fig. 5).

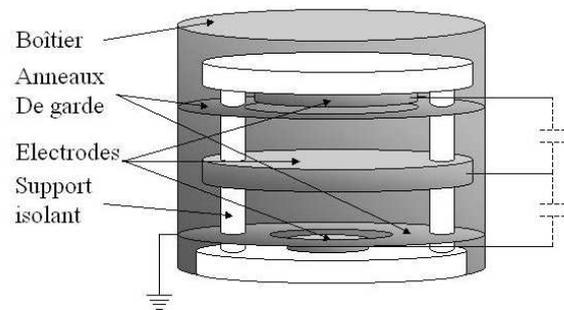


Fig. 5. – Schéma de principe des capacités d'intégration de $0,1 \text{ pF}$ et 1 pF du pont d'intégration.

Les capacités de $0,1 \text{ pF}$ et 1 pF ont été construites à partir de deux électrodes métalliques placées de chaque côté d'une électrode centrale. Deux anneaux métalliques dits de garde et connectés au boîtier contenant les électrodes assurent que les lignes de champ électrique circulent bien dans l'air sec séparant les électrodes et ne sont pas perturbées par les supports isolants qui fixent la rigidité de l'ensemble. Cet ensemble assure une définition stable de chaque capacité dans une configuration en trois bornes (deux électrodes plus le boîtier). De plus, la géométrie choisie permet de disposer d'un boîtier de taille minimale adapté à une enceinte de régulation très fine de la température et de minimiser le nombre de connexions entre les capacités et le reste du montage, entraînant une diminution du nombre de sources de bruit. Enfin, les matériaux utilisés, à faible coefficient de dilatation, confèrent à ces capacités des coefficients de température inférieurs à $1 \cdot 10^{-5} \text{ pF}\cdot\text{K}^{-1}$.

2.5. Aspect modulaire

Les spécifications du pont d'intégration – étalonnage de courants ou de résistances, sur une grande gamme de valeurs nominales (jusqu'à cinq ordres de grandeur) – ont rendu sa conception modulaire. Le pont d'intégration est ainsi divisé en différentes parties que l'on peut regrouper

en trois grandes structures schématisées sur les figures 6 et 7 :

- La structure métrologique regroupe les capacités d'intégration étalon « externes » et l'enceinte régulée en température contenant le circuit d'intégration (amplificateur opérationnel, relais de commande, circuit de compensation de courant résiduel) et les capacités « internes » ;
- La structure de commande désigne l'ensemble des dispositifs permettant de piloter le circuit d'intégration (détecteurs de saturation de l'amplificateur intégrateur, mises en sécurité, logiciel), la régulation de la température de l'enceinte et la structure annexe ;
- La structure annexe désigne l'ensemble des appareils de mesure (multimètre, diviseur de fréquence), et les sources de tension (tension de compensation et tension appliquée aux résistances à étalonner) nécessaires à l'acquisition du signal.

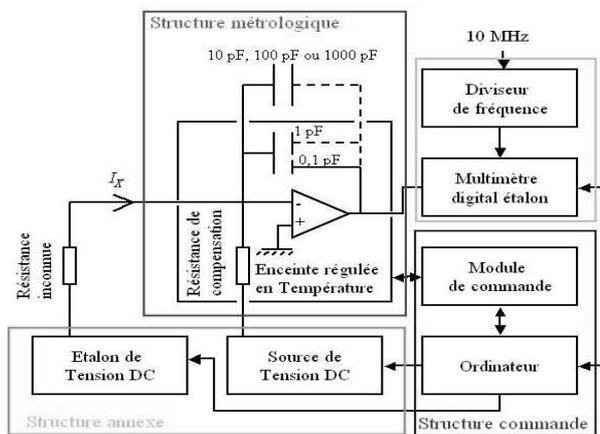


Fig. 6. – Structure modulaire du pont d'intégration en configuration « étalonnage de résistances ».

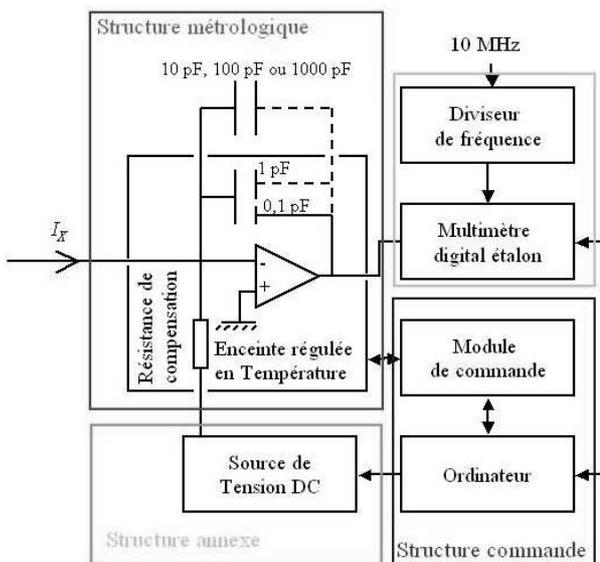


Fig. 7. – Structure modulaire du pont d'intégration en configuration « étalonnage de courants ».

Ainsi, le passage d'une mesure de résistance à une mesure de courant ne modifie pas la structure métrologique du pont, ce qui simplifie les procédures d'étalonnage et améliore de ce fait le bilan des incertitudes. De plus, la maintenance du pont d'intégration se trouve simplifiée, la majorité des précautions à prendre se trouvant concentrée sur la structure métrologique, les autres modules (provenant essentiellement du commerce) étant interchangeables.

3. Performances du banc

Cette partie présente les possibilités d'étalonnage en courant et en résistance du pont d'intégration en termes d'incertitude. Ces possibilités ont été vérifiées par différentes mesures décrites en § 3.1 et sont le résultat d'un bilan d'incertitudes détaillé dans § 4.

3.1. Mesures de validation

Le processus de validation du pont d'intégration s'est déroulé en deux étapes :

- Les mesures réalisées par le nouveau pont ont été comparées aux résultats d'étalonnages obtenus avec le pont existant dans les limites des possibilités actuelles du laboratoire. Ces comparaisons ont pris place dans le cadre du suivi des résistances de haute valeur du laboratoire ;
- La participation du laboratoire à la comparaison interlaboratoire Euromet EM-S24 [9] a permis de vérifier l'amélioration des possibilités d'étalonnage en courant apportées par le nouveau pont.

3.2. Étalonnage de générateurs de courants

Tableau 1

Incertitude type de l'étalonnage d'une source de courant pour différentes valeurs de courant ; les incertitudes sont données à un écart type, et ne prennent pas en compte la stabilité ou la dérive de la source étalonnée.

Courant nominal (pA)	Capacité d'intégration (pF)	Incertitude (relative à la valeur nominale)
$\pm 0,001$	0,1	$1,8 \cdot 10^{-2}$
$\pm 0,01$	1	$1,5 \cdot 10^{-3}$
$\pm 0,1$	1	$7,3 \cdot 10^{-4}$
± 1	10	$1,0 \cdot 10^{-4}$
± 10	100	$1,5 \cdot 10^{-5}$
± 100	1 000	$1,1 \cdot 10^{-5}$

La caractéristique principale du pont d'intégration est sa capacité à mesurer des intensités de courant. C'est pourquoi les premiers résultats que nous présentons concernent l'étalonnage de sources de courant. Le dispositif expérimental est donc constitué de la source de courant à étalonner (dont la résistance de sortie est supposée infinie) que l'on relie directement au pont par un câble le plus court possible. Le bilan présenté dans le

tableau 1 est valable à 20 °C, avec des capacités et un diviseur de fréquence étalonnés juste avant la mesure pour une longueur de câbles de 20 cm entre l'appareil à étalonner et le pont d'intégration.

3.3. Étalonnage de résistances

L'utilisation du pont pour étalonner des résistances prend la forme du dispositif expérimental représenté dans la figure 6. Pour établir le bilan présenté dans le tableau 2, nous avons considéré une longueur totale de câble de 2 m entre la source de tension et le pont d'intégration (cette longueur nous a permis de prendre en compte les dimensions de l'enceinte régulée en température dans laquelle on a placé la résistance à étalonner) et une température ambiante de 20 °C.

Tableau 2

Incertitude type de l'étalonnage de résistances de haute valeur ; les incertitudes sont données à un écart type ; la stabilité et la dérive de la source de tension n'ont pas été prises en compte.

Valeur nominale de la résistance (TΩ)	Tension appliquée (V)	Incertitude (relative à la valeur nominale)
0,1	± 10	$1,1 \cdot 10^{-5}$
1	± 10	$1,5 \cdot 10^{-5}$
	± 100	$1,1 \cdot 10^{-5}$
10	± 10	$1,0 \cdot 10^{-4}$
	± 100	$1,5 \cdot 10^{-5}$
	± 1 000	$1,1 \cdot 10^{-5}$
100	± 10	$7,3 \cdot 10^{-4}$
	± 100	$1,0 \cdot 10^{-4}$
	± 1 000	$1,5 \cdot 10^{-5}$
1 000	± 10	$1,5 \cdot 10^{-3}$
	± 100	$7,3 \cdot 10^{-4}$
	± 1 000	$1,0 \cdot 10^{-4}$

Les incertitudes obtenues dans cette configuration du pont sont très proches des incertitudes de mesure des courants circulant dans les résistances à étalonner, en valeur relative. Autrement dit, l'influence de l'incertitude sur la tension appliquée est très faible dans le bilan global (comme expliqué dans § 4). Cette faible influence justifie *a posteriori* le choix de la structure modulaire du pont du point de vue de l'incertitude d'étalonnage.

3.4. Étalonnage d'autres mesureurs

La plupart des appareils reçus par le LNE dans le domaine des très faibles courants sont des mesureurs. De plus, afin de valider le nouveau pont d'intégration, le LNE a participé à une comparaison interlaboratoire de sources de très faibles courants, dans laquelle l'étalon voyageur était un mesureur. Dans cette perspective, une méthode de substitution permettant d'étalonner des mesureurs à l'aide du pont a été développée.

Cette procédure se déroule en deux étapes selon le schéma représenté sur la figure 8.

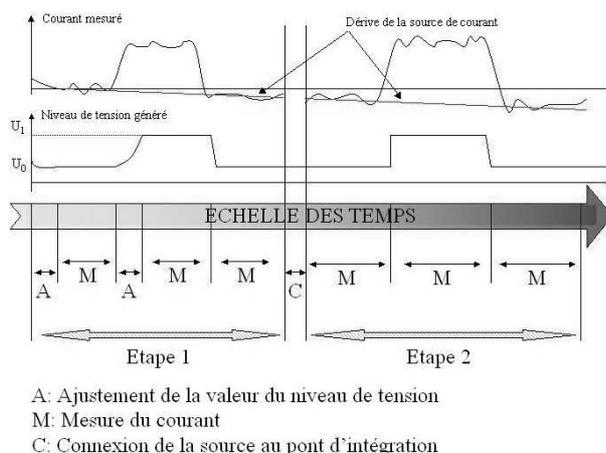


Fig. 8. – Déroulement de l'étalonnage d'un mesureur sur le pont d'intégration.

Elle met en œuvre une source de tension continue réglable et très stable et une résistance de haute valeur maintenue à température dans une enceinte régulée selon un montage représenté figure 9.

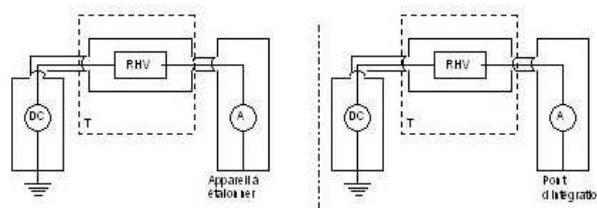


Fig. 9. – Dispositif d'étalonnage d'un mesureur de courant ; à gauche : configuration pendant l'étape 1 ; à droite : configuration pendant l'étape 2.

Au cours de la première étape, on règle successivement les deux niveaux de tension :

- U_0 est le niveau de tension « résiduel » qui permet d'afficher un courant I_0 le plus faible possible (nul dans le cas idéal) sur le mesureur en étalonnage ;
- U_X est le niveau de tension correspondant à l'affichage du courant nominal à étalonner I_X sur le mesureur en étalonnage.

On réalise sur le mesureur en étalonnage une séquence de mesures de type I_0, I_X, I_0 de façon à estimer la stabilité et la dérive du dispositif lors de cette étape.

Lors de la deuxième étape, on applique les tensions U_0, U_X, U_0 réglées lors de la première étape à la même résistance de haute valeur et dans les mêmes conditions. On connecte le pont d'intégration à la source de courant ainsi formée et on réalise une séquence d'étalonnage des deux niveaux de courant correspondant I'_X et I'_0 suivant la séquence I'_0, I'_X, I'_0 . Les précautions prises lors des deux étapes (en particulier en termes de conditions climatiques) nous permettent ensuite de déduire :

$I'_X - I'_0 = I_X - I_0$ et ainsi d'obtenir la correction d'étalonnage du mesureur inconnu.

L'application de cette procédure à 23 °C, avec une longueur totale de câbles de 2 m et une résistance de valeur 100 GΩ, nous a permis d'aboutir au bilan du tableau 3 (les incertitudes sont données à un écart type).

Tableau 3

Incertitude type correspondant à l'étalonnage d'un autre mesureur par le pont d'intégration ; le courant résiduel a été mesuré à l'aide de la capacité interne de 0,1 pF.

Courant nominal (pA)	Capacité d'intégration (pF)	Incertitude (relative à la valeur nominale)
± 0,1	1	$2,4 \cdot 10^{-3}$
± 1	10	$2,4 \cdot 10^{-4}$
± 10	100	$2,7 \cdot 10^{-5}$
± 100	1 000	$1,1 \cdot 10^{-5}$

4. Caractérisation du banc

On décrit ici l'établissement du bilan d'incertitudes ayant mené aux résultats présentés dans § 3. Nous aborderons tout d'abord la mise en équation complète du processus de mesure dans le cadre de l'étalonnage d'un courant. Cette première étape nous amènera à la mise en évidence puis à la mesure de termes correctifs liés à ce processus. La prise en compte de ces corrections nous conduira ensuite à l'établissement du bilan d'incertitudes de l'étalonnage d'un courant très faible. Etant donné la structure modulaire du pont, la prise en compte de composantes supplémentaires nous permettra d'obtenir enfin le bilan d'incertitudes d'étalonnage d'une résistance de haute valeur.

4.1. Mise en équation

Cette partie est dédiée à la description de l'équation d'une mesure de très faibles courants au moyen du banc d'intégration. Cette équation sera ensuite utilisée pour déterminer les termes correctifs à la mesure et les composantes d'incertitude qui y sont attachés. On pourra se référer à l'annexe de cet article pour les calculs détaillés qui nous ont permis d'aboutir à cette équation.

La figure 10 représente le schéma du montage qui nous a permis d'obtenir l'équation de la mesure. Ce schéma reprend les éléments du banc d'intégration essentiels à la mesure, c'est-à-dire l'amplificateur opérationnel réel, une capacité d'intégration, le circuit de compensation du courant résiduel, le circuit de mise en conditions initiales, une source de courant inconnue et les câbles de mesure.

L'amplificateur opérationnel réel est modélisé par :

- un amplificateur opérationnel idéal considéré comme un amplificateur de tension de gain en boucle ouverte g commandé par la tension u à ses bornes. Son comportement en fréquence est du type passe bas du

premier ordre avec un gain à fréquence nulle g_0 et une fréquence de coupure à mi-puissance f_0 . On peut donc

$$\text{écrire : } \frac{1}{g} = \frac{1}{g_0} + j \times \frac{\omega}{2\pi \cdot f_0},$$

- une tension résiduelle d'entrée e_i ;
- un courant résiduel d'entrée I_i ;
- une résistance et une capacité d'entrée R_i et C_i ;
- une résistance et une capacité de couplage entre l'entrée et la sortie R_L et C_L .

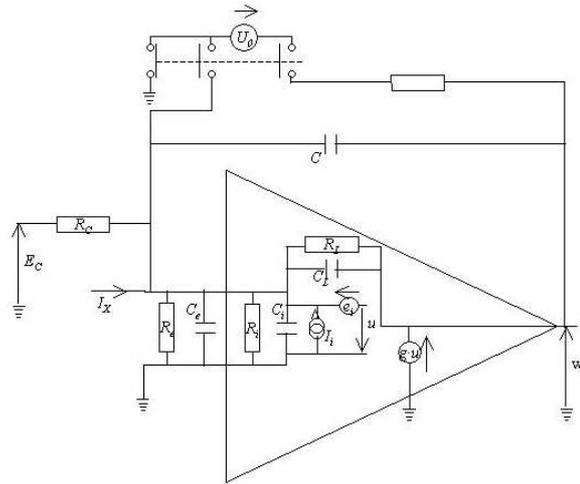


Fig. 10. – Schéma du montage amplificateur intégrateur en position d'intégration d'un courant inconnu I_X en tenant compte des caractéristiques de l'amplificateur opérationnel.

La capacité d'intégration est modélisée par un condensateur idéal de capacité C , ce qui revient à dire que l'on a localisé les capacités et résistances parasites liées à ce condensateur dans les autres parties du schéma (les câbles en particulier).

Le circuit de compensation du courant résiduel est modélisé par une source de tension idéale E_C mise en série avec une résistance idéale R_C .

Le circuit de mise en conditions initiales est modélisé par une source de tension idéale U_0 insérée dans une boucle de contre réaction de résistance nulle à l'instant $t=0$ et déconnectée instantanément au début de l'intégration du courant.

La source de courant inconnue est modélisée par un courant inconnu I_X constant dans le temps et dont la valeur ne dépend pas de la charge représentée par le montage.

Enfin, les câbles de mesure sont modélisés par une capacité et une résistance R_e et C_e localisées à l'entrée de l'amplificateur opérationnel réel.

L'ensemble de ce montage génère une tension w qui est mesurée à intervalles réguliers à la sortie de l'amplificateur opérationnel. La dérivée temporelle $\frac{\Delta w}{\Delta t}$ de cette tension s'exprime en fonction des différents éléments du montage comme :

$$\frac{\Delta w}{\Delta t} = -\frac{(I_0 + I_X)}{(C + \gamma)} \quad (1)$$

$$\times \left(1 + k_\omega - \frac{1}{2 \cdot \rho \times (I_0 + I_X)} \times \left(2 \times \frac{g_0 \cdot e_i}{1 + g_0} - w(t_1) - w(t_2) \right) \right)$$

avec :

I_0 courant résiduel résultant de toutes les composantes résiduelles (courant et tension) entrant en jeu dans le montage ;

γ capacité équivalente résultant de toutes les capacités de fuite et d'effets liés aux résistances de fuite et à la bande passante limitée de l'amplificateur opérationnel ;

ρ résistance équivalente résultant de toutes les résistances de fuite et d'effets non linéaires de l'amplificateur opérationnel ;

k_ω effets du second ordre liés à la bande passante limitée de l'amplificateur opérationnel ;

t_1 et t_2 instants entre lesquels on a calculé la dérivée de la tension de sortie du montage.

Le courant inconnu est proportionnel à la dérivée discrète de la tension de sortie du pont à un courant résiduel près (et réglable). La constante de proportionnalité correspond à la valeur de la capacité d'intégration corrigée des capacités de fuite, des effets de bande passante de l'amplificateur et des effets des résistances de fuite du pont.

Finalement, en considérant que le gain g_0 de l'amplificateur opérationnel est très grand devant 1 :

$$I_X = -(C + \gamma) \times \frac{\Delta w}{\Delta t} \times \frac{1}{1 + k_\omega - \frac{2 \cdot e_i - w(t_1) - w(t_2)}{2 \cdot \rho \times (I_0 + I_X)}} - I_0 \quad (2)$$

Les paramètres correctifs du montage restant à évaluer sont donc la résultante des capacités de fuite γ , la correction k_ω , la résultante des résistances de fuite ρ et la tension résiduelle d'entrée du pont e_i .

4.2. Mesure des caractéristiques

Ce paragraphe décrit les expériences de caractérisation qui ont été menées dans le but de déterminer les corrections à appliquer sur les mesures réalisées avec le pont d'intégration et les incertitudes associées qui s'en déduisent. Certaines de ces corrections sont liées à des éléments externes au pont (câbles, capacités et résistances parasites des composants externes) et sont estimées de manière conventionnelle en augmentant artificiellement les effets parasites ou en installant des montages de garde par exemple ; ces estimations ne seront pas plus détaillées dans cet article. En revanche, certaines corrections sont liées à des éléments internes au pont (amplificateur opérationnel, capacités internes...) et ne peuvent être déterminées qu'en configuration de mesure.

4.2.1. Capacités parasites des capacités internes

Les capacités parasites venant dévier le courant à mesurer des capacités internes proviennent de différentes sources. Inventorier toutes ces sources et mesurer toutes ces capacités est une tâche pour laquelle il est difficile d'être exhaustif. De plus, la connaissance exacte de cette résultante n'est pas suffisante pour calculer la correction à appliquer à la capacité d'intégration (nous avons vu au § 4.1 qu'il s'y ajoute des effets couplés aux résistances de fuite et à la bande passante de l'amplificateur opérationnel). L'objectif de la caractérisation est donc plutôt de mesurer l'effet qu'ont ces capacités parasites sur la mesure du courant, et d'en déduire le terme γ .

Il s'agit de réaliser deux mesures du même courant I avec les deux capacités internes à notre disposition. Lors de la première mesure (indiquée a), réalisée avec la capacité C_a de 1 pF, on peut écrire :

$$I = -(C_a + \gamma) \times \frac{\Delta w_a}{\Delta t_a} \times \frac{1}{1 + k_\omega - \frac{2 \cdot e_i - w_a(t_1) - w_a(t_2)}{2 \cdot \rho \times (I_0 + I_X)}} - I_0 \quad (3)$$

= $-(1 - k_\omega) \times (C_a + \gamma) \times \frac{\Delta w_a}{\Delta t_a} - I_0$, en négligeant le terme $\frac{2 \cdot e_i - w_a(t_1) - w_a(t_2)}{2 \cdot \rho \times (I_0 + I_X)} < 4 \cdot 10^{-3}$ compte tenu des valeurs :

- du courant mesuré (100 fA) ;
- de $w_a(t_i)$ (inférieures à 10 V) ;
- de e_i (0,22 mV, § 4.2.3) ;
- et de ρ (supérieures à $1,5 \cdot 10^{16} \Omega$, § 4.2.2).

Une équation similaire peut être obtenue lors de la deuxième mesure (indiquée b), réalisée avec la capacité C_b de 0,1 pF :

$$I = -(1 - k_\omega) \times (C_b + \gamma) \times \frac{\Delta w_b}{\Delta t_b} - I_0$$

En supposant que lors des deux étapes le facteur k_ω est négligeable (nous le vérifierons par la suite), et que le courant résiduel I_0 du montage est stable (ce que l'on vérifie par des mesures de résiduelle), on obtient l'égalité :

$$(C_a + \gamma) \times \frac{\Delta w_a}{\Delta t_a} = (C_b + \gamma) \times \frac{\Delta w_b}{\Delta t_b}, \text{ d'où :}$$

$$\gamma = \frac{C_a \times \frac{\Delta w_a}{\Delta t_a} - C_b \times \frac{\Delta w_b}{\Delta t_b}}{\frac{\Delta w_b}{\Delta t_b} - \frac{\Delta w_a}{\Delta t_a}} \quad (4)$$

Les mesures réalisées pour un courant I de l'ordre de 100 fA nous ont permis de déduire $\gamma = (1,99 \pm 0,16)$ fF soit une correction relative de 2 % sur la capacité d'intégration la plus faible (0,1 pF). C'est l'ordre de grandeur des incertitudes recherchées sur les plus faibles courants.

4.2.2. Résultante des résistances de fuite internes

Pour les mêmes raisons que dans § 4.2.1, c'est l'effet de la résultante des résistances de fuite qui sera mesuré lors de cette expérience. En examinant la mise en équation (§ 4.1) on a pu remarquer que la pente de la rampe de tension en sortie du montage variait en fonction de cette même tension de sortie à cause des résistances de fuite du montage. Ainsi, si l'on reprend l'équation (1) :

$$\frac{\Delta w}{\Delta t} = -\frac{(I_0 + I_X)}{(C + \gamma)} \times \left(1 + k_\omega - \frac{1}{2 \cdot \rho \times (I_0 + I_X)} \times \left(2 \times \frac{g_0 \cdot e_i}{1 + g_0} - w(t_1) - w(t_2) \right) \right) \approx -\frac{(I_0 + I_X)}{C + \gamma} \times (1 + k_\omega) + \frac{1}{C + \gamma} \times \frac{2 \cdot e_i - w(t_1) - w(t_2)}{2 \cdot \rho} \quad (5)$$

et que l'on considère une variation suffisamment lente de la tension de sortie pour pouvoir écrire $w(t_1) = w(t_2) = w(t)$

alors $\frac{\Delta w}{\Delta t} \approx \frac{dw}{dt}$ et la tension de sortie répond à l'équation différentielle (6) :

$$\frac{dw}{dt} = -\frac{(I_0 + I_X) \times (1 + k_\omega) - \frac{e_i}{\rho}}{C + \gamma} - \frac{w(t)}{\rho \times (C + \gamma)} \quad (6)$$

$$\Leftrightarrow I_1 = -(C + \gamma) \times \frac{dw}{dt} - \frac{w(t)}{\rho}, \text{ en posant}$$

$$I_1 = (I_0 + I_X) \times (1 + k_\omega) - \frac{e_i}{\rho}.$$

La solution de cette équation est de la forme :

$$w(t) = w_0 - \rho \cdot I_1 \times \left(1 - e^{-t/\rho \cdot (C + \gamma)} \right), \text{ où l'on trouve la}$$

constante de temps $T_2 = \rho \times (C + \gamma)$ dont l'effet devient significatif lors de mesures sur un temps très long (c'est-à-dire pour les courants les plus faibles). L'utilisation d'un algorithme d'ajustement de données non-linéaire sur la mesure de différents courants compris entre -2 fA et 2 fA nous a permis d'estimer la valeur de la constante de temps aux alentours de -2 000 s et de déduire une résistance de fuite équivalente ρ de -15 P Ω lors de la mesure de courants négatifs et -65 P Ω lorsque le courant mesuré est positif. Notons que la solution de l'équation différentielle (6) est la même quel que soit le signe de T_2 et que le signe négatif de la résultante des résistances de fuite peut être interprété comme un effet des non-linéarités de gain de l'amplificateur opérationnel ; ainsi, la dissymétrie de ce coefficient en fonction du signe du courant mesuré s'explique par la dissymétrie du montage, une résistance très faible étant connectée à l'entrée non-inverseuse de l'amplificateur, alors qu'une résistance a priori très grande est connectée à son entrée inverseuse.

4.2.3. Tension résiduelle d'entrée du pont

La détermination de la valeur de cette tension est importante à plus d'un titre. Tout d'abord elle a une influence sur la valeur du courant mesuré par l'intermédiaire des résistances de fuite du montage. De plus, cette tension est à prendre en compte lorsque la source de courant à mesurer n'est pas indépendante de la charge à laquelle elle est connectée ou lors de l'étalonnage de résistances de haute valeur. Le principe de la mesure de cette tension est illustré dans la figure 11.

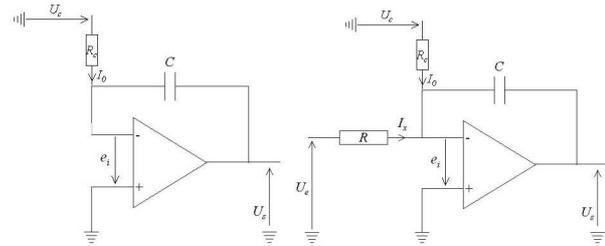


Fig. 11. – Schéma de principe de la mesure de la tension d'entrée du pont d'intégration ; à gauche : étape 1 ; à droite : étape 2.

La figure 11 représente un schéma simplifié du pont d'intégration dans lequel on a considéré un amplificateur opérationnel dont le seul défaut est sa tension résiduelle d'entrée e_i , le circuit de compensation dans lequel la tension U_c est appliquée à la résistance R_c de façon à générer le courant I_0 et une capacité d'intégration C . Le pont d'intégration génère une tension $w(t)$ variable dans le temps dont on mesure la dérivée $\frac{\Delta w}{\Delta t}$.

La mesure se déroule en deux étapes :

- Lors de la première étape, la tension de compensation du pont est réglée de façon à ce que le courant I_0 circulant dans la capacité d'intégration soit minimal alors qu'aucune source de courant n'est connectée sur le pont. Le courant mesuré vaut :

$$I_0 = \lambda \times \frac{\Delta w}{\Delta t} = \frac{U_c + e_i}{R_c}, \text{ le facteur } \lambda \text{ prenant en compte}$$

la valeur de la capacité d'intégration choisie et ses corrections.

- Lors de la deuxième étape, on ajoute une résistance R à l'entrée du pont et on lui applique une tension U_e . On appelle I_X le courant qui circule alors dans la résistance R . Le courant mesuré devient :

$$I_0 + I_X = \lambda \cdot \frac{\Delta w'}{\Delta t'} = \frac{U_c + e_i}{R_c} + \frac{U_e + e_i}{R}$$

Aucune modification de capacité ni de composants du pont n'a été réalisée entre les deux étapes, autrement dit, le facteur λ est resté constant tout au long des mesures. Ainsi, si la valeur du courant mesurée est la même lors des deux étapes, alors le courant ajouté I_X est nul. Le but de la deuxième étape est donc de régler la source de tension U_e de façon à mesurer le même courant que lors de la première étape. A l'équilibre, on aura $U_e = -e_i$.

L'utilisation d'une résistance de 10 GΩ et de la capacité d'intégration interne de 0,1 pF nous a permis de déterminer $e_i = (0,220\ 9 \pm 1 \cdot 10^{-3})$ mV.

4.2.4. Influence de la bande passante de l'amplificateur

L'objectif de cette caractérisation est de démontrer que la correction k_ω est très faible et donc que sa variation est négligeable lors de la caractérisation décrite en § 4.2.1. Cette expérience apporte un résultat corollaire qui nous permet d'estimer l'influence des capacités et résistances de fuite des composants externes au pont sur les mesures de courant. L'expérience réalisée utilise le principe décrit dans § 4.2.1 en modifiant le montage expérimental de façon à pouvoir utiliser quatre capacités d'intégration différentes : les deux capacités internes de 0,1 pF et 1 pF, et deux capacités externes de 0,1 pF et 10 pF. Le montage, présenté figure 12, relie les quatre capacités d'intégration à l'entrée du pont de telle façon que l'on peut considérer que les capacités et résistances parasites d'entrée ajoutées par cette modification sont les mêmes lors des quatre étapes de mesure. Ainsi, ce montage permet de comparer les résultats de la mesure d'un même courant I_X par quatre capacités d'intégration de 0,1 pF, 0,2 pF, 1,1 pF et 10,1 pF.

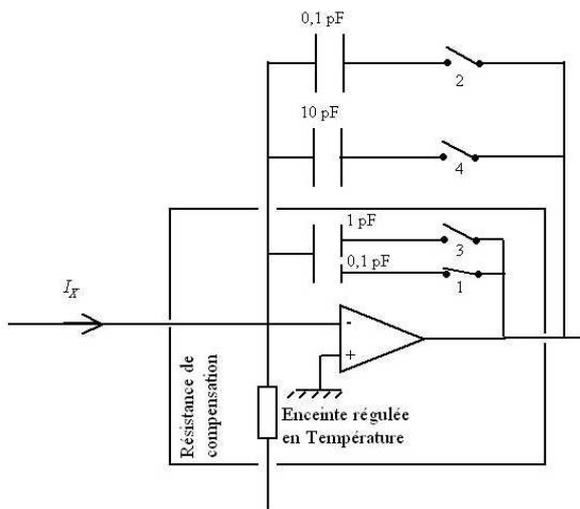


Fig. 12. – Montage réalisé pour étudier l'influence de la bande passante du circuit d'intégration sur la mesure de courant ; les quatre capacités d'intégration sont réalisées par la fermeture des interrupteurs 1, puis 1 et 2, puis 1 et 3, puis 1 et 4.

Ces quatre mesures différentes d'un même courant nous permettent d'étudier l'évolution $I(C)$ du courant mesuré par le pont d'intégration en fonction de la capacité d'intégration choisie et de tracer la fonction :

$$\begin{aligned} \frac{I(C) + I_0}{C} &= - \left(1 + \frac{\gamma}{C} \right) \times \frac{\Delta w}{\Delta t} \times \frac{1}{1 + k_\omega - \frac{2 \cdot e_i - w(t_1) - w(t_2)}{2 \cdot \rho \times (I_0 + I_X)}} \\ &= - \left(1 + \frac{\gamma}{C} - k_\omega \right) \times \frac{\Delta w}{\Delta t} \end{aligned} \quad (7)$$

en considérant, comme en § 4.2.1, que le terme $\frac{2 \cdot e_i - w(t_1) - w(t_2)}{2 \cdot \rho \times (I_0 + I_X)}$ est négligeable.

En fonction des éléments constitutifs du montage, la correction k_ω s'exprime comme :

$$k_\omega \approx \frac{1}{\rho \cdot 2 \cdot \pi \cdot f_0} \times \left(\frac{C_e + C_i + C_L}{C^2} + \frac{1}{C} \right).$$

Étant donné que les capacités choisies pour cette caractérisation sont toutes très faibles devant les capacités d'entrée du montage, on déduit une dépendance en $\frac{1}{C^2}$ de la correction k_ω . Les quatre points de mesure nous permettent donc de tracer une parabole en $\frac{1}{C}$, dont le

coefficient linéaire correspond à la correction liée aux capacités internes et externes du banc, et le coefficient quadratique nous permet d'estimer la correction liée à la limitation de la bande passante de l'amplificateur opérationnel (la correction estimée dans ce cas prend en compte l'effet des composants externes du banc et est donc une estimation par excès de la correction k_ω). La figure 13 montre la courbe de caractérisation obtenue lors de la mesure d'un courant de 100 fA avec les quatre capacités d'intégration.

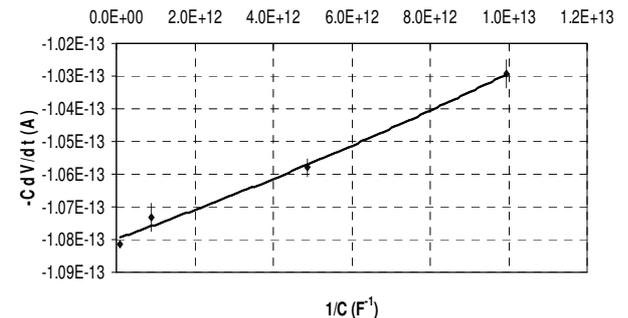


Fig. 13. – Parabole obtenue lors de la mesure d'un même courant d'environ 100 fA par quatre capacités différentes.

Le coefficient quadratique de cette parabole est très faible. Nous pouvons même considérer, étant données les incertitudes sur la mesure de chaque point, que ce coefficient est nul avec une incertitude de $1 \cdot 10^{-28}$. Donc, lors de la mesure décrite en § 4.2.1 la valeur de k_ω est inférieure à la correction $\frac{\gamma}{C}$ dans le pire des cas, ce qui justifie l'hypothèse du § 4.2.1. L'estimation de k_ω nous permet de plus d'accéder aux paramètres de gain et de bande passante de l'amplificateur et ainsi de déduire l'effet de capacités externes parasites quelconques (liées par exemple à une longueur définie de câbles de mesure).

4.2.5. Effets liés aux éléments externes au pont

Les mesures décrites en § 4.2.4 ont permis de déduire que le terme correctif k_ω était négligeable même si l'on utilisait des composants externes pour l'intégration de courant (et donc d'autant plus lors de l'utilisation des

capacités internes seules). Les mesures réalisées dans ce paragraphe montrent dans quelles conditions cette approximation reste vraie. Il s'est donc agi de recommencer les mesures réalisées en § 4.2.4 en ajoutant une capacité de fuite et une résistance de fuite connues en parallèle des capacités d'intégration du pont. Le choix pour ces mesures d'une impédance de fuite composée d'une capacité de 10 nF en parallèle avec une résistance de 100 MΩ conduit à un terme correctif k_{ω} qui reste inférieur à l'incertitude de mesure précédente (*i.e.* : $C^2 \cdot k_{\omega} = (0 \pm 1 \cdot 10^{-4}) \text{ pF}^2$), ce qui indique que l'on pourra négliger ce terme correctif dans la plupart des cas pratiques de mesure. Ces mesures nous permettent de plus de connaître la valeur de la correction γ dans trois cas différents, qui correspondent aux dispositifs de mesure des § 4.2.1, § 4.2.4 et § 4.2.5. L'expression de γ en fonction des éléments du pont s'écrit :

$$\gamma \approx C_L + \frac{C_e + C_i}{g_0} + \left(\frac{1}{R_C} + \frac{1}{R_i} + \frac{1}{R_L} + \frac{1}{R_e} \right) \times \frac{1}{2 \cdot \pi \cdot f_0}.$$

En notant que les seules différences entre les trois dispositifs de mesure sont les capacités et les résistances de fuite externes, il est aisé de déduire du système d'équations constitué par les trois résultats de mesure une estimation des deux caractéristiques de l'amplificateur opérationnel g_0 et f_0 . L'influence d'une capacité ou d'une résistance de fuite quelconque placée à l'entrée du banc (constituée par exemple par les câbles de mesure) sur la correction γ peut-être ainsi déduite. Cette influence est négligeable dans la plupart des mesures réalisées étant donné la valeur de g_0 et f_0 (respectivement $1,85 \cdot 10^6$ et 11 kHz).

L'ensemble des caractérisations présentées dans ce paragraphe ont permis de dresser un bilan d'incertitudes pour les mesures réalisées avec le pont. Ce bilan est présenté dans § 4.3.

4.3. Bilan d'incertitudes

Ce paragraphe se divise en trois sections, chacune correspondant à une configuration de mesure différente pour le pont : étalonnage de générateurs de courants, étalonnage de résistances et étalonnage de mesureurs de courants. De façon à pouvoir composer rapidement les différents termes figurant dans les paragraphes qui suivent, toutes les composantes d'incertitude ont été données avec un facteur d'élargissement $k = 1$. Les bilans finaux présentés constituent donc des incertitudes types.

4.3.1. Étalonnage de générateurs de courants

L'équation (2) est décomposée en plusieurs parties de façon à exprimer explicitement et de manière exhaustive toutes les corrections pouvant affecter la mesure I_X :

$$I_X = -(C + \gamma) \times \frac{\Delta w}{\Delta t} \times \frac{1}{1 + k_{\omega} - \frac{2 \cdot e_i - w(t_1) - w(t_2)}{2 \cdot \rho \cdot (I_0 + I_X)}} - I_0,$$

avec :

- $C = C_N + C_{\text{ét}} + C_d + C_f + C_T + C_H + C_P$, somme de la valeur nominale de la capacité et de ses corrections d'étalonnage, de dérive, de fréquence, de température, d'humidité et de pression ;
- $\gamma = \gamma_i + \gamma_e + \gamma_c$, somme des corrections liées aux capacités parasites internes, externes et des câbles de mesure ;
- $w = (k_e + k_d + k_R + k_{\text{éch}}) \times w_n + w_{\text{off}}$
 $= k_M \cdot w_n + w_{\text{off}}$, somme de la valeur lue de chaque tension corrigée des facteurs liés à l'étalonnage, la dérive, la résolution et l'échantillonnage et de la tension résiduelle du multimètre ;
- $\Delta t = T = T_n + T_e + T_d$, somme de la période nominale des prises de mesure et des corrections d'échantillonnage et de dérive de la base de temps ;
- $k_{\omega} = k_{\omega_i} + k_{\omega_e} + k_{\omega_c}$, somme des corrections liées aux capacités et résistances parasites internes, externes et des câbles de mesure ;
- $\rho = \rho_i + \rho_e + \rho_c$, somme des corrections liées aux capacités et résistances parasites internes, externes et des câbles de mesure ;
- $I_0 = I_{0m} + I_{0S} + I_{0T}$, somme du courant résiduel mesuré et de ses corrections de stabilité et de température.

Il convient d'ajouter à ces corrections un terme qui n'a pas été pris en compte dans la mise en équation et qui correspond au courant transitoire créé par la circulation dans le circuit de charges emmagasinées dans les différents relais de commutation lorsque le banc n'est pas en position d'intégration. Ces charges sont évacuées du circuit avec les mêmes constantes de temps que celles de la mesure du courant et créent une composante qui sera intégrée dans le courant résiduel mesuré I_{0m} et une composante rapidement décroissante que l'on appellera I_{00} et que l'on négligera.

En ré-écrivant l'équation (2) sous la forme :

$$(I_X + I_0) \times (1 + k_{\omega}) - \frac{2 \cdot e_i - w(t_1) + w(t_2)}{2 \cdot \rho} = -(C + \gamma) \times \frac{\Delta w}{\Delta t} \\ = -(C + \gamma) \times \frac{w(t_2) - w(t_1)}{T}$$

on déduit :

$$(I_X + I_0) \times (1 + k_{\omega}) = -\frac{C + \gamma}{T} \times (w(t_2) - w(t_1)) \\ - \frac{w(t_2) + w(t_1)}{2 \cdot \rho} + \frac{e_i}{\rho} \quad (8)$$

Soit, en considérant une correction k_{ω} très faible devant 1 et en négligeant les termes du second ordre,

$$I_X = \frac{C+\gamma}{T} \times (w(t_1) - w(t_2)) \times (1 - k_\omega) - \frac{w(t_1) + w(t_2)}{2 \cdot \rho} + \frac{e_i}{\rho} - I_0 \quad (9)$$

Finalement, en prenant en compte l'étalonnage du mesureur de tensions :

$$I_X = \frac{C+\gamma}{T} \times (1 - k_\omega) \times k_M \times (w_n(t_1) - w_n(t_2)) - \frac{w_n(t_1) + w_n(t_2)}{2 \cdot \rho} + \frac{e_i}{\rho} - I_0 \quad (10)$$

(on considère les valeurs lues des tensions et non les valeurs corrigées des facteurs d'étalonnage dans le terme correctif en $\frac{w(t)}{2 \cdot \rho}$).

La mesure du courant peut ainsi se décomposer comme la somme d'un terme principal proportionnel à la variation de la tension aux bornes de la capacité chargée par le courant à mesurer, de deux termes correctifs constants liés aux courants et tensions résiduels du circuit, et d'un terme correctif proportionnel à la tension aux bornes de la capacité (et non à sa variation). Autrement dit, un courant constant injecté dans le circuit verra sa mesure varier linéairement et proportionnellement à l'état de charge de la capacité.

4.3.1.1. Expression du courant moyen

La prise en compte de la valeur de la résistance équivalente de fuite dans le calcul permet de corriger cette variation. Néanmoins, cette valeur varie avec le circuit de mesure (et notamment les résistances à étalonner) ce qui induit une incertitude sur la mesure trop importante pour les objectifs souhaités lors des mesures les plus précises.

Une précaution supplémentaire permet de s'affranchir d'une bonne partie de ce terme correctif (et également de diminuer la dispersion des mesures) ; il s'agit de réaliser une série de mesures du courant pendant toute la durée de la charge de la capacité, et ce pour des tensions de sortie comprises entre la tension initiale et son opposé (si E_0 est la tension initiale mesurée à la sortie du circuit, la série de mesure prendra en compte tous les points pour lesquels la tension de sortie sera comprise entre $-E_0$ et E_0). Le courant moyen mesuré au cours de cette série pourra donc s'écrire :

$$\begin{aligned} \bar{I}_X &= \frac{1}{N} \times \sum_{E_0}^{-E_0} I_X(w) \\ &= \frac{1}{N} \times k_M \times \frac{C+\gamma}{T} \times (1 - k_\omega) \times \sum_{k=1}^N (w_n(t_k) - w_n(t_{k-1})) \\ &\quad - \frac{1}{2 \cdot \rho \cdot N} \times \sum_{k=1}^N (w_n(t_k) + w_n(t_{k-1})) + \frac{e_i}{\rho} - I_0, \end{aligned} \quad (11)$$

où le nombre N de mesures est déterminé par la valeur finale et la vitesse de variation de la tension de sortie du circuit.

Si on considérait toutes les valeurs mesurées dans ce calcul de moyenne, les corrélations entre deux points de mesure successifs s'ajouteraient directement pour aboutir au résultat :

$$\sum_{i=1}^N (w(t_i) - w(t_{i-1})) = w(t_N) - w(t_1).$$

Pour éviter ce problème, on ne garde qu'une mesure sur deux en choisissant, par exemple, les valeurs impaires de l'indice k dans les sommations.

En considérant un accroissement linéaire de la tension de sortie (ce qui est le cas en première approximation lors de la mesure d'un courant stable), on peut écrire : $w(t_i) = w(t_1) + i \cdot \Delta w$, avec Δw accroissement moyen de la tension de sortie entre deux instants de mesure. Sachant que notre mesure est limitée entre les tensions E_0 et $-E_0$ qui correspondent aux instants t_1 (début de la mesure) et t_N (fin de la mesure), on peut écrire :

$$\begin{aligned} w(t_1) &= E_0 \\ w(t_N) &= E_0 + N \cdot \Delta w \end{aligned}$$

et supposer $-E_0 \leq w(t_N) < -E_0 + \Delta w$, ce qui nous permet d'établir que :

$$E_0 \leq S < -E_0 + \Delta w \quad (12)$$

$$\text{avec } S = \sum_{k=1}^N w(t_k) + w(t_{k-1})$$

(on se place dans le cas où $E_0 < 0$ et $\Delta w > 0$ mais le raisonnement est valable plus généralement). En adaptant la capacité d'intégration et la période des prises de mesure de façon à réaliser des séries d'environ 100 mesures, on pourra considérer que $-E_0 + \Delta w \approx -E_0$ et donc que le terme correctif S suit une distribution aléatoire centrée sur 0 et de répartition équiprobable entre les limites E_0 et $-E_0$.

Au final, le courant moyen mesuré sur une série s'écrit :

$$\begin{aligned} \bar{I}_X &= k_M \times \frac{C+\gamma}{T} \times (1 - k_\omega) \times \frac{1}{N} \times \sum_{k=1}^N (w_n(t_k) - w_n(t_{k-1})) \\ &\quad + \frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S}{2 \cdot N} \right) - I_0 \end{aligned}$$

Et, en définissant la différence de tension moyenne entre deux points acquis sur la tension de sortie comme :

$$\overline{\Delta w_n} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{k=1}^N (w_n(t_k) - w_n(t_{k-1})), \text{ on obtient :}$$

$$\bar{I}_X = k_M \times \frac{C+\gamma}{T} \times (1 - k_\omega) \times \overline{\Delta w_n} + \frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S}{2 \cdot N} \right) - I_0. \quad (13)$$

4.3.1.2. Incertitude sur la mesure du courant moyen

L'incertitude sur la mesure du courant moyen, exprimé selon la relation (13), se décompose en 3 termes, en considérant que les termes de \bar{I}_X ne sont pas corrélés entre eux :

$$u_c^2(\bar{I}_X) = u_c^2 \left(k_M \times \frac{C + \gamma}{T} \times (1 - k_\omega) \times \overline{\Delta w_n} \right) + u_c^2 \left(\frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S}{2 \cdot N} \right) \right) + u_c^2(I_0) \quad (14)$$

Calcul du premier terme d'incertitude :

Ce terme se décompose comme suit :

$$\left(\frac{u_c \left(k_M \times \frac{C + \gamma}{T} \times (1 - k_\omega) \times \overline{\Delta w_n} \right)}{k_M \times \frac{C + \gamma}{T} \times (1 - k_\omega) \times \overline{\Delta w_n}} \right)^2 = \left(\frac{u_c(k_M)}{k_M} \right)^2 + \left(\frac{u_c(C + \gamma)}{C + \gamma} \right)^2 + \left(\frac{u_c(T)}{T} \right)^2 + \left(\frac{u_c(1 - k_\omega)}{1 - k_\omega} \right)^2 + \left(\frac{u_c(\overline{\Delta w_n})}{\overline{\Delta w_n}} \right)^2 \quad (15)$$

Il résulte de la combinaison de 5 causes d'incertitude :

– $\frac{u_c(k_M)}{k_M}$ est l'incertitude sur les mesures du multimètre. Elle est essentiellement liée à son étalonnage (en particulier à sa linéarité), et aux effets de l'échantillonnage. Cet effet a été estimé en mesurant une tension étalon très stable avec le multimètre en faisant varier le temps d'acquisition. On obtient : $k_M = 0,999\,998\,4 \pm 3,2 \cdot 10^{-6}$.

– $\frac{u_c(C + \gamma)}{C + \gamma}$ est l'incertitude sur la valeur de la capacité d'intégration. Elle est quant à elle dominée par les corrections liées aux capacités parasites pour les faibles valeurs de capacité, et par les effets de fréquence pour les capacités les plus fortes. Ces effets de fréquence ont été estimés à travers une étude bibliographique [2, 10, 11], mais leur importance sur le bilan d'incertitude justifie une étude supplémentaire menée actuellement au LNE. Finalement, la résultante des capacités d'intégration peut se résumer au tableau 4.

Tableau 4

Valeur et incertitude associée de la résultante de la capacité d'intégration et des capacités parasites : étalonnage d'une source de courant (câble de 20 cm).

Capacité d'intégration (pF)	Somme des corrections (pF)	Incertitude (relative à la valeur nominale)
0,1	+0,006 66	$1,5 \cdot 10^{-3}$
1	+0,011 54	$1,6 \cdot 10^{-4}$
10	+0,001 95	$1,9 \cdot 10^{-5}$
100	+0,002 0	$1,0 \cdot 10^{-5}$
1 000	+0,002	$1,0 \cdot 10^{-5}$

– $\frac{u_c(T)}{T}$ est l'incertitude sur la période de l'échantillonnage de la tension de sortie du pont. La performance des moyens de mesure des fréquences rend cette incertitude négligeable dans le bilan. Néanmoins, pour être complets, nous pouvons considérer $T = (1,000\,000\,0 \pm 8,5 \cdot 10^{-7})$ s.

– $\frac{u_c(1 - k_\omega)}{1 - k_\omega}$ est l'incertitude sur la correction liée à la

limitation de la bande passante de l'amplificateur opérationnel utilisé. Les mesures de caractérisation (§ 4.2.4) donnent $C^2 \cdot k_\omega = (0 \pm 1 \cdot 10^{-4})$ pF² ; on en déduit le tableau 5, en fonction de la capacité choisie pour la mesure :

Tableau 5

Facteur de correction de la limitation de bande passante du banc de mesure, et son incertitude pour différentes valeurs de la capacité d'intégration.

Capacité d'intégration (pF)	$1 - k_\omega$	Incertitude (relative à la valeur nominale)
0,1	1	$1,0 \cdot 10^{-2}$
1	1	$1,0 \cdot 10^{-4}$
10	1	$1,0 \cdot 10^{-6}$
100	1	$1,0 \cdot 10^{-8}$
1 000	1	$1,0 \cdot 10^{-10}$

– $\frac{u_c(\overline{\Delta w_n})}{\overline{\Delta w_n}}$ est l'incertitude sur la moyenne des

différences de tension mesurées pendant toute la série des mesures. Pour éviter les corrélations directes entre les différents points de mesure, on ne garde qu'un point sur deux lors du calcul des moyennes (voir plus haut). Dans ce cas, un test de bruit blanc [12] nous montre que les données Δw_n prises sur des séries de 100 points environ sont corrélées entre elles et ne nous permettent pas d'obtenir une valeur pour la dispersion de $\overline{\Delta w_n}$. Cette corrélation est due au non-linéarités dans l'intégration du courant liées aux résistances de fuite et ne s'annule complètement que si l'on regarde la distribution des moyennes $\overline{\Delta w_n}$ pour de nombreuses séries de mesures. La composante d'incertitude liée aux instabilités des mesures de tensions est donc indiscernable de la composante de stabilité du courant résiduel I_0 , c'est pourquoi nous considérerons, pour la simplicité du calcul, $u_c(\overline{\Delta w_n}) = 0$, et regrouperons toutes les instabilités dans la composante de stabilité du courant résiduel.

Calcul du deuxième terme d'incertitude :

$$u_c^2\left(\frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S}{2 \cdot N}\right)\right) = \left(e_i - \frac{S}{2 \cdot N}\right)^2 \times u_c^2\left(\frac{1}{\rho}\right) + \frac{\left(u_c^2(e_i) + \frac{u_c^2(S)}{4 \cdot N^2}\right)}{\rho^2} \quad (16)$$

Cette équation comporte trois composantes d'incertitude :

– $\frac{1}{\rho} = \frac{1}{\rho_i} + \frac{1}{\rho_e}$ est la somme de la résultante des conductances internes du banc de mesure, évaluée lors des mesures de caractérisation (§ 4.2.2, $\frac{1}{\rho_i} = (-6,5 \pm 1,2) \cdot 10^{-17}$ S lors de la mesure de courants

negatifs, $\frac{1}{\rho_i} = (-1,60 \pm 0,67) \cdot 10^{-17}$ S lors de la

mesure de courants positifs), et de la résultante des conductances externes au banc ; leurs influences sont divisées par le gain de l'amplificateur opérationnel,

ainsi : $\frac{1}{\rho_e} = \frac{1}{g_0 \cdot R_e}$, où R_e représente la résistance de

fuite globale liée aux éléments externes au banc (en particulier les câbles de mesure). Lors de la mesure d'un courant, l'impédance de sortie du générateur de courant à étalonner est a priori infinie, les fuites à prendre en compte dépendront donc des câbles de mesure qui présentent une résistance d'isolement qui vaut au minimum $10^{13} \Omega$. Dans ce cas, $\frac{1}{\rho_e} < 1,6 \cdot 10^{-19}$ S $\ll \frac{1}{\rho_i}$ et l'influence des câbles pourra être négligée.

– $e_i = (0,2209 \pm 1,0 \cdot 10^{-3})$ mV est la tension résiduelle d'entrée du banc, mesurée au § 4.2.3.

– S a déjà été défini en (12) et est compris entre E_0 et $-E_0$. La tension initiale maximale possible pour le banc de mesure est de $E_0 = 7,5$ V. En divisant cette limite maximale par $\sqrt{3}$, on obtient : $S = (0,0 \pm 4,3)$ V.

En considérant des séries de 100 mesures, on obtient :

$u_c\left(\frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S}{2 \cdot N}\right)\right) = 1,4$ aA lors de la mesure de

courants négatifs, et $u_c\left(\frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S}{2 \cdot N}\right)\right) = 0,34$ aA lors de la mesure de courants positifs.

Calcul du troisième terme d'incertitude :

$u_c(I_0)$ représente la résultante des incertitudes liées aux différentes instabilités et dérives du banc de mesure (ou du générateur de courant) ayant lieu pendant la mesure. Cette

résultante provient aussi bien des instabilités du courant à mesurer, que des instabilités pendant la mesure des tensions à la sortie du banc ($\overline{\Delta w_n}$). La stabilité et la dérive du banc ont été estimées en considérant un grand nombre de mesures d'un courant très stable, et en calculant l'écart type obtenu (un test du bruit blanc est également effectué pour estimer l'importance des corrélations entre deux séries de mesures). Les dérives constatées ont été considérées comme négligeables devant la dispersion des mesures pendant des durées allant jusqu'à 14 heures. Les incertitudes sont résumées dans le tableau 6 :

Tableau 6

Incertitude liée à l'instabilité du banc de mesure pour différentes capacités d'intégration ; les deux premières lignes correspondent à une seule série de mesures de la résiduelle du pont, les deux dernières ont été obtenues à partir de plusieurs séries de mesures avec une capacité interne et une capacité externe au pont.

Courant nominal (pA)	Capacité d'intégration (pF)	Incertitude (pA)
$2 \cdot 10^{-5}$	0,1 (1 000 s)	$1,5 \cdot 10^{-5}$
$2 \cdot 10^{-5}$	0,1	$5,0 \cdot 10^{-5}$
0,1	1	$7,0 \cdot 10^{-5}$
1	10	$1,0 \cdot 10^{-4}$

4.3.1.3. Incertitude sur plusieurs séries de mesure du courant moyen

Si le processus de mesure prend en compte plusieurs séries, le courant moyen mesuré s'exprime :

$$\overline{I_X} = k_M \times \frac{C + \gamma}{T} \times (1 - k_\omega) \times \frac{1}{M} \times \sum_{i=1}^M \frac{1}{N_i} \times \sum_{k_i=1}^{N_i} (w_n(t_{k_i}) - w_n(t_{k_i-1})) + \frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{1}{2 \cdot M} \times \sum_{i=1}^M \frac{S_i}{N_i} \right) - I_0 \quad (17)$$

L'incertitude sur cette mesure est calculée à partir de la relation (14) avec les modifications suivantes pour les trois composantes :

Calcul du premier terme d'incertitude :

$$u_c \left(\frac{1}{M} \times \sum_{i=1}^M \frac{1}{N_i} \times \sum_{k_i=1}^{N_i} (w_n(t_{k_i}) - w_n(t_{k_i-1})) \right)$$

Ce terme caractérise la stabilité des mesures de tension ; de la même façon que lors de la mesure sur une seule série de points, on estime cette composante avec la dispersion des données mesurées (elle est indiscernable de l'instabilité des autres courants résiduels).

Calcul du deuxième terme d'incertitude :

$$u_c \left(\frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{1}{2 \cdot M} \times \sum_{i=1}^M \frac{S_i}{N_i} \right) \right)$$

Cette composante dépend de la somme S_i des tensions mesurées en sortie du circuit de mesure pour chaque série de mesure. Afin de prendre en compte les temps de relaxation très longs du circuit entre deux séries de mesures, on considérera que les sommes S_i sont complètement corrélées d'une série à l'autre, et on en déduira :

$$u_c \left(\frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{1}{2 \cdot M} \times \sum_{i=1}^{N_i} \frac{S_i}{N_i} \right) \right) = u_c \left(\frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S}{N} \right) \right) = 1,4 \text{ aA ou } 0,34 \text{ aA,}$$

selon le signe du courant mesuré.

Calcul du troisième terme d'incertitude :

$u_c(I_0)$ est la résultante de toutes les composantes d'instabilité du circuit. Elle correspond à l'écart type sur la valeur moyenne des courants mesurés, sous réserve de données non corrélées (les mesures de validation ont montré que c'était le cas sous réserve de l'élimination des dérives thermiques et de traînage dans les résistances de plus fortes valeurs). Elle est calculée à chaque série de mesures.

Finalement, si on ne tient pas compte de l'instabilité du générateur de courant à étalonner, le bilan d'incertitudes se résume dans le tableau 1 du § 3.2.

L'influence relative de chaque composante d'incertitude dans le bilan final, en fonction du courant, est présentée dans la figure 14.

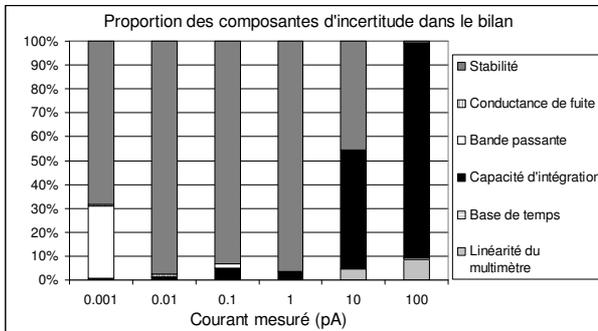


Fig. 14. – Proportion des différentes composantes d'incertitude citées dans le texte dans l'incertitude globale du circuit, en fonction du courant mesuré.

Le graphique (fig. 14) nous permet de déduire que l'influence de certains paramètres (comme l'exactitude de la base de temps) est négligeable. En revanche, certains membres de l'équation, qui pouvaient paraître secondaires à première vue, ont un impact non négligeable sur l'incertitude finale : c'est le cas de la correction de la bande passante de l'amplificateur (qui ne concerne que les mesures mettant en jeu la capacité de 0,1 pF), et de l'incertitude sur la dépendance en fréquence des capacités (prédominante lors des mesures des plus forts courants). Cette dernière sera d'ailleurs étudiée plus en détail et permettra d'améliorer notre connaissance des courants mesurés dans une gamme de courants très utilisée (en particulier en radiothérapie).

4.3.2. Étalonnage de résistances

Le pont d'intégration est avant tout un mesureur de courants. Néanmoins, il est aisé de l'utiliser comme décrit dans § 3.3 pour étalonner des résistances. Cette utilisation revient à fabriquer une source de très faibles courants à l'aide d'une source de tension étalon générant une tension aux bornes de la résistance R_X à étalonner. L'équation de l'étalonnage s'écrit (en tenant compte de la tension résiduelle d'entrée du pont d'intégration) :

$$R_X = \frac{U_e + e_i}{I_X}, \text{ où } I_X \text{ représente le courant mesuré sur le}$$

pont d'intégration, en suivant la convention de signes du

§ 4.1. Donc, $\frac{u_c^2(R_X)}{R_X^2} = \frac{u_c^2(I_X)}{I_X^2} + \frac{u_c^2(U_e) + u_c^2(e_i)}{U_e^2}$ (on a

négligé la tension résiduelle au dénominateur du deuxième terme ainsi que les corrélations). Il est ainsi aisé de déduire l'incertitude de mesure d'une résistance à partir de l'incertitude de mesure du courant généré dans cette résistance. Il suffit d'y ajouter l'incertitude sur la tension générée qui est essentiellement liée à l'étalonnage du générateur de tension et peut se résumer dans le tableau 7.

Tableau 7

Incertitude sur la tension appliquée à la résistance pour des valeurs de tension couramment utilisées. On ne prend pas en compte l'instabilité du générateur dans ce bilan.

Tension nominale (V)	Incetitude absolue (V)	Incetitude relative
1 000	$1,4 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$
500	$6,8 \cdot 10^{-4}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$
100	$1,4 \cdot 10^{-4}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$
50	$6,7 \cdot 10^{-5}$	$1,3 \cdot 10^{-6}$
10	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$

L'incertitude relative sur la tension générée peut ainsi se majorer par une seule valeur : $\frac{u_c(U_e + e_i)}{U_e} = 1,4 \cdot 10^{-6}$,

et l'incertitude d'étalonnage des résistances se résumer dans le tableau 2, en considérant la valeur nominale de la résistance à mesurer comme résistance de sortie de la source de courant.

4.3.3. Étalonnage de mesureurs

Le dispositif décrit dans § 3.4 a mis en œuvre le banc d'intégration dans sa configuration de mesure de courant, à quelques différences près dont l'influence sur le bilan d'incertitudes est donnée dans ce paragraphe. Le bilan décrit ici est celui du dispositif utilisé pour la comparaison interlaboratoire dont les résultats sont autant de données de validation pour le banc d'intégration.

Ces mesures ont eu lieu à la température ambiante de 23 °C. A cette température, l'étalonnage des capacités d'intégration a donné les résultats du tableau 8.

Tableau 8

Correction d'étalonnage et incertitude relative à la valeur nominale des capacités utilisées sur le pont d'intégration (étalonnages réalisés à 23 °C).

Valeur nominale (pF)	Correction d'étalonnage (pF)	Incertitude relative d'étalonnage
0,1	+0,004 66	$4 \cdot 10^{-4}$
1	+0,009 54	$5 \cdot 10^{-5}$
10	$+8,3 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-6}$
100	+0,000 68	$5 \cdot 10^{-6}$
1 000	+0,008 3	$5 \cdot 10^{-6}$

Les capacités parasites internes du banc sont les mêmes à 20 °C et 23 °C (puisque le dispositif est réglé en température). Néanmoins, lors des mesures de validation, une source de courant constituée d'une résistance de valeur nominale 100 GΩ et d'une source de tension était connectée au banc de mesure. On a donc considéré une résistance parasite d'entrée de 100 GΩ sur le banc pour une résultante des capacités parasites externes de $\gamma_e = (9,0 \cdot 10^{-4} \pm 4,9 \cdot 10^{-4})$ pF. De plus, le dispositif utilisé avait une longueur globale de câbles de 2 m, on en a déduit $\gamma_c = (5,4 \cdot 10^{-5} \pm 1,8 \cdot 10^{-5})$ pF.

Ainsi, la résultante de la capacité d'intégration et des différentes capacités parasites mis en œuvre lors de ces mesures peut être résumée par le tableau 9 :

Tableau 9

Valeur et incertitude associée de la résultante de la capacité d'intégration et des capacités parasites.

Capacité d'intégration (pF)	Somme des corrections (pF)	Incertitude (relative à la valeur nominale)
0,1	+0,007 61	$4,8 \cdot 10^{-3}$
1	+0,012 49	$5,1 \cdot 10^{-4}$
10	+0,003 03	$5,3 \cdot 10^{-5}$
100	+0,003 6	$1,2 \cdot 10^{-5}$
1 000	+0,011	$1,1 \cdot 10^{-5}$

Les facteurs correctifs liés au multimètre et à la limitation de bande passante de l'amplificateur restant inchangés, il ne reste qu'à considérer la conductance non nulle de la source de courant dans le calcul de la résistance de fuite externe au banc. Ainsi, la résistance de fuite liée à cette source, à l'entrée du banc peut être obtenue en court-circuitant la source de tension et en mesurant la résistance équivalente à l'entrée du banc. Cette mesure a été réalisée à l'aide d'un pont commercial : $R_e = (100,8 \pm 0,1)$ GΩ, ce qui nous permet de déduire : $\frac{1}{\rho_e} = (5,4 \pm 1,8) \cdot 10^{-18}$ S.

Ainsi, $\frac{1}{\rho} = (-6,0 \pm 1,2) \cdot 10^{-17}$ S lorsque les courant

mesurés étaient négatifs, et $\frac{1}{\rho} = (-1,06 \pm 0,69) \cdot 10^{-17}$ S pour les courants positifs.

En considérant des séries de 100 mesures, on obtient :

$u_c \left(\frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S}{2 \cdot N} \right) \right) = 1,3$ aA lors de la mesure de

courants négatifs, et $u_c \left(\frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S}{2 \cdot N} \right) \right) = 0,23$ aA lors de la mesure de courants positifs.

Donc, si on ne prend pas en compte les instabilités et dérivées éventuelles de la source de courant et du banc d'intégration, on aboutit aux résultats du tableau 10.

Tableau 10

Bilan d'incertitude de la mesure d'un courant obtenu avec la source créée pour la comparaison interlaboratoire EUROMET EM-S24 ; les incertitudes liées à la stabilité et la dérive du dispositif de mesure n'ont pas été prises en compte.

Courant nominal (pA)	Capacité d'intégration (pF)	Incertitude (relative à la valeur nominale)
0,001	0,1	$1,1 \cdot 10^{-2}$
0,01	1	$5,3 \cdot 10^{-4}$
0,1	1	$5,2 \cdot 10^{-4}$
1	10	$5,3 \cdot 10^{-5}$
10	100	$1,2 \cdot 10^{-5}$
100	1 000	$1,1 \cdot 10^{-5}$

Lors des mesures de validation, plusieurs séries de mesures ont été réalisées pour chaque étalonnage demandé, de façon à prendre en compte l'instabilité liée à la source de courant connectée au banc dans le bilan. Lors de certains de ces étalonnages, une seule mesure seulement a pu être prise. Néanmoins, l'étude de la dispersion des mesures obtenues lors des autres étalonnages a montré un écart-type indépendant du niveau de courant mesuré, et donc caractéristique de la source utilisée. C'est cet écart-type qui a été pris comme composante d'incertitude dans ces cas précis :

$$u_c(I_0) = 0,16 \cdot 10^{-3} \text{ pA.}$$

Pour estimer la dérive du dispositif, nous avons mesuré la résiduelle du banc avant et après la mesure.

Dans ce cas, nous pouvons considérer un cycle de mesures en trois étapes de la forme : Résiduelle (I_{01}), Étalonnage (I_X), Résiduelle (I_{02}) et le mesurande

$$M = I_X - \frac{I_{01} + I_{02}}{2}, \text{ avec } I_X, I_{01} \text{ et } I_{02} \text{ trois mesures dont}$$

le bilan d'incertitudes a été résumé dans le tableau 10. En redéveloppant l'équation correspondant à une mesure unique de courant, on peut écrire :

$$M = k_M \times \frac{C_X + \gamma}{T} \times (1 - k_{\omega X}) \times \overline{\Delta w_{nX}} + \frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S_X}{2 \cdot N_X} \right) + I_{0X}$$

$$- \frac{1}{2} \left(k_M \times \frac{C_1 + \gamma}{T} \times (1 - k_{\omega 1}) \times \overline{\Delta w_{n1}} + \frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S_1}{2 \cdot N_1} \right) + I_{01} \right)$$

$$- \frac{1}{2} \left(k_M \times \frac{C_2 + \gamma}{T} \times (1 - k_{\omega 2}) \times \overline{\Delta w_{n2}} + \frac{1}{\rho} \times \left(e_i - \frac{S_2}{2 \cdot N_2} \right) + I_{02} \right) \quad (18)$$

où les termes mesurés et correctifs correspondant à chaque étape de la mesure portent l'indice 1, X et 2 respectivement. Etant donné les conditions de mesure des deux courants, et les conditions d'étalonnage des différentes capacités d'intégration, il est raisonnable de considérer les trois mesures comme partiellement corrélées. On considérera donc les deux cas extrêmes : « mesures complètement décorréelées » et « mesures complètement corrélées », et on prendra pour incertitude la plus grande des deux valeurs :

$$u_c^2(M) = u_c^2(I_X) + \frac{1}{4} \times (u_c^2(I_{01}) + u_c^2(I_{02})) + \frac{(I_{02} - I_{01})^2}{12}$$

$$\text{ou } u_c(M) = u_c(I_X) + \frac{u_c(I_{01}) + u_c(I_{02})}{2} + \sqrt{\frac{(I_{02} - I_{01})^2}{12}}$$

Pour aboutir à cette équation, nous avons ajouté le dernier terme de façon à prendre en compte une éventuelle erreur dans l'estimation de la dérive linéaire du courant résiduel. Dans le cas où l'une des deux mesures de résiduelle n'a pas pu être réalisée, une extrapolation de sa valeur a été réalisée à partir des données obtenues sur la source de courant par les autres étalonnages : l'ensemble des données de dérive de la source a été rassemblé et conduit à une distribution répartie autour d'une dérive nulle (dépendant de l'évolution positive ou négative de la température entre les deux mesures), pour une dérive maximale de $D_0 = 0,3$ fA. On considérera donc dans ce cas une dérive nulle entre les deux mesures, ce qui nous donnera le mesurande $M = I_X - I_0$, pour une incertitude

$$u_c^2(M) = u_c^2(I_X) + u_c^2(I_0) + \frac{D_0^2}{3}$$

$$\text{ou } u_c(M) = u_c(I_X) + u_c(I_0) + \frac{D_0}{\sqrt{3}}$$

Tous les termes entrant dans cette équation ont déjà été évalués et permettent d'aboutir aux incertitudes du tableau 3 (§ 3.4).

5. Conclusion et perspectives

La réalisation et la caractérisation d'un nouveau pont d'intégration nous a amené à l'établissement d'un bilan d'incertitudes de meilleur niveau que les possibilités actuelles du laboratoire [13]. L'étude de ce bilan nous montre que la composante la plus importante de l'incertitude finale est liée à la connaissance limitée du comportement des capacités d'intégration aux fréquences où elles sont utilisées. Cette constatation est d'autant plus vraie que le courant mesuré est important, c'est-à-dire que

l'influence du bruit résiduel diminue et que la valeur de la capacité d'intégration augmente. Ainsi, lorsque la capacité d'intégration de 1 000 pF est utilisée, le courant à mesurer, de l'ordre de 100 pA peut-être étalonné par d'autres méthodes que par une intégration de courant. Nous pouvons alors imaginer étalonner cette capacité d'intégration à partir du courant mesuré. Une méthode de remontée pourrait alors être mise en place pour étalonner les capacités de plus faibles valeurs dans les conditions d'intégration de courant. L'étude d'un étalonnage de ce type est actuellement en cours au LNE. Elle pourrait déboucher sur une réduction de l'incertitude de mesure des très faibles courants de l'ordre quelques parties par million, incertitude nécessaire pour pouvoir se raccorder aux futurs étalons fondamentaux.

Références

- [1] MORTARA A., "Accurate sub-picoampere source used to calibrate electrometers", *13^e Congrès International de Métrologie*, Lille, France, juin 2007.
- [2] RIETVELD G. et VAN DEN BROM H.E., "Measurement and generation of (sub-)pA currents with ppm uncertainty", *13^e Congrès International de Métrologie*, Lille, France, juin 2007.
- [3] WILLENBERG G.-D., TAUSCHER N. et WARNECKE P., "A traceable precision current source for currents between 100 aA and 10 pA", *IEEE Trans. Instr. Meas.*, **52**, 2003, 436-439.
- [4] FELTIN N., *et al.*, « Un nouvel outil pour la métrologie électrique : le dispositif à un électron », *Revue française de métrologie*, **2**, 2005, 11-34.
- [5] DAIRE A., "Counting electrons: how to measure currents in the attoampere range", septembre 2005, 1-3, <http://www.keithley.com/nano/resources/index.html>.
- [6] DOUYSSET G., GOURIOU J. et DELAUNAY F., « Métrologie de la dose pour la curiethérapie à haut débit de dose : de l'établissement de la référence nationale au transfert aux utilisateurs », *Revue française de métrologie*, **10**, 2007, 3-10.
- [7] KNOSP R. et HANAUER J.-P., « Perfectionnements dans la mesure des résistances de hautes valeurs », *Revue générale d'électricité*, **76**, 1967, 1377-1395.
- [8] KNOSP R., SOUCEK R. et TRAPON G., "Analysis of factors affecting the accuracy in the measurement of very high resistances by the integrating method", *Actes du congrès CPEM 84*, Delft, Pays-Bas, 20-24 août 1984, 235-236.
- [9] EUROMET.EM-S24, "Comparison of ultra-low DC current sources », 2005-2007, disponible sur le site internet du BIPM <http://kcdb.bipm.org/>.
- [10] INGLIS B.D., "Frequency dependence of electrode surface effects in parallel-plate capacitors", *IEEE Trans. Instr. Meas.*, **24**, 1975, 133-151.
- [11] CALLEGARO L. *et al.*, "Techniques for traceable measurements of small currents", *IEEE Trans. Instr. Meas.*, **56**, 2007, 295-299.
- [12] ALLAN D.W., "Should the classical variance be used as a basic measure in standards metrology ?", *IEEE Trans. Instr. Meas.*, **IM-36**, 1987, 646-654.
- [13] "The BIPM Key Comparison Database", disponible sur le site internet du BIPM <http://kcdb.bipm.org/>.

ANNEXE : Mise en équation complète

Cette annexe présente en détail le calcul dont les résultats sont utilisés dans la partie 4 de l'article. Elle se réfère essentiellement au paragraphe « *Theoretical analysis* » de Knosp *et al.* [8]. Néanmoins, la majorité du calcul est reprise pour que l'article soit complet et de façon à prendre en compte les modifications liées à la structure du pont d'intégration développé et au calcul correspondant à la mesure d'un courant inconnu.

En repartant du schéma de la figure 10 et des notations du § 4.1, cette annexe a pour objectif de démontrer l'équation (1).

La mise en équation commence juste avant que l'utilisateur ne bascule le pont de sa position de contre-réaction à sa position d'intégration de courant. Dans ce cas, le schéma de la figure 10 devient celui de la figure A1.

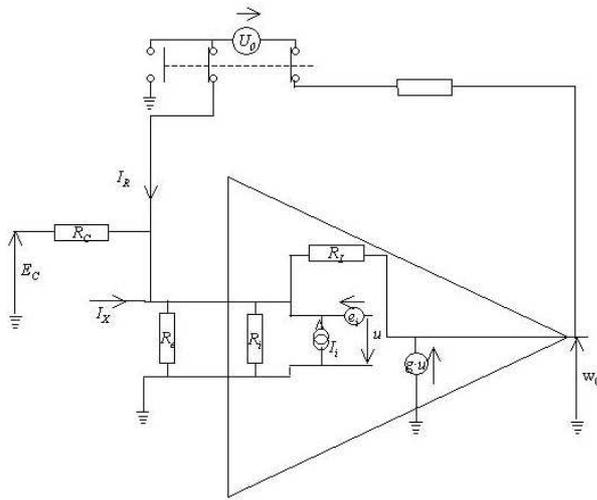


Fig. A1. – Schéma équivalent du pont d'intégration en position de contre-réaction et en régime permanent.

On a supprimé dans le schéma de la figure 10 toutes les grandeurs variables dans le temps et toutes les capacités, puisque l'on s'intéresse au régime permanent.

Aux notations du § 4.1 de l'article, il convient d'ajouter la résistance $R=0$ de la branche de contre-réaction, et le courant I_R qui circule dans cette branche.

La loi des nœuds, écrite au niveau de l'entrée de l'amplificateur opérationnel, donne :

$$I_X + \frac{E_C - e_i + u_0}{R_C} + I_{R0} + \frac{w_0 - e_i + u_0}{R_L} + \frac{u_0 - e_i}{R_i} + \frac{u_0 - e_i}{R_e} + I_i = 0 \quad (A1)$$

où on a mis des indices 0 supplémentaires aux variables dont la valeur varie entre la phase de conditions initiales et la phase d'intégration. On considère de plus d'éventuels effets non linéaires du comportement de l'amplificateur opérationnel sous la forme d'une conductance de fuite

résiduelle : $I_i = I_{i0} - w \cdot G_{NL}$. On peut ainsi réécrire l'équation (A1) sous la forme :

$$I_X + \frac{E_{C0}}{R_C} + I_{R0} + I_{i0} + \frac{w_0}{R_L} - w_0 \cdot G_{NL} + (u_0 - e_i) \times \left(\frac{1}{R_L} + \frac{1}{R_e} + \frac{1}{R_i} + \frac{1}{R_C} \right) = 0$$

En posant $\frac{1}{R_1} = \frac{1}{R_C} + \frac{1}{R_e} + \frac{1}{R_i} + \frac{1}{R_L}$ et en tenant compte du gain de l'amplificateur opérationnel et de la boucle de contre-réaction, on peut de plus déduire : $w_0 = g_0 \cdot u_0 = U_0 + e_i - u_0$, d'où l'on déduit :

$$w_0 = \frac{U_0 + e_i}{1 + g_0} \times g_0$$

(on peut noter ici l'utilisation de la valeur du gain de l'amplificateur opérationnel à fréquence nulle, g_0).

En posant $E_0 = \frac{U_0 \cdot g_0}{1 + g_0}$, on obtient :

$$w_0 = \frac{e_i \cdot g_0}{1 + g_0} + E_0$$

Avec ces notations, en remplaçant u_0 et w_0 par leur expression en fonction de e_i et E_0 , on obtient :

$$I_X + \frac{E_{C0}}{R_C} + I_{R0} + I_{i0} + E_0 \times \left(\frac{1}{g_0 \cdot R_1} + \frac{1}{R_L} - G_{NL} \right) + \frac{e_i \cdot g_0}{1 + g_0} \times \left(\frac{1}{R_L} - \frac{1}{R_1} - G_{NL} \right) = 0$$

On peut identifier dans cette équation une résistance de fuite équivalente :

$$\frac{1}{R_2} = \frac{1}{R_1} + \frac{g_0}{R_L} - g_0 \cdot G_{NL}$$

et un courant résiduel résultant de tous les courants de fuite circulant dans le montage :

$$I'_0 = I_{i0} - \frac{e_i \cdot g_0}{1 + g_0} \times \left(\frac{1}{R_C} + \frac{1}{R_e} + \frac{1}{R_i} + G_{NL} \right) + \frac{E_0}{g_0 \cdot R_2} + \frac{E_{C0}}{R_C}$$

ce qui nous permet de simplifier l'équation (A1) sous la forme :

$$I_X + I'_0 + I_{R0} = 0 \quad (A2)$$

L'équation du montage pendant les rampes d'intégration de courant s'obtient en notation de Laplace en considérant que le courant I_R qui circule dans la boucle de contre-réaction du circuit est la superposition du courant $I_{R0} = -(I_X + I'_0)$ circulant en régime permanent pendant les phases de condition initiale et d'un échelon

$\tilde{I}_R(t)$ d'amplitude $(I_X + I'_0)$ qui s'ajoute au régime permanent au début de chaque phase d'intégration. On peut remarquer ici que le résultat de cette superposition correspond bien au courant circulant dans la boucle de contre réaction, puisqu'il résout l'équation (A2) en régime permanent et qu'il s'annule pendant les phases d'intégration de courant.

Ainsi, en reprenant le schéma de la figure 10, en éteignant toutes les sources de courant et de tension continues de façon à ne considérer que les phénomènes transitoires on obtient le schéma de la figure A2.

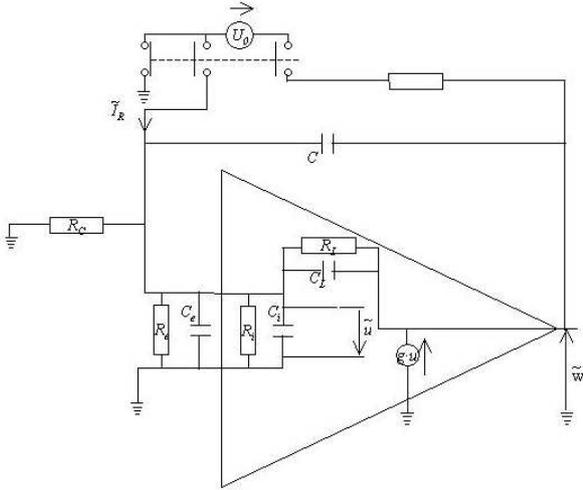


Fig. A2. – Schéma équivalent du pont d'intégration en position d'intégration de courant et en régime transitoire.

On a ajouté le signe tilde (\sim) au dessus des tensions et courants entrant en jeu dans cette étape de façon à préciser que l'on ne s'intéressait qu'au régime transitoire, et on a considéré que les tensions et courants résiduels d'entrée de l'amplificateur opérationnel n'étaient que des grandeurs constantes dans le temps. Ainsi, en réécrivant la loi des nœuds à l'entrée de l'amplificateur opérationnel, on obtient en notation de Laplace :

$$\frac{\tilde{u}}{R_C} + \tilde{I}_R - \tilde{w} \cdot G_{NL} + \tilde{u} \times \left(\frac{1}{R_e} + \frac{1}{R_i} + (C_e + C_i) \times p \right) + (\tilde{w} + \tilde{u}) \times \left(\frac{1}{R_L} + C_L + C \right) = 0$$

(on a utilisé la notation p pour désigner la variable de Laplace).

De la même façon qu'en régime permanent, on peut utiliser le gain de l'amplificateur opérationnel (qui s'exprime par $\frac{1}{g} = \frac{1}{g_0} + \frac{p}{2\pi \cdot f_0}$ en notation de Laplace) pour déduire :

$$\tilde{I}_R + \tilde{w} \times \left[\frac{1}{g} \times \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_L} - G_{NL} + \frac{1}{g} \times (C + C_L + C_e + C_i) \times p + (C + C_L) \times p \right] = 0$$

On utilise des notations semblables à celles du régime permanent pour définir $C_1 = C + C_L + C_e + C_i$ capacité équivalente à la mise en parallèle de toutes les capacités du montage, et $C_2 = C_1 + g_0 \times (C + C_L)$, ce qui nous permet d'obtenir :

$$\tilde{I}_R = -\tilde{w} \times \left[\frac{1}{g_0 \cdot R_2} + \frac{p}{2 \cdot \pi \cdot f_0 \cdot R_1} + \frac{1}{g_0} \times C_2 \times p + \frac{p^2}{2 \cdot \pi \cdot f_0} \cdot C_1 \right] \quad (A3)$$

La transformée de Laplace du signal échelon de courant $\tilde{I}_R(t)$ nous permet de déduire la transformée de Laplace du signal de sortie du pont d'intégration sous la forme :

$$\tilde{w}(p) = -\frac{1}{p} \times \frac{(I_X + I'_0)}{\frac{C_1}{2 \cdot \pi \cdot f_0} \times \left(p + \frac{1}{T_1} \right) \times \left(p + \frac{1}{T_2} \right)} \quad (A4)$$

où l'on a défini les deux constantes de temps T_1 et T_2 à partir des racines $p_1 = -\frac{1}{T_1}$ et $p_2 = -\frac{1}{T_2}$ de l'équation du second degré :

$$\frac{1}{g_0 \cdot R_2} + \frac{p}{2 \cdot \pi \cdot f_0 \cdot R_1} + \frac{1}{g_0} \times C_2 \times p + \frac{p^2}{2 \cdot \pi \cdot f_0} \times C = 0.$$

Compte tenu des ordres de grandeur des différents éléments du circuit (en particulier de l'importance du gain de l'amplificateur opérationnel), on peut approcher l'expression de ces deux constantes de temps par :

$$\frac{1}{T_1} \approx \left(\frac{C_2}{g_0} + \frac{1}{R_1 \cdot 2 \cdot \pi \cdot f_0} \right) \times \frac{2 \cdot \pi \cdot f_0}{C_1}$$

$$\frac{1}{T_2} \approx \frac{1}{g_0 \times R_2 \times \left(\frac{C_2}{g_0} + \frac{1}{R_1 \cdot 2 \cdot \pi \cdot f_0} \right)}$$

$$\text{et en déduire : } \frac{T_1}{T_2} \ll 1 \text{ et } \frac{1}{T_2} \ll 1.$$

Le facteur $\left(\frac{C_2}{g_0} + \frac{1}{R_1 \cdot 2 \cdot \pi \cdot f_0} \right)$ intervient dans les

deux constantes de temps et si l'on détaille son expression, il est équivalent à la capacité d'intégration du pont corrigée des effets de fuite capacitive et des effets liés à la bande passante limitée de l'amplificateur opérationnel. On posera donc par la suite,

$$\left(\frac{C_2}{g_0} + \frac{1}{R_1 \cdot 2 \cdot \pi \cdot f_0} \right) = C + \gamma.$$

Cette expression nous permet de définir la correction γ telle qu'elle est donnée dans § 4.1.

La transformée de Laplace inverse de la solution de l'équation (A4) nous donne la tension de sortie du pont d'intégration en réponse à un échelon transitoire. Elle est de la forme :

$$\tilde{w}(t) = -\frac{f_0 \times (T_1 \times T_2)^2}{C_1 \times (T_1 - T_2)} \times (I'_0 + I_X) \times \left(\frac{1}{T_2} \times \left(1 - e^{-\frac{t}{T_1}} \right) - \frac{1}{T_1} \times \left(1 - e^{-\frac{t}{T_2}} \right) \right)$$

En y ajoutant la tension de sortie du pont en régime permanent par application du principe de superposition, on obtient :

$$w(t) = E_0 + \frac{g_0 \times e_i}{1 + g_0} - \frac{f_0 \times (T_1 \cdot T_2)^2}{C_1 \times (T_1 - T_2)} \times (I'_0 + I_X) \times \left(\frac{1}{T_2} \times \left(1 - e^{-\frac{t}{T_1}} \right) - \frac{1}{T_1} \times \left(1 - e^{-\frac{t}{T_2}} \right) \right) \quad (A5)$$

En considérant des intervalles de mesure tels que $t_{min} \gg T_1$ et $t_{max} \ll T_2$, on peut simplifier l'équation (A5) en :

$$w(t) = E_0 + \frac{g_0 \cdot e_i}{1 + g_0} - \frac{1}{(C + \gamma)} \times \frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \times (I'_0 + I_X) \times \left(1 - \frac{t}{T_1} + \frac{t^2}{2 \cdot T_1 \cdot T_2} \right) \quad (A6)$$

(On a supposé que la première exponentielle avait atteint sa valeur asymptotique et on a effectué un développement limité au deuxième ordre de la deuxième exponentielle).

Le calcul de la dérivée de la tension de sortie est réalisé de façon discrète à partir de deux points de mesures réalisées à deux instants t_1 et t_2 , il s'écrit :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta w}{\Delta t} &= \frac{w(t_2) - w(t_1)}{t_2 - t_1} \quad (A7) \\ &= \frac{1}{t_2 - t_1} \times \left(-\frac{1}{(C + \gamma)} \times \frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \right) \\ &\quad \times (I'_0 + I_X) \times \left(-\frac{(t_2 - t_1)}{T_1} + \frac{(t_2^2 - t_1^2)}{2 \cdot T_1 \cdot T_2} \right) \\ &= \left(-\frac{1}{(C + \gamma)} \times \frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \right) \times (I'_0 + I_X) \times \left(-\frac{1}{T_1} + \frac{t_1 + t_2}{2 \cdot T_1 \cdot T_2} \right) \end{aligned}$$

La dérivée de la tension de sortie n'est donc pas directement proportionnelle au courant intégré dans la capacité du pont, mais dépend du temps à cause de la correction au second ordre liée à la constante de temps

$T_2 \approx g_0 \times R_2 \times (C + \gamma)$, c'est-à-dire aux résistances de fuite du montage amplificateur intégrateur.

Si l'on développe la deuxième exponentielle de la tension de sortie au premier ordre, on peut de plus remarquer que :

$$w(t_1) \approx \left(-\frac{1}{(C + \gamma)} \times \frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \right) \times (I'_0 + I_X) \times \left(1 - \frac{t_1}{T_1} \right) + E_0 + \frac{g_0 \times e_i}{1 + g_0} \quad (A8)$$

soit :

$$\begin{aligned} &\left(-\frac{1}{(C + \gamma)} \times \frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \right) \times (I'_0 + I_X) \times \left(\frac{t_1}{T_1} \right) \quad (A9) \\ &\approx E_0 + \frac{g_0 \times e_i}{1 + g_0} - w(t_1) - \frac{1}{(C + \gamma)} \times \frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \times (I'_0 + I_X) \end{aligned}$$

On peut donc remplacer les termes dépendant du temps dans l'équation (A7) pour obtenir :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta w}{\Delta t} &= \left(-\frac{1}{(C + \gamma)} \times \frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \right) \times (I'_0 + I_X) \times \left(-\frac{1}{T_1} \right) + \frac{1}{2 \times T_2} \\ &\times \left(2 \times \left(E_0 + \frac{g_0 \times e_i}{1 + g_0} - \frac{1}{(C + \gamma)} \right) - w(t_1) - w(t_2) \right) \quad (A10) \\ &\quad \times \left(\frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \times (I'_0 + I_X) \right) \end{aligned}$$

En séparant dans l'expression de I'_0 les termes dépendant de la tension initiale E_0 des autres, on peut poser I_0 tel que

$$I'_0 = I_0 + \frac{E_0}{g_0 \cdot R_2} = I_0 + \frac{(C + \gamma) \times E_0}{T_2}$$

Il reste alors :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta w}{\Delta t} &= \left(-\frac{1}{(C + \gamma)} \times \frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \right) \times (I_0 + I_X) \times \left(-\frac{1}{T_1} \right) + \frac{1}{2 \cdot T_2} \\ &\times \left(2 \times \left(\frac{g_0 \cdot e_i}{1 + g_0} - \frac{1}{(C + \gamma)} \right) \times \frac{T_1 \cdot T_2}{T_1 - T_2} \times (I_0 + I_X) \right) - w(t_1) - w(t_2) \quad (A11) \end{aligned}$$

Il suffit ensuite de rappeler que $T_2 \gg T_1$, et donc :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta w}{\Delta t} &= -\frac{(I_0 + I_X)}{(C + \gamma)} + \frac{1}{2 \cdot T_2} \times \left(2 \times \frac{g_0 \cdot e_i}{1 + g_0} - w(t_1) - w(t_2) \right) \\ &\quad - \frac{1}{(C + \gamma)} \times \frac{T_1}{T_2} \times (I_0 + I_X) \end{aligned}$$

ce qui nous permet d'obtenir l'équation (1) du § 4.1.