

Traçabilité des mesures d'impédance électrique entre 100 kHz et 10 MHz

Traceability of electrical impedance measurements between 100 kHz and 10 MHz

François ZIADÉ, Alexandre MORILHAT, Alexandre BOUNOUH, André POLETAEFF, Claude SERRANO et Djamel ALLAL

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

Résumé

Pour combler le domaine des fréquences intermédiaires 100 kHz–100 MHz, dans lequel subsiste actuellement un manque de traçabilité des mesures d'impédance pour les appareils commerciaux récents, le LNE a établi la traçabilité d'un analyseur de réseaux vectoriel (VNA) 4 ports et appliqué la méthode de Suzuki pour mesurer des impédances quatre paires de bornes (Z_{4TP}). Afin d'établir la traçabilité du VNA 4 ports, utilisé pour mesurer Z_{4TP} , le LNE a étudié successivement deux solutions. Nous avons développé des résistances calculables à couches minces quatre paires de bornes (4TP), puis nous avons établi la traçabilité de la méthode de calibrage *Unknown Thru* (ou *SOLR*). Nous présentons les deux solutions et les résultats de mesure obtenus jusqu'à 10 MHz pour une capacité de 1 000 pF avec les incertitudes associées.

MOTS CLÉS : IMPÉDANCE, ANALYSEUR DE RÉSEAU VECTORIEL, RÉSISTANCE CALCULABLE, TRAÇABILITÉ, ÉTALON.

Abstract

To fill the gap of intermediate frequencies 100 kHz–100 MHz for which still remains a lack of traceability of impedance measurements for recent measurement instruments, LNE has established the traceability of a 4 ports vector network analyzer (VNA) and applied the method of Suzuki to measure four terminal pair impedances (Z_{4TP}). In order to establish the traceability of the 4 ports VNA, used to measure Z_{4TP} , LNE has investigated successively two different ways. We have developed 4TP calculable thin-film resistors, and then we have established the traceability of the "Unknown Thru" calibration method. We will show the two approaches and the measurement results up to 10 MHz obtained for a 1 000 pF capacitor with the associated uncertainties.

KEY WORDS: IMPEDANCE, VECTOR NETWORK ANALYZER, CALCULABLE RESISTANCE, TRACEABILITY, STANDARD.

1. Introduction

Les mesures d'impédance dans les domaines basses fréquences (BF) et hautes fréquences (HF) se caractérisent par des concepts et approches différents (liés principalement aux effets de propagation) et les applications précises de ces concepts et techniques sont mieux adaptées aux gammes de fréquence respectives. Par conséquent, il existe un domaine de fréquences (100 kHz à 100 MHz) dans lequel les incertitudes et la traçabilité des mesures d'impédance sont très insuffisantes. Certains des RLC-mètres les plus récents possèdent des spécifications en fréquence pouvant atteindre 30 MHz avec une erreur relative de l'ordre de quelques 10^{-4} à 10^{-2} sur le module de l'impédance. Des étalons d'impédance sont nécessaires pour étalonner ce type d'appareils. La variation en fréquence de ces étalons doit être connue. Pour les laboratoires nationaux de métrologie (LNM), il est donc indispensable de pouvoir raccorder ces impédances jusqu'à plusieurs dizaines de mégahertz.

En BF, les ponts coaxiaux d'impédance basés sur des rapports de transformateurs représentent la pierre angulaire des mesures d'impédance [1]. Les incertitudes de mesure sont devenues encore plus faibles avec l'introduction de la définition en paires de bornes (TP). Les incertitudes relatives d'étalonnage des ponts quatre paires de bornes (4TP) sont couramment de l'ordre de quelques 10^{-8} à la fréquence de 1 kHz.

Cependant, les caractéristiques de tels transformateurs évoluent avec la fréquence à cause des capacités et inductances de fuite des enroulements et l'incertitude

relative de ces ponts de mesure est actuellement de quelques 10^{-4} à 10 MHz [2]. À ces fréquences, il est nécessaire de concevoir des transformateurs spéciaux et de mettre au point leur méthode d'étalonnage, en plus d'effectuer quelques autres adaptations pour le pont lui-même. D'autre part, pour mesurer la variation en fréquence avec ce type de ponts de mesure, il est indispensable de disposer des étalons d'impédance. Des travaux récents effectués au NPL (laboratoire national de métrologie anglais) ont permis le développement d'étalons calculables de capacité et de résistance dont les caractéristiques fréquentielles sont connues jusqu'à 10 MHz avec des incertitudes de quelques 10^{-4} [3]. Jusqu'à présent, les capacités à air commercialisées par la société Agilent Technologies étaient les seuls étalons disponibles à ces fréquences (fréquences d'utilisation limitées à cause de leur résonance série en dessous de 100 MHz). Les étalons calculables semblent cependant limités en fréquence avec des incertitudes visées de quelques 10^{-4} car la complexité des modèles augmente avec la fréquence. D'autre part, les ponts de mesures coaxiaux seront probablement limités à environ 30 MHz pour une incertitude visée de quelques 10^{-4} .

En HF, l'analyseur de réseau vectoriel est l'appareil le plus couramment utilisé pour mesurer et caractériser des dispositifs sous test (DUT) à un ou plusieurs accès. La technique de Suzuki [4] (mesures des paramètres de la matrice d'impédance \mathbf{Z}) peut être appliquée pour étendre la gamme de fréquences des mesures d'impédance 4TP jusqu'à 100 MHz. La méthode développée par Callegaro, extension de la méthode de Suzuki, permet de déterminer l'impédance Z_{4TP} (Eq. (1)) à partir de la mesure des paramètres S et de l'impédance de référence Z_0 du VNA [5] :

$$Z_{4TP} = 2Z_0 [S_{21}S_{34} - S_{31}S_{24}] \times [S_{31} + S_{21}S_{32} - S_{31}S_{44} - S_{31}S_{22} + S_{41}S_{34} - S_{21}S_{32}S_{44} + S_{21}S_{34}S_{42} + S_{31}S_{22}S_{44} - S_{31}S_{42}S_{24} - S_{41}S_{34}S_{22} + S_{41}S_{24}S_{32}]^{-1}. \quad (1)$$

Dans cette méthode, l'analyseur doit être calibré : en dessous de 100 MHz, la méthode TRL (*Thru Reflect Line*) ne peut être utilisée compte tenu de la longueur trop importante des lignes à air. La méthode SOLT (*Short Open Load Thru*) est alors la plus couramment employée pour calibrer le VNA. Dans cette dernière, un des étalons est une charge 50Ω dont la traçabilité est mal définie dans le domaine de fréquences considéré.

Les principaux avantages et inconvénients de la méthode Suzuki sont résumés dans le tableau 1. L'absence de limite en fréquence, un développement d'instrumentation réduit et la mesure d'impédance dans tout le plan complexe sont les atouts majeurs de cette technique. Celle-ci a été appliquée au LNE pour mesurer des impédances entre 100 kHz et 10 MHz. Un VNA quatre ports Agilent E5071C est utilisé pour ces mesures.

Pour pouvoir mettre en œuvre cette technique de mesure, il est primordial d'établir la traçabilité du VNA

Tableau 1

Synthèse des avantages et inconvénients de la méthode Suzuki.

Avantages	Inconvénients
Absence de limite en fréquence	Traçabilité du VNA non établie en dessous de 100 MHz au LNE
Dans la méthode Suzuki l'instrumentation nécessaire pour mesurer une impédance 4TP est réduite (utilisation seulement d'un VNA)	Erreurs de mesure plus importantes commises sur des quadripôles dont l'impédance s'éloigne de $Z_0 = 50 \Omega$
Mesure d'une impédance dans tout le plan complexe	
Temps de mesure faible et nombre de points de mesure important	

dans le domaine de fréquences intermédiaires 100 kHz–100 GHz, dit « *gap* » de fréquences dans la suite de l'article. Deux solutions scientifiques ont été envisagées pour y parvenir. La première repose sur le développement d'étalons d'impédance 4TP : ce travail a été mené en collaboration avec le Laboratoire d'Études et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces (LERMPS, Université de Technologie de Belfort Montbéliard). La partie 2 de cet article présente les résultats principaux de ce développement. La seconde solution envisagée vise à établir la traçabilité du VNA 4 ports en calibrant ce dernier avec des étalons (court-circuit, circuit ouvert, charge adaptée et adaptateur) dont la traçabilité au SI (Système international d'unités) a été établie. Une charge adaptée de 50Ω en type N femelle a été conçue, caractérisée en dimensionnel, sa valeur ohmique mesurée en courant continu (DC) et son facteur de réflexion mesuré aux hautes fréquences (HF) au-dessus de 150 MHz avec un VNA [7]. La traçabilité du VNA est établie par l'intermédiaire de la ligne à air, étalon primaire au LNE pour la mesure des paramètres S . Toutes ces mesures traçables au SI associées à des simulations électromagnétiques ont abouti à l'interpolation du facteur de réflexion entre les mesures DC et HF. Le facteur de réflexion de la charge est ainsi raccordé au SI. Cette méthode d'interpolation a été appliquée pour établir la traçabilité d'un court-circuit et d'un circuit ouvert du *kit* Agilent 85032F. Ainsi, ces trois étalons ont été utilisés pour calibrer le VNA 4 ports (partie 3 de l'article) et mesurer des capacités 4TP dans le *gap* de fréquences (partie 4 de l'article).

2. Traçabilité indirecte du VNA 4 ports : développement d'impédances 4TP

Pour établir la traçabilité du VNA dans le *gap* de fréquences, la première solution envisagée a consisté à développer des impédances dont la variation en fréquence est calculable. La différence entre la valeur calculée et celle mesurée au VNA permet d'évaluer l'erreur commise par ce dernier. Des valeurs d'impédance de quelques ohms à une centaine de kilo-ohms sont nécessaires pour caractériser complètement les erreurs de l'instrument de mesure : plus l'impédance à mesurer s'éloigne

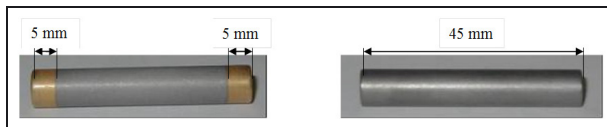


Fig. 1. – Résistances en couches minces sur substrat cylindrique, avec et sans contact en or.

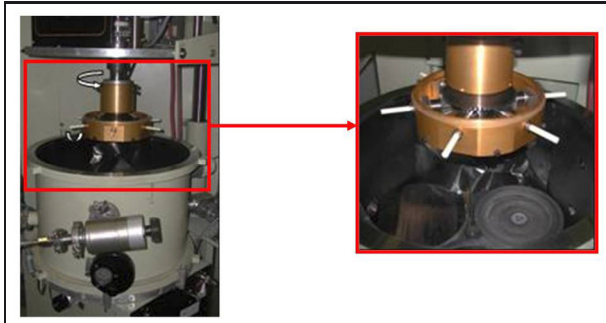


Fig. 2. – Photographies du porte-échantillons rotatif planétaire de l'enceinte de pulvérisation cathodique magnétron.

de l'impédance de référence (50Ω) du système de mesure, plus l'erreur commise devient importante. Le travail, mené conjointement par le LNE et le LERMPS, a porté sur l'élaboration et la caractérisation de couches minces déposées par pulvérisation cathodique magnétron sur un substrat de forme cylindrique (fig. 1). Trois types de matériaux ($\text{Ni}_{80}\text{Cr}_{20}$, $\text{Ni}_{50}\text{Cr}_{50}$ et $\text{Ni}_{75}\text{Cr}_{20}\text{Al}_{2.5}\text{Cu}_{2.5}$ appelé Evanohm) ont ainsi été déposés sur des substrats de différentes natures (céramique, saphir et silice fondue).

2.1. Élaboration des couches minces

Pour le développement des résistances, il a fallu concevoir un bâti de pulvérisation cathodique adapté à l'élaboration des dépôts nanométriques sur des substrats cylindriques. Cela a nécessité la réalisation d'un porte-échantillon permettant le traitement simultané de six substrats dont le mouvement de rotation a été étudié pour assurer une homogénéité des films minces sur toute la longueur des substrats et d'épaisseurs identiques sur chacun d'eux (fig. 2). Les valeurs des résistances cibles ont été obtenues à partir des caractéristiques intrinsèques de chaque matériau et des dimensions des substrats. Différents paramètres influents ont été évalués, comme la vitesse de croissance ou le vide limite. Ainsi, nous avons obtenu des valeurs de résistances comprises entre quelques ohms et plus de $200 \text{ k}\Omega$. Ces résultats satisfaisants montrent le potentiel d'utilisation de ce système pour la métrologie électrique en couvrant un intervalle de valeurs aussi important. Les épaisseurs correspondantes varient de quelques micromètres à quelques nanomètres, ce qui montre la bonne maîtrise de nos dépôts en contrôlant, *a priori*, la croissance des films couche par couche.

2.2. Substrats étudiés

Afin d'étudier l'influence de l'état de surface et la nature du substrat sur lequel est déposé le matériau résistif, plusieurs substrats ont été étudiés (alumine, saphir, silice fondue).

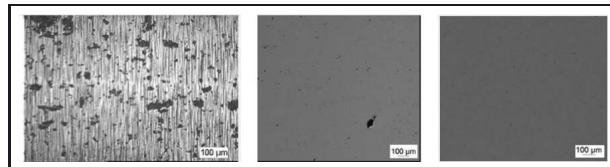


Fig. 3. – Micrographies optiques de l'état de surface de bâtonnets, de gauche à droite, d'alumine, de silice fondue et de saphir.

Du point de vue thermique, le saphir est extrêmement proche de l'alumine. Toutefois, sa conductivité thermique ($41,9 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) est meilleure et son coefficient de dilatation thermique plus faible ($4,5$ à $5,3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). Ces propriétés thermiques sont intéressantes pour réduire les coefficients de puissance des résistances. Quant à la silice fondue, son coefficient de dilatation thermique ($0,55 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) est très faible, tout comme sa conductivité thermique ($1,0 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). La dissipation de la chaleur entre le substrat et la couche mince peut ainsi être réduite.

L'alumine est par ailleurs moins dense et est donc susceptible d'être à l'origine de diffusion métallique. Les différences principales résident dans la qualité de l'état de surface des substrats. Le saphir et la silice fondue ont tous deux des rugosités bien inférieures à celles des bâtonnets céramiques avec un facteur de rugosité R_a égal à $0,2 \text{ nm}$. La figure 3 présente des micrographies optiques des états de surface des différents substrats. Les micrographies optiques attestent bien d'un état de surface beaucoup moins « accidenté » et comportant peu de défauts pour les substrats en saphir et en silice fondue.

Après avoir caractérisé l'état de surface des différents substrats, des films minces de NiCr de compositions chimiques différentes ont été déposés dans les mêmes conditions sur l'alumine, la silice fondue et le saphir. Ces dépôts ont permis notamment d'étudier l'influence des substrats sur la valeur et la dérive des résistances. Voici les conclusions :

- Une diminution de la rugosité des substrats conduit à des valeurs de résistances plus faibles. Les défauts de surface ont donc une influence directe sur la valeur de la résistance finale des films minces.
- Quelle que soit la nature du support, l'alliage NiCr (80/20) semble donner les dérives les plus reproductibles et parmi les plus faibles. Les autres variantes ne permettent pas d'améliorer la dérive des résistances précédemment constatée. L'utilisation de substrats avec des états de surface meilleurs semble apporter une légère amélioration mais ne constitue pas un élément déterminant. À la suite de ces observations, nous avons choisi le substrat en alumine pour déposer les films minces résistifs.

2.3. Caractérisation des films ultra minces

Dans cette partie, nous présentons uniquement une synthèse des caractérisations des propriétés physico-chimiques des films minces.

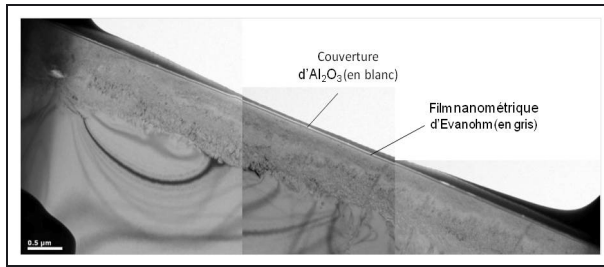


Fig. 4. – Photographie MET (échelle : 1 cm pour 0,5 µm) de la coupe transversale d'un revêtement ultra-mince sur un bâtonnet d'alumine et recouvert par une couche de protection en Al_2O_3 .

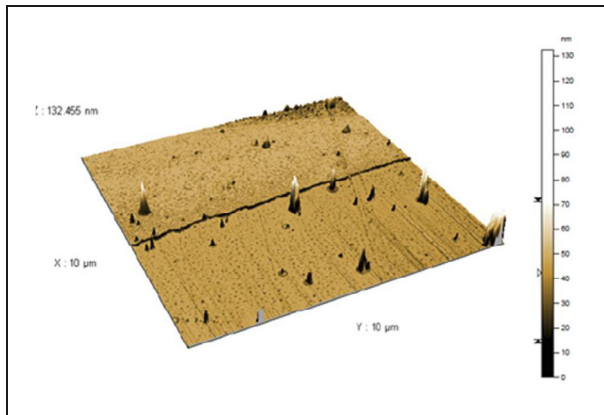


Fig. 5. – Cartographie AFM de l'état de surface d'un revêtement d'Evanohm ultra-mince d'épaisseur 9 nm (dépôt effectué sur un substrat plan en alumine).

Pour caractériser les propriétés physico-chimiques des films minces, des dépôts ont été effectués sur des substrats plans réalisés dans les mêmes conditions de dépôt que sur les bâtonnets. Néanmoins, certaines caractérisations ont été réalisées directement sur les échantillons cylindriques.

Nous avons d'abord analysé la morphologie des films résistifs par microscopie électronique à balayage (MEB) et en transmission à haute résolution (HRTEM). Ces analyses ont montré que les surfaces sont très homogènes sur toute la longueur du substrat de 45 mm avec très peu de défauts (fig. 4). En utilisant la microscopie à force atomique (AFM), nous avons pu montrer (fig. 5) que ces surfaces présentent des rugosités de quelques 0,1 nm seulement sur quelques micromètres carrés et une très grande homogénéité des épaisseurs sur différentes parties du substrat. En effet, des épaisseurs aussi faibles que 10 nm étaient parfaitement reproduites le long du substrat.

Bien qu'en général la pulvérisation cathodique assure en grande partie le transfert de la composition chimique du matériau massif aux films déposés, les très faibles épaisseurs obtenues rendaient nécessaires une caractérisation des films réalisés. Ainsi, nous avons d'abord effectué des caractérisations qualitatives par spectroscopie dispersive en énergie (EDS) puis par spectroscopie d'émission d'électrons Auger (AES). Elles ont montré que les couches étaient très homogènes en composition et ceci quel que soit l'endroit d'analyse sur le substrat.

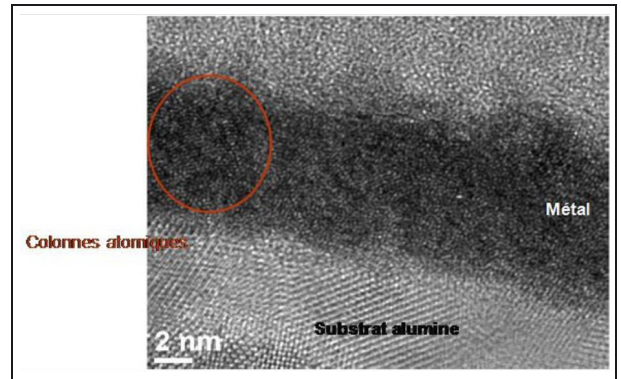


Fig. 6. – Image MET de la couche métallique d'Evanohm ultra-mince sur substrat d'alumine et couverte d'une couche de protection d' Al_2O_3 .



Fig. 7. – Clichés de diffraction CBED de la couche ultra-mince métallique.

Nous avons également effectué des caractérisations structurales. Dans un premier temps, des images MET haute résolution (fig. 6) attestent de la présence de colonnes atomiques dans la structure de la couche ultra mince métallique. À cette échelle nanométrique, la couche a donc une structure cristalline. D'autre part, des clichés de diffraction électronique en faisceau convergent (CBED) ont permis d'affirmer la nature cristalline des dépôts ultraminces dans le cas de l'Evanohm. Les tâches de diffraction indiquent la présence d'un matériau cristallin. En effet, ces tâches sont organisées en cercles concentriques typiques d'un matériau polycristallin (fig. 7).

2.4. Montage des résistances à couches minces dans les supports HF : mesures au VNA

À partir des couches minces synthétisées, nous avons monté un ensemble de résistances dans des boîtiers spécifiquement développés pour des mesures d'impédance 4TP. Le boîtier réalisé pour la mesure aux fréquences intermédiaires des résistances en couches minces (fig. 8) se compose de quatre connecteurs SMA définissant les accès de courant et tension haut et bas (I_H , V_H , I_B , V_B). Cette connectique est largement utilisée dans une partie du domaine des hautes fréquences (du continu à 18 GHz). Le boîtier métallique en aluminium limite l'interaction électromagnétique avec l'environnement extérieur, d'une part, et fixe le potentiel de masse pour les connecteurs d'autre part. La résistance est ainsi définie en quatre paires de bornes et l'impédance Z_{4TP} peut être mesurée à partir des paramètres S . Afin de limiter les effets de fréquence, les connecteurs SMA sont reliés à la résistance par des pistes d'or déposées sur un substrat en alumine. Pour contrôler les contraintes mécaniques sur

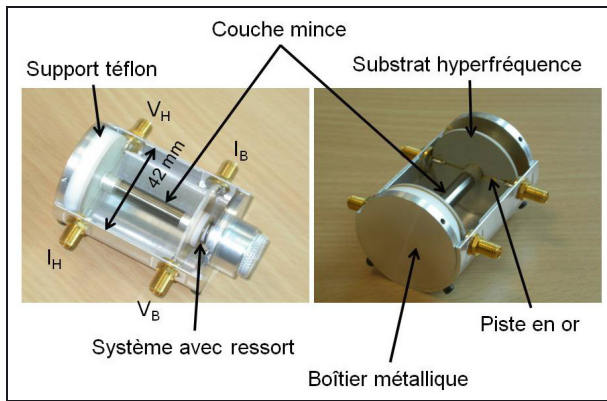


Fig. 8. – Boîtier spécifiquement développé pour la mesure des résistances en couches minces entre 100 kHz et 100 MHz.

Tableau 2

Écart relatif E en fonction de la fréquence pour quatre impédances.

f (MHz)	48 Ω	118 Ω	960 Ω	10 k Ω
1	-8×10^{-5}	-1×10^{-5}	-2×10^{-5}	6×10^{-4}
10	-9×10^{-4}	-2×10^{-3}	-7×10^{-5}	5×10^{-3}
20	-2×10^{-3}	-5×10^{-3}	5×10^{-4}	1×10^{-2}
30	-3×10^{-3}	-6×10^{-3}	2×10^{-3}	1×10^{-2}
50	-2×10^{-4}	-5×10^{-3}	5×10^{-3}	2×10^{-2}
100	2×10^{-2}	9×10^{-3}	2×10^{-2}	2×10^{-2}

le matériau résistif, un ressort bloque la résistance entre les deux disques d'alumine. Quatre résistances de 48 Ω , 119 Ω , 960 Ω et 10 k Ω ont été montées dans ces boîtiers.

Les quatre impédances ont été mesurées de 100 kHz à 100 MHz avec un VNA 4 ports préalablement calibré avec la méthode « *Unknown Thru* » ou SOLR (kit de calibration 3,5 mm 85032C). Pour caractériser les impédances, nous utilisons l'écart relatif E du module de l'impédance Z_{4TP} définie par la relation (2) :

$$E = \frac{|Z(f)| - |Z(f = 100 \text{ kHz})|}{|Z(f = 100 \text{ kHz})|} \quad (2)$$

Le tableau 2 présente une synthèse des écarts E obtenus pour toutes les résistances et les figures 9 et 10 présentent les modules des impédances 48 Ω et 960 Ω .

L'écart relatif des quatre impédances est compris entre quelques 10^{-5} à 10^{-3} jusqu'à 10 MHz, de quelques 10^{-3} à 10^{-2} jusqu'à 100 MHz. À partir de 100 MHz, on peut observer sur les figures 9 et 10 que les courbes deviennent quasiment linéaires indiquant une forte composante inductive. Pour la résistance de 48 Ω , on observe un minimum local autour de 30 MHz pouvant s'expliquer par une compensation des effets capacitifs et inductifs.

Comparativement à la variation relative d'une capacité étalon de 1000 pF (tab. 3), seule référence utilisée jusqu'à 10 MHz dans les LNM, la variation relative des impédances en couches minces est plus faible de deux ordres de grandeur au-dessus de 1 MHz. On peut

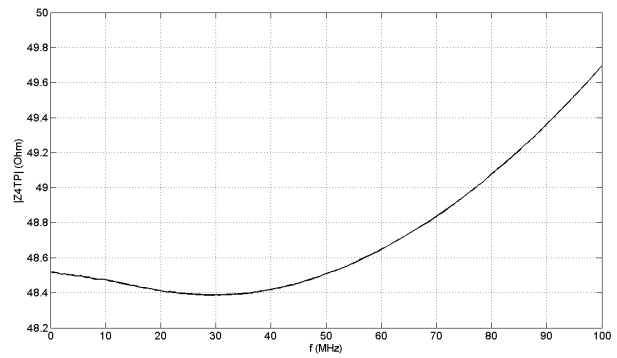


Fig. 9. – Module de l'impédance Z_{4TP} 48 Ω en fonction de la fréquence.

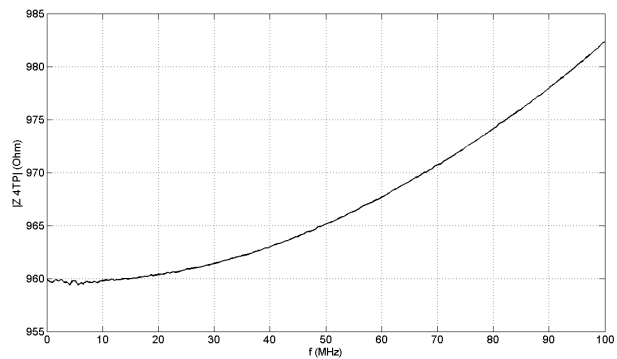


Fig. 10. – Module de l'impédance Z_{4TP} 960 Ω en fonction de la fréquence.

Tableau 3

Comparaison entre les variations en fréquence, mesurées au LNE, d'une résistance en couche mince de 48 Ω et de la capacité commerciale de 1000 pF.

f (MHz)	$(R - R_{100 \text{ kHz}})/R_{100 \text{ kHz}}$	$(C - C_{1 \text{ kHz}})/C_{1 \text{ kHz}}$
1	-8×10^{-5}	10^{-4}
10	-9×10^{-4}	3×10^{-2}
20	-2×10^{-3}	1×10^{-1}
30	-3×10^{-3}	3×10^{-1}

Tableau 4

Variation relative à 1 MHz des résistances réalisées au LNE et au NPL.

	$\frac{(R_{1 \text{ MHz}} - R_{100 \text{ kHz}})}{R_{100 \text{ kHz}}}$		$\frac{(R_{1 \text{ MHz}} - R_{100 \text{ kHz}})}{R_{100 \text{ kHz}}}$
118 Ω LNE	-1×10^{-5}	960 Ω LNE	-2×10^{-5}
100 Ω NPL	3×10^{-5}	1k Ω NPL	-4×10^{-5}

comparer également la variation relative à 1 MHz des résistances en couches minces de 118 Ω et 1 k Ω à la variation relative à cette même fréquence des résistances de 100 Ω et 1 k Ω développées par le NPL (tab. 4). Les variations relatives des résistances du LNE sont comparables à celles du NPL.

Par ailleurs, les mesures des impédances Z_{4TP} ont montré que les variations en fonction de la fréquence étaient aussi faibles que quelques 10^{-3} jusqu'à 30 MHz, excepté pour la résistance de 10 k Ω . Ces performances

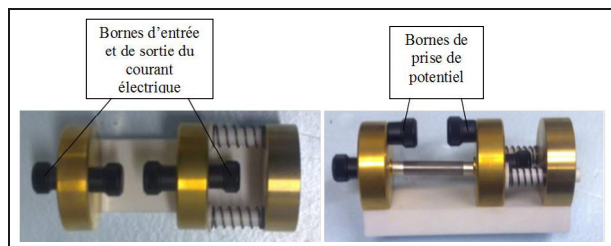


Fig. 11. – Montage en quatre bornes pour la mesure DC des résistances.

confirment bien la validité de l’approche du LNE dans l’utilisation de résistances en couches minces comme alternative aux capacités étalon. Cependant, comme nous allons le voir dans le paragraphe suivant, la caractérisation électrique (dérive, coefficient de température, coefficient de puissance) des impédances du LNE montre la limite actuelle du développement des couches minces. Bien que leurs propriétés fréquentielles soient indiscutables, leur dérive en fonction du temps, notamment, ne permet pas aujourd’hui d’utiliser les impédances à base de couches minces comme étalons dans le domaine des fréquences intermédiaires.

2.5. Caractérisation électrique BF des résistances en couches minces

Pour les caractérisations électriques, des dispositifs mécaniques spécifiques et des bancs de mesures de résistances automatisés ont été développés et ont permis d’analyser les propriétés électriques des films du LNE (fig. 11). Ainsi, nous avons pu effectuer des mesures de résistance en fonction du temps et des conditions environnementales (température, humidité, pression). Ces mesures ont montré que la stabilité de la résistance des couches juste après les dépôts et pour l’ensemble des matériaux varie entre 10^{-3} par jour à quelques 10^{-4} par jour, dépendant essentiellement du vide limite dans l’enceinte de pulvérisation. Différents traitements ont alors été réalisés pour réduire ces valeurs de dérive. Ces traitements de stabilisation consistaient d’une part au recuit avec différents cycles de températures et d’autre part à l’encapsulation des films minces par différents matériaux de couverture et notamment des dépôts d’alumine. Ceci a ainsi permis de réduire les dérives dans le temps à 10^{-5} par jour et dans certains cas à 10^{-6} par jour. Cependant, les dérives des résistances de plus fortes valeurs (supérieures à 20 k Ω) n’ont pas pu être améliorées et sont de l’ordre de quelques 10^{-3} par jour.

De plus, les coefficients de température et de puissance des résistances en couches minces ont été mesurés. Ils sont respectivement de $200 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et $10 \times 10^{-6} \text{ mW}^{-1}$.

Ces résultats sont très encourageants, mais restent néanmoins insuffisants dans la perspective de constituer des impédances étalons destinées à établir la traçabilité d’un VNA. Dans la partie suivante, nous présentons la solution qui a permis d’établir la traçabilité des

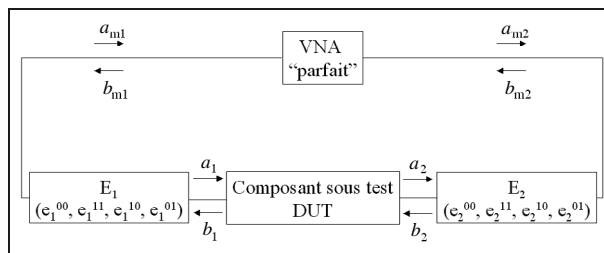


Fig. 12. – Schéma d’un analyseur configuré pour la mesure des paramètres S d’un quadripôle (mesure sur deux ports).

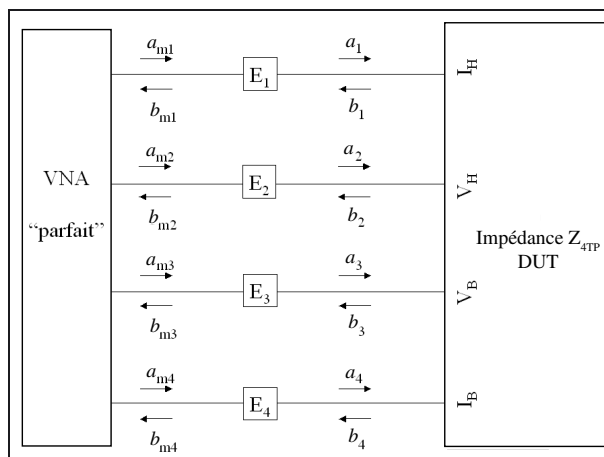


Fig. 13. – Schéma de la mesure d’une impédance Z_{4TP} avec un VNA 4 ports.

paramètres S au VNA 4 ports et d’effectuer ensuite la mesure d’une capacité de 1 000 pF jusqu’à 10 MHz.

3. Traçabilité indirecte du VNA 4 ports : méthode de calibration SOLR traçable au SI

3.1. Calibration SOLR

Un VNA « réel » peut être modélisé par un VNA « parfait » associé à des boîtes d’erreur E_i contenant les erreurs systématiques (directivité, désadaptation, pertes) de l’ensemble des éléments (instrument de mesure, câbles, connecteurs). La figure 12 montre le schéma synoptique d’un analyseur utilisé pour la mesure des paramètres S d’un quadripôle (mesure sur deux ports). Les erreurs systématiques contenues dans E_1 et E_2 sont notées $e_1^{00}, e_1^{01}, e_1^{10}, e_1^{11}, e_2^{00}, e_2^{01}, e_2^{10}$ et e_2^{11} . a et b sont respectivement les ondes de tensions incidentes et réfléchies. Les ondes de tension mesurées sont notées a_{m1}, b_{m1}, a_{m2} et b_{m2} .

Pour la mesure d’une impédance Z_{4TP} , nous utilisons un VNA quatre ports. La figure 13 montre le schéma synoptique du VNA parfait associé aux quatre boîtes d’erreur E_1, E_2, E_3 et E_4 [8].

La détermination des termes des quatre boîtes d’erreur E_1, E_2, E_3 et E_4 du VNA permet d’accéder aux valeurs des paramètres S de l’impédance Z_{4TP} . Celle-ci

s'effectue en appliquant une méthode de calibration. La méthode de référence utilisée dans les LNM est la technique de calibrage TRL (*Thru, Reflect, Line*) [9] : celle-ci est traçable au SI *via* une ligne à air (étalon primaire pour les paramètres S). En dessous de 150 MHz, la méthode TRL n'est pas utilisable, en effet des conditions sur le déphasage de la ligne étalon imposent une longueur de ligne trop importante et impossible à réaliser avec les tolérances mécaniques nécessaires. Pour calibrer le VNA en dessous de 150 MHz, nous avons utilisé la méthode de calibration « Court-circuit, Circuit-ouvert, Charge adaptée, Adaptateur réciproque » dite SOLR [10, 11].

La calibration SOLR 4 ports repose sur le modèle mathématique suivant [8] :

Chaque boîte d'erreur E_i est définie par la matrice E_i (3) :

$$E_i = \begin{bmatrix} e_i^{00} & e_i^{01} \\ e_i^{10} & e_i^{11} \end{bmatrix} \quad (3)$$

Pour un VNA quatre ports, les seize termes d'erreurs $e_1^{00}, e_1^{01}, e_1^{10}, e_1^{11}, i = 1 \text{ à } 4$, peuvent être regroupés dans les quatre matrices diagonales (4) suivantes :

$$\begin{aligned} \Gamma_{11} &= \begin{bmatrix} e_1^{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & e_2^{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e_3^{11} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_4^{11} \end{bmatrix} & \Gamma_{00} &= \begin{bmatrix} e_1^{00} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & e_2^{00} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e_3^{00} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_4^{00} \end{bmatrix} \\ \Gamma_{10} &= \begin{bmatrix} e_1^{10} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & e_2^{10} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e_3^{10} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_4^{10} \end{bmatrix} & \Gamma_{01} &= \begin{bmatrix} e_1^{01} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & e_2^{01} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e_3^{01} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_4^{01} \end{bmatrix} \end{aligned} \quad (4)$$

La matrice S_m des paramètres S bruts (paramètres S non corrigés) de l'impédance Z_{4TP} peut s'exprimer en fonction des matrices $\Gamma_{11}, \Gamma_{00}, \Gamma_{10}, \Gamma_{01}$, de la matrice identité \mathbf{I} et enfin de la matrice S des paramètres S corrigés :

$$S_m = \Gamma_{00} + \Gamma_{01} (\mathbf{I} - S \Gamma_{11})^{-1} S \Gamma_{10} \quad (5)$$

En posant :

$$\mathbf{A} = \Gamma_{01}^{-1} (S_m - \Gamma_{00}) \Gamma_{10}^{-1} \quad (6)$$

On obtient la matrice S de l'impédance Z_{4TP} :

$$S = \mathbf{A} (\mathbf{I} + \Gamma_{11} \mathbf{A})^{-1} \quad (7)$$

Les matrices $\Gamma_{11}, \Gamma_{00}, \Gamma_{10}, \Gamma_{01}$, étant diagonales, la matrice \mathbf{A} s'écrit (8) :

$$\mathbf{A} = \begin{bmatrix} \frac{S_{m11} - e_1^{00}}{t_{11}} & \frac{S_{m12}}{t_{12}} & \frac{S_{m13}}{t_{13}} & \frac{S_{m14}}{t_{14}} \\ \frac{S_{m21}}{t_{21}} & \frac{S_{m22} - e_2^{00}}{t_{22}} & \frac{S_{m23}}{t_{23}} & \frac{S_{m24}}{t_{24}} \\ \frac{S_{m31}}{t_{31}} & \frac{S_{m32}}{t_{32}} & \frac{S_{m33} - e_3^{00}}{t_{33}} & \frac{S_{m34}}{t_{34}} \\ \frac{S_{m41}}{t_{41}} & \frac{S_{m42}}{t_{42}} & \frac{S_{m43}}{t_{43}} & \frac{S_{m44} - e_4^{00}}{t_{44}} \end{bmatrix} \quad (8)$$

$$\text{avec : } t_{ij} = e_i^{01} e_j^{10} \quad (9)$$

Les termes e_i^{00}, e_i^{11} et les termes t_{ii} (i allant de 1 à 4) sont déterminés en connectant successivement les étalons « court-circuit », « circuit-ouvert » et « charge adaptée » aux ports 1 à 4 du VNA. Les termes t_{ij} sont calculés (9) en connectant l'adaptateur réciproque successivement entre les ports : 1 et 2, 1 et 3, 1 et 4, 2 et 3, 2 et 4, 3 et 4.

La traçabilité des mesures d'impédance est établie à partir des étalons « court-circuit », « circuit-ouvert » et « charge adaptée » caractérisés par des mesures électriques en basses fréquences et hautes fréquences raccordées aux étalons primaires du LNE [7]. L'adaptateur ne constitue pas un étalon, il doit simplement être réciproque : ses caractéristiques sont déterminées au cours de la procédure de calibrage. Les mesures d'impédance sont ainsi traçables au SI pour les fréquences comprises entre 100 kHz et 10 MHz.

Pour déterminer les termes d'erreurs, les paramètres S corrigés, l'impédance Z_{4TP} , et les incertitudes associées différents programmes de mesure et de calcul ont été développés :

- un programme édité sous l'environnement LabView permet d'acquérir les mesures brutes des étalons, des facteurs de réflexion des commutateurs et de l'impédance Z_{4TP} ;
- un programme édité sous l'environnement Matlab effectue l'ensemble des calculs : algorithme de la SOLR quatre ports, impédance Z_{4TP} , propagation des incertitudes avec la méthode de Monte-Carlo.

3.2. Propagation des incertitudes avec la méthode de Monte-Carlo

Au préalable, les incertitudes relatives $u(\gamma_{CC}), u(\gamma_{CO})$, et $u(\gamma_{CA})$, sur les facteurs de réflexion γ_{CC}, γ_{CO} , et γ_{CA} des étalons « court-circuit », « circuit-ouvert » et « charge adaptée » ont été déterminées à chacune des fréquences [7].

À chaque fréquence, nous avons effectué le calcul des termes d'erreur pour 30 000 valeurs différentes des γ_{CC}, γ_{CO} , et γ_{CA} réparties de façon gaussienne autour de leurs valeurs « vraies » avec des variances $V(\gamma_{CC}), V(\gamma_{CO}), V(\gamma_{CA})$ égales aux carrés des incertitudes types sur ces valeurs « vraies ». Ainsi, à partir des 30 000 valeurs calculées pour chaque terme d'erreur, on obtient 30 000 valeurs pour chacun des 16 paramètres S de l'impédance Z_{4TP} . Finalement, l'incertitude de type B sur l'impédance est

Tableau 5

Bilan d'incertitude (U exprimée en farad) sur C pour la capacité de 1 000 pF.

f (en MHz)	Connexion-déconnexion (type A)	Montage (type A)	Propagation des incertitudes des étalons (type B)	U ($k=2$) sur C (en farad)
0,1	$6,9 \times 10^{-13}$	$1,48 \times 10^{-12}$	0,0	$3,26 \times 10^{-12}$
1	$5,0 \times 10^{-14}$	$1,08 \times 10^{-12}$	$4,0 \times 10^{-14}$	$2,17 \times 10^{-12}$
2	$7,0 \times 10^{-14}$	$1,08 \times 10^{-12}$	$8,0 \times 10^{-14}$	$2,18 \times 10^{-12}$
3	$4,0 \times 10^{-14}$	$1,08 \times 10^{-12}$	$1,37 \times 10^{-13}$	$2,18 \times 10^{-12}$
4	$5,0 \times 10^{-14}$	$1,04 \times 10^{-12}$	$1,85 \times 10^{-13}$	$2,12 \times 10^{-12}$
5	$6,0 \times 10^{-14}$	$1,06 \times 10^{-12}$	$2,57 \times 10^{-13}$	$2,19 \times 10^{-12}$
6	$5,0 \times 10^{-14}$	$1,08 \times 10^{-12}$	$2,92 \times 10^{-13}$	$2,24 \times 10^{-12}$
7	$5,0 \times 10^{-14}$	$1,12 \times 10^{-12}$	$3,14 \times 10^{-13}$	$2,34 \times 10^{-12}$
8	$8,0 \times 10^{-14}$	$1,06 \times 10^{-12}$	$4,01 \times 10^{-13}$	$2,28 \times 10^{-12}$
9	$1,0 \times 10^{-13}$	$1,08 \times 10^{-12}$	$4,09 \times 10^{-13}$	$2,32 \times 10^{-12}$
10	$5,0 \times 10^{-14}$	$1,08 \times 10^{-12}$	$4,66 \times 10^{-13}$	$2,36 \times 10^{-12}$

Tableau 6

Bilan d'incertitude (U) sur D pour la capacité de 1 000 pF.

f (en MHz)	Connexion-déconnexion (type A)	Montage (type A)	Propagation des incertitudes des étalons (type B)	U ($k=2$) sur D
0,1	0,000 35	0,000 39	0,000 00	0,001 05
1	0,000 03	0,000 08	0,000 04	0,000 18
2	0,000 04	0,000 01	0,000 07	0,000 17
3	0,000 05	0,000 05	0,000 11	0,000 26
4	0,000 07	0,000 06	0,000 15	0,000 34
5	0,000 14	0,000 03	0,000 18	0,000 46
6	0,000 19	0,000 03	0,000 21	0,000 57
7	0,000 22	0,000 05	0,000 25	0,000 67
8	0,000 23	0,000 04	0,000 29	0,000 75
9	0,000 29	0,000 08	0,000 33	0,000 90
10	0,000 28	0,000 05	0,000 35	0,000 91

donnée à chaque fréquence par l'écart type $\sigma(Z_{4TP})$ calculé sur les 30 000 valeurs de Z_{4TP} caractérisant ainsi la dispersion des valeurs calculées autour de la valeur moyenne de Z_{4TP} .

Les incertitudes de type B présentées dans les tableaux 5 et 6 ont été évaluées en appliquant la méthode de Monte-Carlo.

4. Résultats de mesure

Nous présentons les résultats obtenus pour la mesure d'une capacité de 1 000 pF dans la bande de fréquences de 100 kHz à 10 MHz au moyen d'un VNA 4 ports calibré avec la méthode de calibration SOLR traçable au SI.

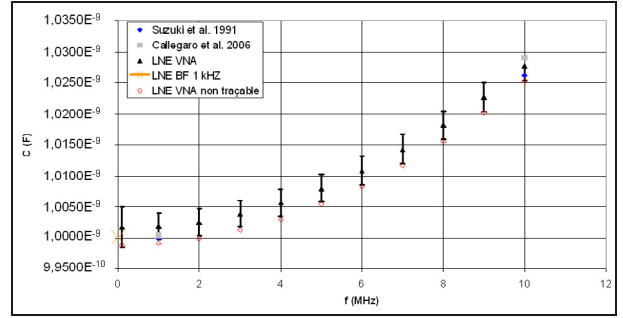


Fig. 14. – Capacité (en farad) en fonction de la fréquence d'une capacité étalon de 1 000 pF.

Pour caractériser une capacité à chaque point de fréquence, deux paramètres peuvent être utilisés :

- la valeur de la capacité C (en farad) ;
- le facteur de dissipation D (sans dimension).

À partir de l'impédance Z_{4TP} , nous pouvons calculer C et D à partir des relations (9) et (10) :

$$C = \frac{Im(Z_{4TP})}{\omega} \quad (10)$$

$$D = \frac{Re[Y_{4TP}]}{Im[Y_{4TP}]} \quad (11)$$

Les incertitudes associées à C et D sont calculées en considérant les composantes suivantes :

- répétabilité de connexion-déconnexion (composante de type A) : écart type calculé sur cinq mesures à la date 1 ;
- répétabilité du montage (composante de type A) : écart type calculé sur la moyenne de deux mesures obtenues aux dates 1, 2 et 3 (câbles remontés à chaque date, calibration du VNA effectuée) ;
- propagation des incertitudes des différents étalons utilisés (court-circuit, circuit-ouvert et charge adaptée) par la méthode de Monte-Carlo sur 30 000 simulations (composante de type B).

Les tableaux 5 et 6 récapitulent le bilan d'incertitude présenté sous la forme de l'incertitude élargie U ($k=2$) obtenue pour les paramètres C et D pour la capacité de 1 000 pF.

Nous allons comparer les résultats de mesure obtenus au LNE et relevés dans les publications sur le même modèle de capacité (étalon air de 1 000 pF du fabricant Agilent Technologies). Dans les figures 14 et 15, nous présentons les mesures de C et D ainsi que leurs incertitudes associées de 100 kHz à 10 MHz. Les mesures d'impédance dont nous avons établi la traçabilité sont notées « LNE VNA ». Nous comparons ces mesures à :

- celles obtenues avec le VNA 4 ports du LNE dont la traçabilité n'est pas établie en dessous de 100 MHz. Ces mesures sont notées « LNE VNA non traçable ».

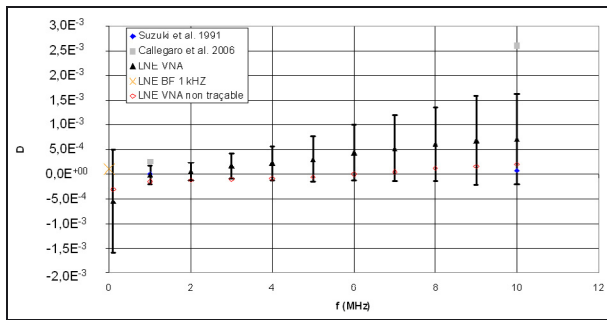


Fig. 15. – Facteur de dissipation en fonction de la fréquence d’une capacité étalon de 1000 pF.

- celles obtenues à 1 MHz et 10 MHz par Suzuki [4] (1991) et par Callegaro [11] (2006) ;
- celle obtenue à 1 kHz par une méthode utilisée en basse fréquence.

Nous observons que les mesures de capacité du LNE traçables au SI sont en bon accord avec celles obtenues par Suzuki [4] et par Callegaro [11]. Les mesures au VNA non traçables sont pratiquement toutes décalées d’une même quantité légèrement supérieure à l’incertitude calculée.

Les mesures traçables au SI du facteur de dissipation D du LNE sont en bon accord avec celles obtenues par Suzuki [4] et par le VNA non traçable. Cependant, les mesures de Callegaro [11] s’en éloignent davantage.

5. Conclusion

Pour raccorder des impédances quatre paires de bornes (Z_{4TP}) de 100 kHz jusqu’à 10 MHz, nous avons choisi d’appliquer la méthode Suzuki avec un VNA 4 ports. Cette technique permet de déterminer l’impédance Z_{4TP} à partir de la mesure de neuf paramètres S . Le VNA n’ayant pas de traçabilité établie entre 100 kHz et 100 MHz, nous avons envisagé deux solutions pour résoudre ce problème.

La première solution envisagée a consisté à développer des impédances dont la variation en fréquence est calculable. La différence entre la valeur calculée et celle mesurée au VNA devait permettre d’évaluer les corrections de ce dernier. Pour caractériser complètement le VNA, des valeurs de résistance comprises entre quelques ohms et 100 k Ω étaient nécessaires. De nombreuses résistances en couches minces ont été synthétisées. À partir des couches minces élaborées, nous avons monté quatre résistances dans des boîtiers spécifiquement développés pour des mesures d’impédance 4TP dans le domaine de fréquences 100 kHz–100 MHz. Les valeurs de ces résistances sont : 48 Ω , 119 Ω , 960 Ω et 10 k Ω . La variation relative en fonction de la fréquence des quatre impédances est comprise entre quelques 10^{-5} à 10^{-3} jusqu’à 10 MHz, de quelques 10^{-3} à 10^{-2} jusqu’à 100 MHz. Comparativement à la variation relative d’une capacité étalon de 1000 pF, utilisée jusqu’à 10 MHz dans les LNM, la variation relative des impédances en couches minces est plus

faible de deux ordres de grandeur au-dessus de 1 MHz. La variation relative à 1 MHz des résistances couches minces de 118 Ω et 1 k Ω est comparable à la variation relative des résistances de 100 Ω et 1 k Ω développées par le NPL à cette même fréquence. Ces performances en fonction de la fréquence confirment bien la validité de l’approche du LNE dans l’utilisation de résistances en couches minces dans le *gap* 100 kHz–100 MHz. Cependant les caractéristiques électriques (dérive, coefficient de température, coefficient de puissance) des impédances du LNE sont limitées par l’état actuel du développement des couches minces. Bien que leurs propriétés fréquentielles soient indiscutables, leur dérive en fonction du temps en particulier ne permet pas aujourd’hui d’utiliser des impédances à base de couches minces comme étalons dans le *gap* des fréquences intermédiaires.

La seconde solution envisagée visait à établir la traçabilité du VNA 4 ports en calibrant ce dernier avec des étalons (court-circuit, circuit-ouvert, charge adaptée) dont la traçabilité au SI est établie. Pour mesurer une impédance Z_{4TP} , le VNA a été calibré au préalable avec la méthode SOLR. Nous avons mesuré une capacité étalon de 1000 pF, de 100 kHz à 10 MHz, et avons comparé les mesures obtenues avec le kit LNE traçable au SI avec les mesures obtenues avec un kit commercial non traçable ainsi que des valeurs publiées par d’autres laboratoires. Les résultats confirment la validité de l’approche utilisée pour établir la traçabilité des mesures d’impédance dans le *gap* de fréquences.

Dans le but de poursuivre cette démarche métrologique, il est prévu de développer des charges de 50 Ω étalon, en type N mâle, en type BNC et PC7, pour améliorer la traçabilité des mesures au VNA dans le *gap* de fréquences. Le développement d’un kit BNC traçable au SI pourra permettre de raccorder directement les capacités étalons de 1 pF à 1000 pF dont les connecteurs sont de type BNC.

Références

- [1] KIBBLE B.P. et RAYNER G.H., “Coaxial AC bridges”, *NPL Report*, 1984.
- [2] AWAN S. et KIBBLE P., “Towards accurate measurement of the frequency dependence of capacitance and Resistance Standards up to 10 MHz”, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, **54**, 2, avril 2005.
- [3] AWAN S. et KIBBLE P., “A Universal geometry for calculable frequency-response Coefficient of LCR Standards and New 10-MHz resistance and 1.6-MHz quadrature-bridge systems”, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, **56**, 2, avril 2007.
- [4] SUZUKI K., “A new universal calibration method for Four-Terminal-Pair admittance standards”, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, **40**, 2, avril 1991.
- [5] CALLEGARO L. et DURBIANO F., “Four terminal-pair impedances and scattering parameters”, *Meas. Sci. technol.*, **14**, 523, 2003.

- [6] MORILHAT A., « Synthèse de couches minces résistives par pulvérisation cathodique magnétron pour l'élaboration de résistances étalons calculables en courant alternatif », Thèse de doctorat de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, spécialité Sciences pour l'ingénieur et microtechniques, 11 janvier 2011.
- [7] ZIADE F., POLETAEFF A., SERRANO C. et ALLAL D., "Primary standard for S parameter measurements at intermediate frequencies (IF)", *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, soumis en mai 2012 IM-12-5813.
- [8] FERRERO A., PISANI U. et KERVIN K.J., "A new implementation of multiport automatic network analyzer", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, **40**, 11, 1992, 2078–2085.
- [9] ENGEN G.F. et HOER C.A., "Thru – Reflect – Line an improved technique for calibrating the dual six – port automatic network analyzer", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, **MTT-27**, 12, 1979.
- [10] FERRERO A. et PISANI U., "Two-port network analyzer calibration using an unknown "Thru" ", *IEEE Microwave and Guided Wave Letters*, **2**, 12, 1992, 505–507.
- [11] CALLEGARO L., "S-matrix method for high-frequency calibration of capacitors: uncertainty evaluation", *CPEM 2006 Conference Digest*, 2006, 536–537.

Article reçu le 22 mai 2012, version révisée reçue le 31 juillet 2012.