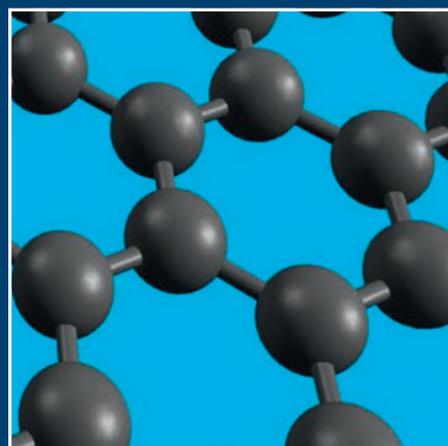
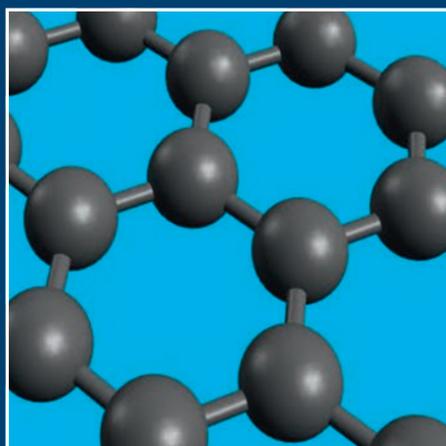
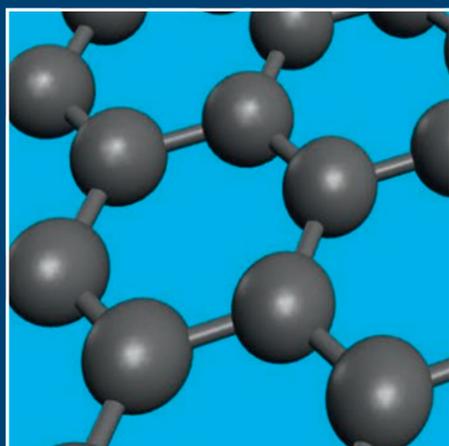
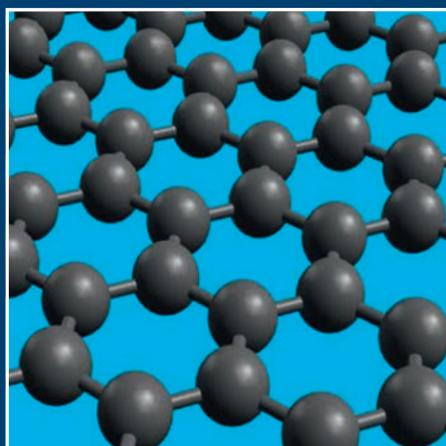


# Elektrische Quantennormale für die Praxis



## **Elektrische Quantennormale für die Praxis**

Titelbild:  
Die schematische Darstellung einer Monolage Graphen zeigt die hexagonale Struktur des Kristallgitters aus Kohlenstoff-Atomen

**Fachorgan für Wirtschaft und Wissenschaft, Amts- und  
Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt  
Braunschweig und Berlin**

**126. Jahrgang, Heft 3, September 2016**

## **Inhalt**

### Elektrische Quantennormale für die Praxis

- Elektrische Quantennormale und praktische Messtechnik – Einführung und Übersicht . . . . . 3  
*Uwe Siegener*
- Fertigungstechnologie für praxistaugliche Josephson-Spannungsnormale . . . . . 7  
*Johannes Kohlmann, Oliver Kieler*
- AC-Quantenvoltmeter für die Industrie . . . . . 15  
*Ralf Behr, Bernhard Smandek*
- Das pulsgetriebene AC-Josephson-Spannungsnormale . . . . . 25  
*Oliver Kieler*
- Impedanzmetrologie mit Josephson-Spannungsnormalen . . . . . 35  
*Stephan Bauer, Luis Palafox*
- Herstellung von Graphen für die Metrologie . . . . . 41  
*Klaus Pierz, Mattias Kruskopf*
- Quanten-Widerstandsnormale aus Graphen . . . . . 49  
*Franz Josef Ahlers, Jürgen Schurr*
- Quantenbasierte Messung und Erzeugung kleiner Stromstärken . . . . . 59  
*Hansjörg Scherer, Dietmar Drung*

### PTB-Innovationen

- Ausgesuchte Technologieangebote . . . . . 71

## Elektrische Quantennormale und praktische Messtechnik – Einführung und Übersicht

Uwe Siegner\*

Die Metrologie, die Wissenschaft vom exakten Messen, nutzt in zunehmendem Maße Quanteneffekte und Quantentechniken [1]. Aufbauend auf den Fortschritten in der Atom- und Festkörperphysik, der Lasertechnik und Nanotechnologie sind Metrologen heute in der Lage, einzelne Quantenanregungen, wie Photonen, Elektronen oder Flussquanten, zu manipulieren und zu detektieren. Mithilfe dieses quantenmetrologischen Ansatzes lassen sich Einheiten auf Fundamentalkonstanten beziehen, so wie bereits im Jahre 1900 von Max Planck vorgeschlagen [2]. Derart definierte Einheiten sind universell, d. h. unabhängig von Artefakten, Materialeigenschaften und dem Ort. Eine etwaige zeitliche Drift ist vernachlässigbar. Sie ist durch eine etwaige zeitliche Änderung der Fundamentalkonstanten gegeben, für die nach heutiger Kenntnis eine obere Grenze im Bereich  $10^{-16}$  pro Jahr angegeben werden kann [3]. Um diese Vorteile zu nutzen, plant die Meterkonvention, das Internationale System der Einheiten (SI) ab 2018 durch die Festlegung des Zahlenwertes von Konstanten zu definieren [4]. Die Bedeutung von Quantennormalen zur Darstellung und Weitergabe der SI Einheiten wird dadurch in Zukunft noch größer werden.

In der elektrischen Metrologie werden Quantennormale bereits heute in starkem Maße zur Reproduzierung und Bewahrung der elektrischen Einheiten genutzt. Das Volt, Einheit der elektrischen Spannung, wird mithilfe des Josephson-Effektes reproduziert. Zur Reproduzierung des Ohms, der Einheit des elektrischen Widerstandes, wird der Quanten-Hall-Effekt genutzt. Beide Quanteneffekte hängen nicht von den jeweils verwendeten Materialsystemen und den Details der verwendeten nanoelektronischen Schaltungen ab – die jeweiligen Ergebnisse stimmen auf dem Niveau von  $10^{-9}$  und besser überein. Dieser Umstand zusammen mit der seit 1990 internatio-

nal geltenden Festlegung der Konstanten, die zur Auswertung der Quanteneffekte benutzt werden (konventionelle Josephson-Konstante  $K_{J-90}$  und konventionelle von-Klitzing-Konstante  $R_{K-90}$ ), hat zu einer weltweiten Harmonisierung von Spannungs- und Widerstandsmessungen geführt. Davon hat die gesamte elektrische Messtechnik profitiert.

Die direkte Nutzung des Josephson- und des Quanten-Hall-Effektes war jedoch über lange Jahre nur sehr spezialisierten Instituten, in der Regel den nationalen Metrologie-Instituten an der Spitze der Kalibrierkette, möglich. Die Gründe dafür sind vielfältig. Zur Erzeugung metrologisch nutzbarer Josephson-Spannungen mit Amplituden in der Größenordnung 1 V bis 10 V müssen 10 000 bis 100 000 Josephson-Kontakte in einer Serienschaltung integriert werden. Eine verlässliche, industrietaugliche Fertigungstechnologie hierfür ist erst in den letzten Jahren entwickelt worden. Alternativ können mehrere Josephson-Schaltungen synchronisiert betrieben werden, sodass sich ihre Ausgangsspannungen addieren. Diese komplexe Messtechnik hat erst vor Kurzem beträchtliche Fortschritte gemacht. Die metrologische Nutzung des Quanten-Hall-Effektes in gebräuchlichen anorganischen Halbleiter-Heterostrukturen, wie GaAs/AlGaAs, erfordert besondere Messbedingungen: Temperaturen von 1 K und darunter und hohe Magnetfelder von etwa 10 T. Dies macht die Nutzung des Quanten-Hall-Effektes apparativ aufwendig und teuer. Abhilfe schaffen können neue Materialien, in denen ein robuster Quanten-Hall-Effekt bei höheren Temperaturen und niedrigeren Magnetfeldern auftritt. Ein solches Material ist Graphen, eine Schicht hexagonal koordinierter Kohlenstoffatome mit der Dicke einer oder weniger Atomlagen. Graphen findet seit wenigen Jahren Anwendung in der elektrischen Metrologie.

---

\* Dr. Uwe Siegner,  
Abteilung 2 "Elektrizität", E-Mail:  
uwe.siegner@ptb.de

Im vorliegenden Band der PTB-Mitteilungen wird dargestellt, dass elektrische Quantennormale in den letzten Jahren erheblich praxistauglicher geworden sind. Einige Quantennormale werden bereits kommerziell angeboten und von Kalibrierlaboratorien eingesetzt. Kalibrierketten können dadurch verkürzt und Kalibrierungen automatisiert werden, was den Zeitaufwand und die Kosten senkt. Die Entwicklung praxistauglicher elektrischer Quantennormale ist einer der Eckpunkte der Strategie der europäischen Metrologieorganisation EURAMET e. V. im Bereich Elektrizität und Magnetismus. Die PTB arbeitet intensiv an der Umsetzung dieser Strategie, sowohl durch eigene Forschung und Entwicklung als auch im Rahmen von Technologietransfer-Programmen mit Partnern aus der Industrie.

Einen Schwerpunkt dieser Entwicklung bilden Josephson-Normale für Wechselspannungsmessungen. Im Beitrag von J. Kohlmann und O. Kieler wird die Fertigungstechnologie für Josephson-Spannungsnormale behandelt. Basierend auf der Nb/Nb<sub>x</sub>Si<sub>1-x</sub>/Nb-Technologie zur Herstellung von SNS-Josephson-Kontakten (S: Supraleiter, N: Normalleiter) können heutzutage programmierbare binäre Josephson-Wechselspannungsnormale mit Ausgangsspannungen von 10 V mit hoher Fertigungsausbeute hergestellt werden. Derartige Schaltungen bestehen aus etwa 70 000 Josephson-Kontakten. Die Fertigungstechnologie wurde erfolgreich in die Industrie transferiert. Die Nb/Nb<sub>x</sub>Si<sub>1-x</sub>/Nb-Fertigungstechnologie findet auch Anwendung für pulsgetriebene Josephson-Spannungsnormale. Pulsgetriebene Normale ermöglichen im Unterschied zu programmierbaren binären Josephson-Normalen die Erzeugung beliebiger Wellenformen, insbesondere auch spektral reiner Sinussignale.

Programmierbare binäre Josephson-Wechselspannungsnormale sind eine Kernkomponente von Quantenvoltmetern zur Messung von Wechselspannungen. Solche „AC-Quantenvoltmeter“ erlauben die automatisierte Messung von Wechselspannungen bis zu Frequenzen von etwa 1 kHz mithilfe von Abtastverfahren. Die Unsicherheit ist dabei 10<sup>-6</sup> und besser. Erfasst wird die komplette Wellenform, nicht nur der Effektivwert wie bei den etablierten thermischen Verfahren zur Wechselspannungsmessung. Über den Stand der Entwicklung von AC-Quantenvoltmetern und den erfolgreichen Transfer der Technologie in die Industrie berichten R. Behr und B. Smandek.

Mit pulsgetriebenen Josephson-Spannungsnormalen lassen sich Form und Spektrum von Wechselspannungen exakt vorgeben. Das macht sie für metrologische Anwendungen besonders attraktiv. Lange Zeit waren jedoch die Spannungsamplituden auf wenige 100 mV begrenzt. Durch den synchronisierten Betrieb von bis zu acht

Josephson-Schaltungen konnte die Spannungsamplitude kürzlich auf 1 V erhöht werden. Diese Entwicklung, Messungen zur Verifizierung der Quantengenauigkeit pulsgetriebener Josephson-Spannungsnormale und erste messtechnische Anwendungen werden in dem Artikel von O. Kieler ausführlich beschrieben.

Impedanzmessbrücken dienen der Bestimmung von Impedanzverhältnissen rückgeführt auf Spannungsverhältnisse. In klassischen Impedanzmessbrücken werden die Spannungsverhältnisse mithilfe induktiver Teiler bestimmt. Alternativ können die Spannungen bzw. Spannungsverhältnisse mit Josephson-Spannungsnormalen bestimmt werden. Solche „Josephson-Impedanzmessbrücken“ bieten viele praktische Vorteile: Es lassen sich die Verhältnisse gleicher und unterschiedlicher Impedanzen messen, die Messung ist automatisierbar und kann über einen weiten Frequenzbereich erfolgen. Sowohl programmierbare binäre Josephson-Spannungsnormale als auch pulsgetriebene Josephson-Spannungsnormale kommen dabei zum Einsatz. Josephson-Impedanzmessbrücken sind das Thema des Artikels von S. Bauer und L. Palafox.

Für praxistaugliche Quanten-Hall-Widerstandsnormale wird ein Material mit einem zweidimensionalen Elektronensystem benötigt, das auch bei höheren Temperaturen, höheren Strömen und moderaten Magnetfeldern einen robusten Quanten-Hall-Effekt zeigt. Ein solches Material ist monolagiges Graphen. In dem Artikel von K. Pierz und M. Kruskopf wird die Herstellung von Graphen durch Dekomposition von SiC beschrieben. Für Quanten-Hall-Widerstandsnormale werden relativ große monolagige Graphenschichten benötigt. Bei deren Herstellung kommt der Substratvorbehandlung große Bedeutung zu. Auf die dafür entwickelten Verfahren wird besonders eingegangen. Die Magnetotransporteigenschaften von Quanten-Hall-Widerstandsnormalen aus Graphen werden in dem Artikel von F. J. Ahlers und J. Schurr adressiert. Graphenschichten zeigen hochreproduzierbare Widerstandswerte in Gleichstrommessungen. Auch erste Wechselstrommessungen haben vielversprechende Ergebnisse geliefert, deren Potenzial für die Impedanzmetrologie zurzeit intensiv untersucht wird.

Der letzte Artikel dieses Bandes von H. Scherer und D. Drung behandelt die Verstärkung kleiner Ströme und die Messung kleiner Stromstärken mit einem neuartigen Transimpedanzverstärker. Die Messungen werden auf den Quanten-Hall- und den Josephson-Effekt rückgeführt. Dabei liegt die Unsicherheit unter 10<sup>-7</sup>. Trotz seiner „Quantenwurzeln“ kann der Verstärker bei Raumtemperatur betrieben werden und ist praxistauglich. Entsprechende Geräte sind kommerziell erhältlich.

Abschließend sollen noch zwei weitere Punkte erwähnt werden, die die hohe Praxisrelevanz elektrischer Quantennormale illustrieren. Nach der Revision des SI wird das Kilogramm basierend auf der Planck-Konstante dargestellt und das Kelvin basierend auf der Boltzmann-Konstante. Zur Kilogrammdarstellung werden dann Wattwaagen eingesetzt werden, die mechanische und elektrische Leistung vergleichen. Die elektrische Leistung wird dabei rückgeführt auf Josephson-Spannungsnormale und Quanten-Hall-Widerstandsnormale. Zur Darstellung des Kelvins und zur Temperaturmessung kann Johnson-Rauschthermometrie eingesetzt werden. Das dazu erforderliche gut charakterisierte Quasi-Rauschsignal wird mithilfe von Josephson-Spannungsnormalen erzeugt. Das „elektronische Kilogramm“ und das „elektronische Kelvin“ zeigen, dass die Bedeutung praxistauglicher elektrischer Quantennormale in Zukunft noch steigen wird und über die elektrische Messtechnik hinausgeht.

## Literatur

- [1] Ernst O. Göbel und Uwe Siegener, *Quantum Metrology, Foundation of Units and Measurements*, Wiley (2015), ISBN 978-3-527-41265-5.
- [2] Max Planck, *Ueber irreversible Strahlungsvorgänge*, Ann. Physik **1**, 69 (1900).
- [3] N. Huntemann, B. Lipphardt, Chr. Tamm, V. Gerginov, S. Weyers und E. Peik, *Improved limit on a temporal variation of  $m_p/m_e$  from comparison of  $Yb^+$  and Cs atomic clocks*, Phys. Rev. Lett. **113**, 210802 (2014).
- [4] J. Stenger und J. H. Ullrich, *Für alle Zeiten ... und Culturen*, Physik Journal **13**, Nr. 11, 27 (2014).



# Fertigungstechnologie für praxistaugliche Josephson-Spannungsnormale

Johannes Kohlmann\*, Oliver Kieler\*\*

## 1. Einleitung

In der elektrischen Metrologie spielen Quantennormale bei der Reproduzierung und Bewahrung elektrischer Einheiten eine wichtige Rolle. So wird die Einheit der elektrischen Spannung, das Volt, mithilfe eines Quantennormals reproduziert. Dieses Quanten-Spannungsnormal basiert auf dem Josephson-Effekt [1], der an Kontakten aus zwei schwach gekoppelten Supraleitern auftritt. Herzstück dieser Quanten-Spannungsnormale ist eine integrierte Reihenschaltung aus tausenden oder sogar zehntausenden Josephson-Kontakten. Die Verfügbarkeit dieser komplexen Schaltungen ist eng mit einer leistungsfähigen Technologie verknüpft, die ihre zuverlässige und reproduzierbare Herstellung ermöglicht.

Obwohl das Konzept eines Josephson-Spannungsnormals relativ einfach ist, hat die Entwicklung von der Idee bis zu den aktuellen Varianten mehrere Jahrzehnte gedauert. Dieser lange Zeitraum wurde dadurch verursacht, dass neben entscheidenden neuen Ideen für Josephson-Spannungsnormale auch fundamentale Fortschritte der Fertigungstechnologie als wesentliche Voraussetzung zur Herstellung der integrierten Schaltungen erforderlich waren. Diese Weiterentwicklungen haben dabei auch von den erheblichen Fortschritten der Herstellungstechnologie in der Halbleiterindustrie profitiert.

In diesem Beitrag stellen wir die Fertigungstechnologie zur Herstellung integrierter supraleitender Josephson-Reihenschaltungen für Spannungsnormale vor. Die Entwicklung dieser Technologie über viele Jahre ist eng mit den Details der Josephson-Spannungsnormale verbunden. Deshalb fassen wir zunächst einige Grundlagen zu Josephson-Spannungsnormalen zusammen und skizzieren das Konzept und den Aufbau der Schaltungen, bevor wir die Fertigungstechnologie für moderne praxistaugliche Josephson-Spannungsnormale beschreiben.

Bei unserer Darstellung konzentrieren wir uns auf Entwicklungen an der PTB, die auch in verschiedenen Veröffentlichungen dargestellt sind (für einen Überblick z. B. [2, 3]). Vergleichbare

Aktivitäten zur Weiterentwicklung von Josephson-Spannungsnormalen gab und gibt es in einigen wenigen anderen Nationalen Metrologieinstituten, insbesondere in den USA und Japan sowie bei den Firmen Supracon AG in Deutschland und Hypres Inc. in den USA, die Schaltungen und komplette Messsysteme kommerziell anbieten [4]. Ein Teil dieser Entwicklungen hin zu einem kommerziellen Gerät wird im nächsten Beitrag von R. Behr und B. Smandek vorgestellt.

## 2. Grundlagen zu Josephson-Spannungsnormalen

Ausgangspunkt für Josephson-Spannungsnormale ist eine Veröffentlichung von Brian D. Josephson aus dem Jahr 1962, in der er theoretische Grundlagen der Supraleitung zur Beschreibung des Verhaltens zweier schwach gekoppelter Supraleiter einsetzt [1]. Als Ergebnis sagte er die heute sogenannten Josephson-Effekte für diese Art von Kontakten vorher, wofür er 1973 mit dem Nobelpreis für Physik ausgezeichnet wurde. Unter anderem kommt er zu dem Schluss, dass in der Strom-Spannungs-Kennlinie bei Einstrahlung elektromagnetischer Wellen im Mikrowellenbereich Stufen konstanter Spannung auftreten. Die Spannung dieser Stufen hängt dabei direkt von der Frequenz  $f$  der eingestrahlten Mikrowelle ab:

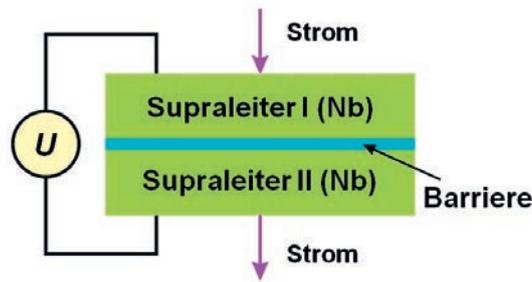
$$(1) \quad U_n = n \cdot f / K_J$$

Dabei ist  $n$  eine ganze Zahl, die die Ordnung der Stufe angibt ( $n = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3, \dots$ ) und  $K_J = 2e/h$  die Josephson-Konstante mit den beiden Naturkonstanten Elementarladung  $e$  und Planck'sches Wirkungsquantum  $h$ . Die erzeugten Spannungswerte für einen einzelnen Kontakt sind allerdings relativ gering; so ergibt sich ein Wert von etwa 20  $\mu\text{V}$  für die erste Stufe konstanter Spannung bei einer Mikrowellenfrequenz von 10 GHz bzw. von etwa 145  $\mu\text{V}$  bei 70 GHz ( $K_{J-90} = 0,4835979 \text{ GHz}/\mu\text{V}$ ). Für ein Spannungsnormal, das mit Ausgangsspannungen von 1 V oder 10 V für Anwendungen in der Praxis geeignet ist, müssen also viele tausend Josephson-

\* Dr. Johannes Kohlmann, Arbeitsgruppe 2.43 „Josephson-Schaltungen“, E-Mail: johannes.kohlmann@ptb.de

\*\* Dr. Oliver Kieler, Arbeitsgruppe 2.43 „Josephson-Schaltungen“, E-Mail: oliver.kieler@ptb.de

Bild 1:  
Schema eines Josephson-Kontakts. Zwei supraleitende Schichten sind durch eine dünne isolierende oder normalleitende Schicht getrennt. Die elektrischen Eigenschaften werden aus dem Spannungsabfall  $U$  über den Kontakt bestimmt, wenn ein Strom hindurchfließt.



Kontakte so zusammengeschaltet werden, dass sich der Spannungsabfall über alle Kontakte aufsummieren lässt.

Eine zusätzliche Anforderung an die Gestaltung entsprechender Schaltungen ist, dass jeder einzelne Josephson-Kontakt für optimale Ausbildung der Stufen konstanter Spannung in etwa die gleiche Mikrowellenleistung benötigt. Hierzu werden die Kontakte in geeignete verlustarme Hochfrequenzleitungen integriert. Die Zahl der Kontakte in einer einzelnen Leitung ist durch die Forderung begrenzt, dass sowohl der erste als auch der letzte Kontakt in der Leitung mit ausreichender Mikrowellenleistung für optimale Stufenausbildung versorgt werden. Für manche Schaltungstypen mit einer großen Zahl von Josephson-Kontakten muss die Mikrowellenleitung deshalb in mehrere Leitungen aufgeteilt werden, u. U. in einem mehrstufigen Verteilungsnetzwerk. Neben einer optimierten Fertigungstechnologie zur Herstellung dieser hochintegrierten Schaltungen ist also auch ein ausgefeiltes Mikrowellendesign erforderlich. Der lange Entwicklungszeitraum für moderne Josephson-Spannungsnormale wird so verständlich.

## 2.1 Unterdämpfte und überdämpfte Josephson-Kontakte

Das Prinzip aller Josephson-Spannungsnormale basiert auf Gleichung (1), nur die Details des Betriebs der Schaltungen bzw. ihrer Anwendungsmöglichkeiten unterscheiden sich. Die schwache Kopplung zweier Supraleiter für einen Josephson-Kontakt lässt sich dabei auf unterschiedliche Weise realisieren. Moderne Josephson-Spannungsnormale basieren auf planaren Kontakten, die in Dünnschichttechnologie hergestellt werden. Bild 1 zeigt schematisch einen solchen planaren Josephson-Kontakt: Zwei supraleitende Schichten sind durch eine dünne nicht-supraleitende Schicht getrennt, die sich durch eine isolierende oder normalleitende Schicht realisieren lässt.

Aufgrund ihrer elektrischen Eigenschaften lassen sich Josephson-Kontakte in zwei Klassen einteilen, und zwar in sogenannte unterdämpfte bzw. überdämpfte Kontakte. Diese beiden Klassen unterscheiden sich in ihren Strom-Spannungskennlinien, wie in Bild 2 gezeigt ist.

Während für unterdämpfte Kontakte eine hysteretische Kennlinie gemessen wird, ist die Kennlinie überdämpfter Kontakte nicht-hysteretisch. Die Stufen konstanter Spannung bilden sich für unterdämpfte Kontakte bei sehr kleinen Steuerströmen mit Stromstärken um 0 herum im rücklaufenden Ast der Kennlinie aus und überlappen stark. Die Kennlinie überdämpfter Kontakte bleibt auch unter Mikrowelleneinstrahlung eindeutig, und die Stufen konstanter Spannung treten bei unterschiedlichen Steuerströmen auf. Unterdämpfte Kontakte lassen sich typischerweise mit einer extrem dünnen, isolierenden Barriere zwischen den beiden Supraleitern realisieren, überdämpfte Kontakte mit einer normalleitenden Schicht; die entsprechenden Kontakte werden häufig auch als SIS- bzw. SNS-Kontakte bezeichnet, wobei S für Supraleiter steht, I für Isolator und N für Normalleiter.

Beide Klassen von Josephson-Kontakten sind im Laufe der Zeit für Spannungsnormale eingesetzt worden. Zu Beginn des Einsatzes von Josephson-Kontakten für Spannungsnormale bis Anfang der 1980er-Jahre wurden einzelne SNS-Kontakte aus verschiedenen Materialien eingesetzt. Bei vergleichsweise hohen Leistungen der eingestrahlt Mikrowelle mit einer Frequenz im Bereich von 10 GHz konnten maximale Ausgangsspannungen von etwa 10 mV erreicht werden. Eine erste Variante eines integrierten Josephson-Spannungsnormals für Ausgangsspannungen bis 1 V und später bis 10 V wurde neben einer erheblich verbesserten Fertigungstechnologie durch zwei wesentliche neue Ideen ermöglicht.

Zum einen wurden stark unterdämpfte Kontakte eingesetzt. Dies erlaubt den Betrieb einer Reihen-

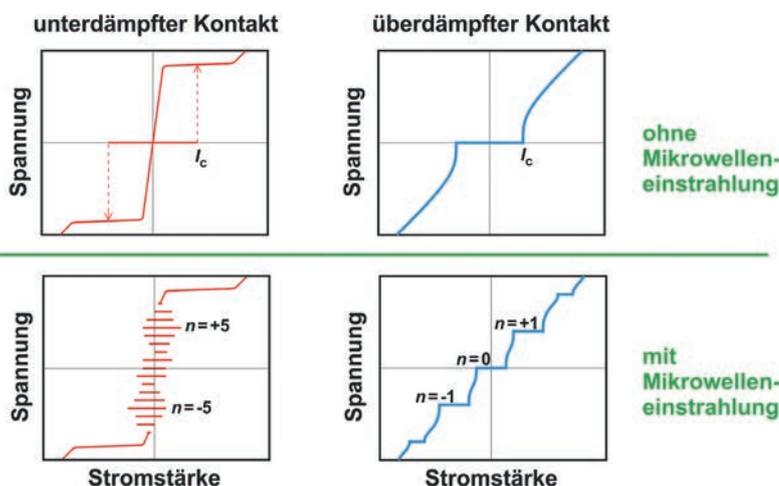


Bild 2:  
Strom-Spannungskennlinien für unterdämpfte (links) und überdämpfte (rechts) Josephson-Kontakte ohne (oben) und mit (unten) Mikrowelleneinstrahlung.  $I_c$  ist die kritische Stromstärke der Josephson-Kontakte,  $n$  gibt die Ordnung der Stufe an.

schaltung mit einer einzelnen Stromquelle, da bei geringer Mikrowellenleistung die Stufen konstanter Spannung bei kleinen Stromstärken stark überlappen und so unvermeidliche Parameterstreuungen der einzelnen Kontakte keine wesentliche Rolle mehr spielen. Zum zweiten wurde an der PTB vorgeschlagen, die Kontakte der Reihenschaltungen in eine angepasste Mikrowellenleitung geringer Impedanz zu integrieren. Wegen der geringen Mikrowellendämpfung lässt sich in dieser Mikrostreifenleitung eine große Zahl von Josephson-Kontakten bei optimaler Mikrowellenleistung betreiben. Die ersten 1-V-Schaltungen konnten im Jahr 1984 gemeinsam von der PTB und dem NBS (*National Bureau of Standards*, heute *National Institute of Standards and Technology*, NIST) in den USA verwirklicht werden und bestanden aus gut eintausend SIS-Kontakten, die bei einer Mikrowellenfrequenz um 70 GHz betrieben wurden [5]. Wenige Jahre später ließen sich 10-V-Schaltungen herstellen, die zwischen 14 000 und 20 000 SIS-Kontakte enthielten [6, 7]. Diese konventionellen Josephson-Spannungsnormale ermöglichen hochpräzise Gleichspannungsmessungen und sind in allen wichtigen nationalen Metrologieinstituten weltweit im Einsatz. Entsprechende Schaltungen und vollständige Messsysteme werden seit vielen Jahren von Supracon und Hypres kommerziell angeboten.

## 2.2 Von Gleichspannungen zu Wechselspannungen

Trotz ihres großen Erfolgs sind die konventionellen Josephson-Spannungsnormale auf Basis von SIS-Kontakten in ihren Anwendungen eingeschränkt. Da die Stufen konstanter Spannung stark überlappen, lässt sich u. a. weder eine bestimmte Stufe sehr schnell einstellen noch schnell und gezielt zwischen verschiedenen Stufen umschalten. Gleichspannungsanwendungen sind mit diesen Einschränkungen kein Problem, die Möglichkeit für Wechselspannungsanwendungen durch schnelles gezieltes Schalten zwischen verschiedenen Stufen besteht jedoch nicht.

Das zunehmende Interesse an schnell schaltbaren Schaltungen und hochpräzisen Wechselspannungen stimulierte Mitte der 1990er-Jahre die Entwicklung neuartiger Schaltungen für diese Anwendungen. Wie Bild 2 deutlich macht, müssen die unterdämpften Kontakte mit überlappenden Stufen durch überdämpfte Kontakte mit einer eindeutigen Strom-Spannungskennlinie ersetzt werden, um schnelles und gezieltes Schalten durch einfaches Verändern des Steuerstroms zu erreichen. Dieses Prinzip wird in binär geteilten Schaltungen umgesetzt. Als weitere Variante wurden pulsgetriebene Schaltungen zur Synthese spektral reiner Wellenformen entwickelt.

Die erste Variante für Wechselspannungsanwendungen basiert auf einer Reihenschaltung aus überdämpften Josephson-Kontakten, die in unabhängig voneinander angesteuerte Segmente unterteilt ist [8]. Häufig folgt dabei die Anzahl von Kontakten einer binären Sequenz, d. h. die Anzahl von Josephson-Kontakten in den Segmenten beträgt 1, 2, 4, 8, 16, 32 usw. Für reale Schaltungen werden dabei üblicherweise zwei Segmente mit je einem Kontakt eingesetzt. Durch das gezielte Ein- und Ausschalten der verschiedenen Segmente (Stufenordnung  $n = -1, 0, +1$ ) lassen sich unterschiedliche Spannungswerte erzeugen, so wie bei einem Digital-Analog-Wandler. Wenn die Steuer elektronik ausreichend schnell ist, lassen sich auf diese Weise stufenweise angenäherte Wechselspannungen erzeugen.

Mit geeigneten Messmethoden wie dem Abtastverfahren (englisch: *sampling*) lassen sich mit binär geteilten Schaltungen Wechselspannungen bis in den kHz-Bereich hochgenau messen. Die Entwicklung von binär geteilten Josephson-Schaltungen zu einem AC-Quantenvoltmeter für die Industrie wird im nächsten Beitrag von R. Behr und B. Smandek vorgestellt. Bei der Synthese von Wechselspannungen führt das Funktionsprinzip entsprechend einem Digital-Analog-Wandler jedoch dazu, dass neben der gewünschten Wellenform zahlreiche unerwünschte Oberwellen erzeugt werden. Für die Synthese spektral reiner Wechselspannungen sind binär geteilte Schaltungen deshalb nicht geeignet.

Zur Erzeugung spektral reiner Wechselspannungen mit beliebigen Wellenformen wurde vor etwa 20 Jahren am NIST in den USA eine weitere Variante vorgeschlagen, und zwar das pulsgetriebene Josephson-Spannungsnormale oder JAWS (englisch: *Josephson Arbitrary Waveform Synthesiser*, d. h. Josephson-Synthesizer für beliebige Wellenformen) [9]. Hierbei werden die überdämpften Josephson-Kontakte mit einer Folge kurzer Spannungspulse betrieben, wobei die momentane Ausgangsspannung von der Dichte der Pulse abhängt. Durch den Pulsbetrieb lassen sich Einschränkungen des Betriebs von Josephson-Kontakten auf einen schmalen Frequenzbereich überwinden. Dieses Wechselspannungsnormale wird im Beitrag von O. Kieler vorgestellt.

## 3. Fertigungstechnologie für Josephson-Spannungsnormale

### 3.1 Anforderungen und Grundlagen

Die Anforderungen an die Fertigungstechnologie für Josephson-Spannungsnormale sind extrem hoch, um Reihenschaltungen aus tausenden Kontakten zuverlässig herzustellen. Dies gelingt durch integrierte Schaltungen in Dünnschichttechnologie

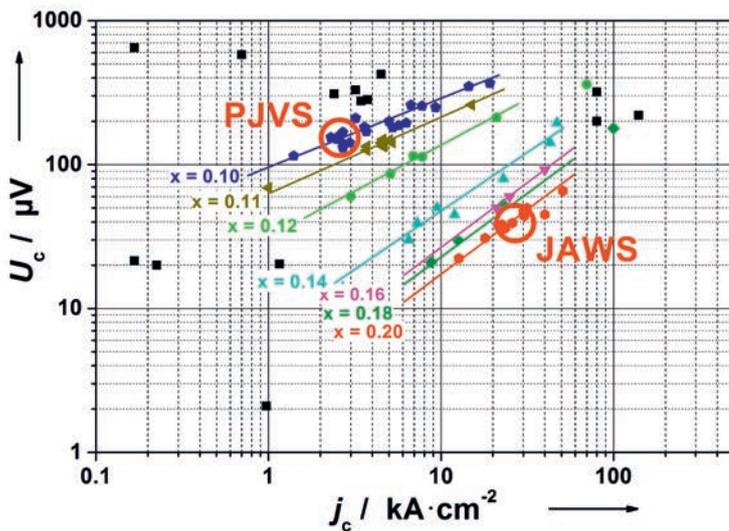


Bild 3: Abhängigkeit der charakteristischen Spannung  $U_c$  von der kritischen Stromdichte  $j_c$  für SNS-Kontakte mit normalleitender Niob-Silizium-Barriere ( $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ ). Die farbigen Linien markieren Bereiche mit konstantem Niob-Anteil  $x$  in der Barriere, in denen die Barrierendicke variiert wurde. Die typischen Parameterbereiche für binär geteilte (PJVS – englisch: *Programmable Josephson Voltage Standard*, d. h. programmierbares Josephson-Spannungsnormale) und pulsgetriebene Schaltungen (JAWS) sind gekennzeichnet.

mit Verfahren, die ähnlich auch in der Halbleiterindustrie für die Herstellung von Computer- oder Handychips eingesetzt werden. Deutliche Unterschiede bestehen jedoch zum Teil bei den eingesetzten Materialien, da für Josephson-Schaltungen supraleitende Schichten benötigt werden.

Die eingesetzten Materialien müssen einerseits haltbar und chemisch stabil sein, damit die fertigen Schaltungen lange einsatzfähig bleiben, andererseits einfach, homogen und reproduzierbar als dünne Schichten aufzubringen sein, um die Herstellung zuverlässig und nicht zu aufwendig zu gestalten. Zusätzlich müssen die verschiedenen Materialien miteinander sowohl bei der Herstellung als auch beim späteren Messbetrieb bei tiefen Temperaturen von 4,2 K ( $-269^\circ\text{C}$ ) kompatibel sein. Schließlich müssen sich die eingesetzten Materialien mit geeigneten Ätzprozessen strukturieren lassen, um aus den aufgetragenen Schichten integrierte Schaltungen herstellen zu können.

Im Laufe der Jahre sind verschiedene Materialien und Materialkombinationen intensiv untersucht worden. Der wesentliche Durchbruch bei der Entwicklung einer Fertigungstechnologie zur zuverlässigen Herstellung von stabilen Josephson-Schaltungen war die Einführung der Niob-Aluminium-Aluminiumoxid-Technologie im Jahr 1983 [10]. Diese Technologie verbindet den Einsatz des haltbaren und chemisch stabilen Metalls Niob als konventionellen Supraleiter mit einer kritischen Temperatur von 9,2 K ( $-264^\circ\text{C}$ ) mit der herausragenden Bedeckung dünner Aluminium-Schichten auf Niob und der extrem homogenen Bildung von sehr stabilem Aluminiumoxid durch

thermische Oxidation. Mit dem Aufbringen einer zweiten Niob-Schicht entstehen unterdämpfte Josephson-Kontakte mit einer Schichtenfolge Supraleiter-Isolator-Supraleiter (SIS). Auf Basis dieses Prozesses wurden und werden Schaltungen für konventionelle Josephson-Spannungsnormale für Gleichspannungsanwendungen hergestellt.

Dieser Herstellungsprozess ist im Laufe der Jahre immer wieder angepasst, erweitert und verbessert worden. Insbesondere der Austausch der Aluminiumoxid-Barriere durch verschiedene Materialien ermöglichte auch die Herstellung von Josephson-Kontakten mit anderen Eigenschaften. So wird der grundlegende Prozess bis heute zur Herstellung komplexer integrierter supraleitender Schaltungen für Josephson-Spannungsnormale und auch zahlreiche andere Anwendungen genutzt [11].

Um überdämpfte Josephson-Kontakte für Wechselspannungsnormale herzustellen, haben wir verschiedene Materialien für die Barriere untersucht und eingesetzt. Anforderungen an die Materialien waren dabei insbesondere, dass sie sich für die zuverlässige und reproduzierbare Herstellung von Josephson-Kontakten mit den erforderlichen elektrischen Parametern eignen und gleichzeitig mit der Niob-Fertigungstechnologie kompatibel sind. Die elektrischen Eigenschaften der Kontakte sollten den Betrieb bei 70 GHz ermöglichen, zumindest für binär geteilte Schaltungen.

Heute nutzen wir Josephson-Kontakte mit Barrieren aus Silizium, dem ein kleiner Anteil Niob von etwa 10 % bis 20 % zugesetzt ist [12, 13]. Der Zusatz von Niob bewirkt, dass sich die elektrischen Eigenschaften der Barriere aus Silizium von einem Halbleiter hin zu einem Normalleiter verändern, sodass wir SNS-Kontakte erhalten. Mit dieser Materialkombination lassen sich die charakteristischen Parameter der Josephson-Kontakte für verschiedene Anwendungen über die Schichtdicke und die Schichtzusammensetzung (d. h. Niob-Anteil) in einen weiten Bereich einstellen, wie Bild 3 mit der Abhängigkeit der charakteristischen Spannung  $U_c$  von der kritischen Stromdichte  $j_c$  zeigt. Die typischen Parameterbereiche für binär geteilte und pulsgetriebene Schaltungen sind gekennzeichnet. Die Frequenzbereiche liegen dabei um 70 GHz für binär geteilte [14] bzw. um 15 GHz für pulsgetriebene Josephson-Schaltungen [15].

### 3.2 Grundlagen der Fertigungstechnologie

Die für die Herstellung von Josephson-Reihenschaltungen erforderlichen Anlagen sind an der PTB in einem Reinraumbereich ähnlich wie in der Halbleiterindustrie untergebracht. Bild 4 zeigt einen Teil dieses Bereichs. Mit speziellen Filtern an der Decke werden Partikel weitgehend aus der Luft gefiltert, da jeder Partikel zum Ausfall

einer ganzen Josephson-Schaltung führen kann. Eine aufwendige Klimatisierung stabilisiert die Temperatur und die Luftfeuchtigkeit für optimale reproduzierbare Arbeitsbedingungen.

Die Fertigung der Schaltungen erfolgt in Dünnschichttechnologie. In geeigneten Beschichtungsanlagen werden unter stark reduziertem Druck (Vakuumanlagen) in Plasmaprozessen dünne Schichten mit Dicken von etwa 10 nm bis 500 nm aufgebracht (1 nm (Nanometer) entspricht 1 millionstel Millimeter). Metallschichten werden meist in einem Plasmaprozess (Sputtern) aufgebracht, bei dem das Edelgas Argon für das Plasma eingesetzt wird (typischer Druck: weniger als 1 Pa). Die Qualität der Schichten und ihre Eigenschaften hängen dabei von verschiedenen Parametern ab, wie z. B. Argon-Druck, Energie der Argon-Ionen, Temperatur etc. Um homogene Schichten hoher Qualität aufzubringen, müssen die einzelnen Beschichtungsprozesse entsprechend optimiert werden.

Zur Strukturierung der Schichten mit der eigentlichen Bildung der Josephson-Kontakte und weiterer Elemente wie Widerständen oder Filterstrukturen mit Induktivitäten und Kapazitäten ist zunächst die Lithografie mit UV- oder Elektronenstrahl-empfindlichen Fotolacken erforderlich. Hierbei werden dünne Fotolackschichten mit einer Dicke von etwa 0,5  $\mu\text{m}$  bis 1,5  $\mu\text{m}$  oder aufwendigere Fotolacksysteme mit UV-Licht oder einem Elektronenstrahl „belichtet“, d. h. so verändert, dass nach einem Entwicklungsprozess zu entfernende Teile der Schichten freiliegen, während der Rest durch Fotolack geschützt ist (1  $\mu\text{m}$  (Mikrometer) entspricht 1 tausendstel Millimeter). Für die Lithografie setzen wir an der PTB inzwischen hauptsächlich einen Elektronenstrahlsschreiber ein, der eine kontaktlose Belichtung ermöglicht; die Schaltungsausbeute wird dadurch im Vergleich zur optischen Kontakt-Lithografie mit Fotomaske deutlich verbessert. Durch den Einsatz des Elektronenstrahlsschreibers lassen sich außerdem die erzeugten Strukturen in den Sub-Mikrometer-Bereich verkleinern und gleichzeitig eine extrem hohe Justiergenauigkeit der bis zu zehn Lithografie-Schritte sicherstellen, die für einen vollständigen Herstellungsprozess von Josephson-Schaltungen benötigt werden.

Anschließend erfolgt ein geeigneter Trockenätzprozess als Plasmaprozess mit reaktiven Gasen in entsprechenden Ätzanlagen bei stark reduziertem Druck (Vakuumanlagen), bei dem die freiliegenden Teile der Schichten entfernt werden. Als reaktive Komponente in den Ätzgasen nutzen wir dabei überwiegend Fluor, so in  $\text{CF}_4$  oder  $\text{SF}_6$  zum Niob-Ätzen und  $\text{CHF}_3$  zum Ätzen von Siliziumdioxid ( $\text{SiO}_2$ ); der Druck der Ätzgase beträgt üblicherweise weniger als 1 Pa. Auch die Ätzprozesse müssen zunächst optimiert werden, wobei u. a. der Druck des Ätzgases, die Zugabe weiterer Gase, die



Bild 4: Blick in den Weißbereich des PTB-Reinraumzentrums, in dem u. a. Josephson-Schaltungen hergestellt werden. Spezielle Reinraumkleidung ist zur Minimierung von Verunreinigungen durch Partikel erforderlich. Verschiedene Beschichtungs- und Ätzanlagen sind Teil der Dünnschichttechnologie.

Energie sowie die Dichte des Plasmas eine wesentliche Rolle spielen. Schließlich wird die Fotolackstruktur für den nächsten Bearbeitungsschritt mit geeigneten Lösemitteln wie Aceton sorgfältig entfernt. Zwischendurch wird immer wieder mithilfe eines Mikroskops überprüft, dass die einzelnen Prozessschritte erfolgreich verlaufen sind. In mehreren aufeinanderfolgenden Beschichtungs- und Ätzprozessen lassen sich so nach und nach die gewünschten Strukturen erzeugen.

Ausgangspunkt für die Herstellung von Josephson-Schaltungen ist ein Silizium-Wafer, der als Unterlage für die Beschichtungsprozesse dient. Diese Wafer sind in verschiedenen Größen kommerziell erhältlich, da sie auch in der Halbleiterindustrie eingesetzt werden. Die Wafer werden aus runden, nahezu perfekten Einkristallen geschnitten und verfügen über eine spiegelblank polierte Oberfläche mit extrem geringer Rauheit, um eine hohe Qualität der aufgetragenen Schichten sicherzustellen. Wir nutzen Wafer mit einem Durchmesser von 3 Zoll (ca. 7,6 cm) und einer Dicke von etwa 385  $\mu\text{m}$ , die üblicherweise thermisch oxidiert sind.

### 3.3 Herstellung von Josephson-Reihenschaltungen

Im Folgenden skizzieren wir den Herstellungsprozess für Josephson-Schaltungen, dessen wesentliche Schritte schematisch auch in Bild 5 gezeigt sind. Die Herstellung beginnt mit den Schichten, aus denen später die Josephson-Kontakte gebildet werden. Dazu wird zunächst eine etwa 180 nm dicke Niob-Schicht in einem Plasmaprozess (Sputtern) aufgebracht; diese Schicht bildet später die Basiselektrode der Josephson-Kontakte. In einem Co-Sputter-Prozess werden anschließend gleichzeitig Silizium und ein kleiner Anteil Niob für die spätere Barriere mit einer Dicke von etwa 20 nm abgeschieden, wobei der Niob-Anteil je

nach Anwendung etwa 10 % bis 20 % beträgt. Als Gegenelektrode der Josephson-Kontakte wird schließlich noch eine typischerweise 100 nm dicke Niob-Schicht aufgebracht.

Durch diesen In-situ-Prozess, d. h. ohne den Wafer aus der Beschichtungsanlage zu entfernen, erreichen wir, dass Verunreinigungen an den Grenzflächen zwischen den einzelnen Schichten minimiert werden und so der Prozess möglichst reproduzierbar abläuft. Die Schichten für die Josephson-Kontakte werden dabei in einem

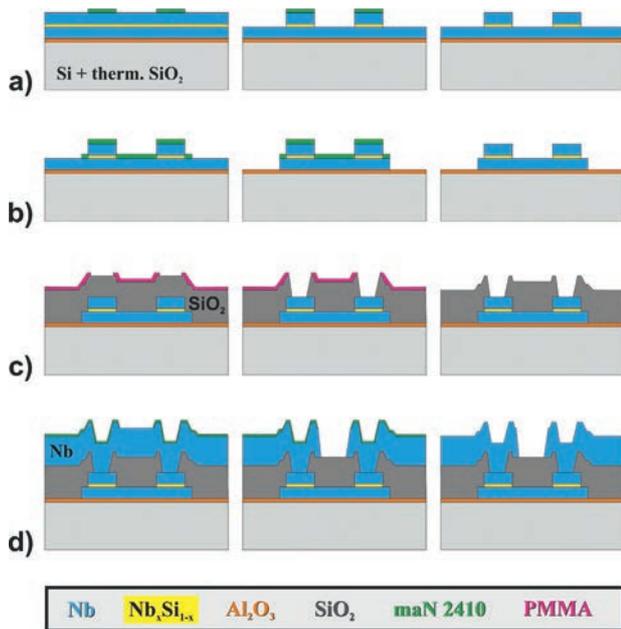


Bild 5: Schematische Darstellung des Herstellungsprozesses anhand von zwei Josephson-Kontakten: a) Definition der Josephson-Kontakte, b) Definition der Basiselektrode, c) SiO<sub>2</sub>-Isolation und Ätzen der Fenster, d) Verdrahtungsschicht. maN 2410 und PMMA sind Elektronenstrahl-empfindliche Lacke

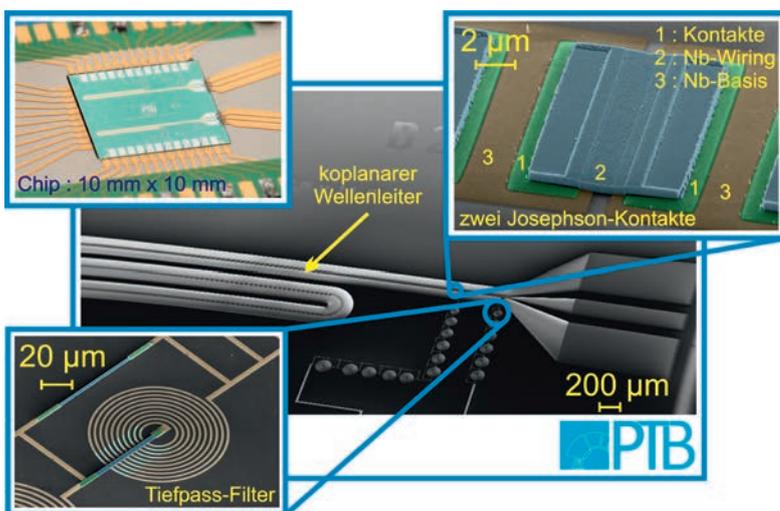


Bild 6: Foto eines Chips mit zwei pulsgetriebenen Schaltungen (oben links). Die drei anderen Bilder zeigen Rasterelektronen-Mikroskop-Aufnahmen (teilweise nachträglich eingefärbt) von Teilen einer pulsgetriebenen Schaltung wie Hochfrequenz-Filter (unten links), koplanarer Wellenleiter (Mitte) sowie zwei Josephson-Kontakte (oben rechts).

modernen Cluster-Sputter-System aufgebracht, das einen vollautomatischen computergesteuerten Prozessablauf ermöglicht. Dadurch können sehr homogene Schichten mit geringer Parameterstreuung und hoher Reproduzierbarkeit hergestellt werden. Dies ist eine wichtige Voraussetzung, um die Herstellung großer Serienschaltungen aus vielen tausend Josephson-Kontakten mit hoher Ausbeute sicherzustellen.

In einem ersten Strukturierungsschritt werden die Kontaktflächen der Josephson-Kontakte definiert, indem zunächst die entsprechende Struktur in einer Fotolackschicht erzeugt und anschließend die Niob-Gegenelektrode mit SF<sub>6</sub> geätzt wird (Bild 5a). Mit einer zweiten Fotolackstruktur wird daraufhin die Basiselektrode mit einem zweiten SF<sub>6</sub>-Ätzprozess strukturiert (Bild 5b). Hierbei setzen wir eine moderne Hochraten-Ätzanlage (ICP-RIE) ein, die es ermöglicht, die Energie und die Dichte des Ätzplasmas unabhängig voneinander einzustellen (ICP-RIE, englisch: *inductively coupled plasma reactive-ion etching* bedeutet reaktives Ionenätzen mit einem induktiv gekoppelten Plasma). Dieses Verfahren ermöglicht hohe Ätzraten bei gleichzeitig steilen Ätzflanken, die u. a. für gestapelte Josephson-Kontakte benötigt werden.

Anschließend wird eine typischerweise 400 nm dicke Siliziumdioxid-Schicht als Isolation zwischen der folgenden Verdrahtungsschicht und der unten liegenden Basiselektrode aufgebracht. Hierbei kommt eine leistungsfähige PECVD-Anlage zum Einsatz, die mittels plasmaunterstützter chemischer Gasphasenabscheidung das Aufbringen eines hochwertigen Dielektrikums mit guter Kantenbedeckung und ohne Löcher (sog. *pinholes*) ermöglicht (PECVD, englisch: *plasma-enhanced chemical vapour deposition*, d. h. plasmaunterstützte chemische Gasphasenabscheidung). Um die elektrische Kontaktierung der Verdrahtungsschicht an die Gegenelektrode der Josephson-Kontakte zu ermöglichen, wird eine Fotolackstruktur aufgebracht, mit der entsprechende „Fenster“ in diese Isolationschicht geätzt werden (Bild 5c; Ätzgas: CHF<sub>3</sub>).

Bevor die Niob-Verdrahtungsschicht mit einer Dicke von 550 nm aufgebracht wird, findet ein intensiver Plasma-Reinigungsprozess der Oberfläche mit Argon statt, um eine perfekte supraleitende Verbindung zur Niob-Gegenelektrode sicherzustellen. Anschließend wird die Verdrahtungsschicht mit der entsprechenden Fotolackstruktur in einem SF<sub>6</sub>-Ätzprozess strukturiert (Bild 5d). Nach diesem Prozessschritt ist die Josephson-Reihenschaltung elektrisch betriebsbereit und für einige Anwendungen ist die Herstellung so gut wie abgeschlossen. So wird z. B. für pulsgetriebene Josephson-Schaltungen nur noch ein definierter Abschlusswiderstand der Mikrowellenleitung (Koplanarleitung) benötigt, der aus einer 300 nm dicken Gold-Palladium-Schicht analog wie weiter unten beschrieben her-

gestellt wird; diese Schicht wird gleichzeitig auch für elektrische Widerstände in den Hochfrequenz-Filtern der Signalleitungen genutzt. Bild 6 zeigt ein Foto sowie Rasterelektronen-Mikroskop-Aufnahmen von einer pulsgetriebenen Schaltung.

Für andere Anwendungen wie z. B. binär geteilte Josephson-Schaltungen sind noch zusätzliche Schichten für eine Mikrowellen-Übertragungsleitung erforderlich. In diesen Fällen wird nun als Dielektrikum für diese Leitung eine relativ dicke Siliziumdioxidschicht mit einer Dicke von etwa 1,5 µm aufgebracht. Als zweite Elektrode für diese Mikrostreifenleitung wird neben der Elektrode aus Josephson-Kontakten und Verdrahtungsschicht eine 250 nm dicke Niob-Schicht (Nb-Grundplatte) aufgebracht und entsprechend mit SF<sub>6</sub> strukturiert. Als definierter Abschluss der Mikrostreifenleitung wird schließlich noch eine 300 nm dicke Schicht aus Gold-Palladium aufgebracht, die durch ihren geeigneten Hochfrequenzwiderstand die Mikrowelle vollständig absorbiert. So werden Reflektionen und als Folge eine inhomogene Mikrowellenverteilung in der Leitung verhindert.

Da sich Gold-Palladium nicht ohne Weiteres in einem Plasmaprozess strukturieren lässt, wird hier ein anderes Verfahren angewandt, das im Englischen Lift-off-Prozess genannt wird. Hierzu wird zunächst ein negatives Abbild der entsprechenden Struktur im Fotolack erzeugt. Anschließend wird die Gold-Palladium-Schicht aufgebracht, wobei sich die Schicht teilweise auf dem Fotolack befindet. Wird der Fotolack nun mit einem Lösemittel wie Aceton entfernt, werden die Teile der Schicht, die sich auf Fotolackbereichen befinden, ebenfalls vom Wafer entfernt. Auf diese Weise lässt sich also ebenfalls eine strukturierte Schicht erzeugen, zumindest bei einfachen und nicht zu komplexen Strukturen.

Um die Ebene mit den Josephson-Kontakten elektrisch anschließen zu können, wird schließlich noch die Siliziumdioxid-Schicht über den entsprechenden Anschlussflächen in einem geeigneten Ätzprozess entfernt. Eine schematische Darstellung eines kleinen Stücks der Mikrostreifenleitung eines fertig prozessierten Wafers mit vier Josephson-Kontakten zeigt Bild 7. Über die Jahre ist diese Fertigungstechnologie immer weiter entwickelt und verbessert worden. So lassen sich komplexe integrierte Josephson-Schaltungen an der PTB zuverlässig herstellen. Bild 8 zeigt ein Foto einer binär geteilten 10-V-Schaltung mit 69632 Josephson-Kontakten.

Gibt es trotz dieser Erfolge weiteren Entwicklungsbedarf? Für die meisten Schaltungen sind die Josephson-Kontakte nebeneinander angeordnet und füllen die Fläche der Chips weitgehend aus. Um die Zahl von Josephson-Kontakten und somit die Ausgangsspannung weiter zu erhöhen, lassen sich die Kontakte auch übereinander stapeln, wie

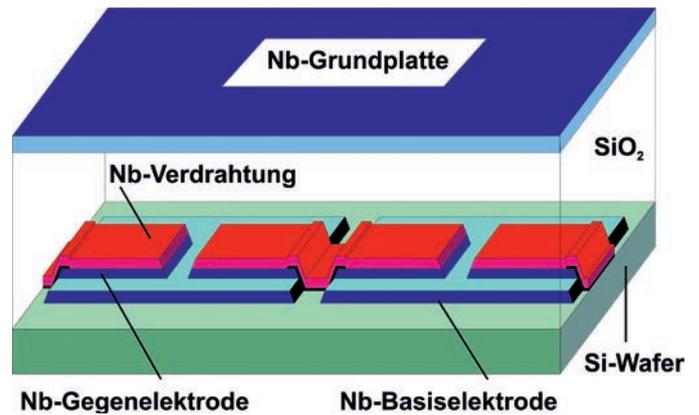


Bild 7: Schematische Darstellung von vier Josephson-Kontakten, die in eine Mikrostreifenleitung zur Mikrowellenübertragung integriert sind (nicht maßstäblich). In den realen 10-V-Schaltungen haben die Josephson-Kontakte eine Länge von 6 µm und eine Breite von 20 µm.

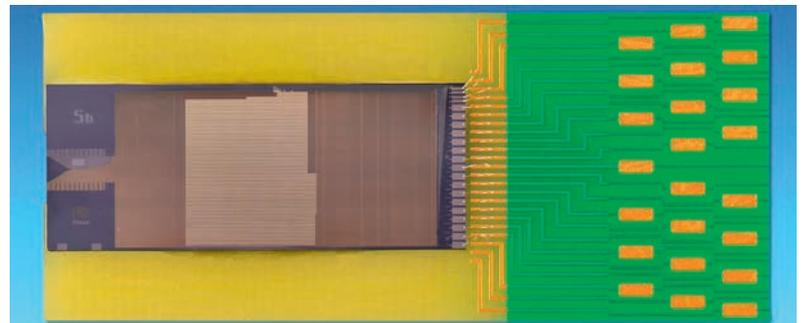


Bild 8: Foto einer binär geteilten 10-V-Schaltung mit 69632 Josephson-Kontakten auf einem Träger (Chipcarrier) für die elektrischen Anschlüsse. Die Mikrowelle wird von links über die Antenne in die Schaltung eingekoppelt und in 128 parallele Mikrostreifenleitungen mit jeweils bis zu 582 Josephson-Kontakten aufgeteilt. Rechts auf dem Silizium-Chip befinden sich die elektrischen Anschlussflächen für die einzelnen Segmente der Schaltung.

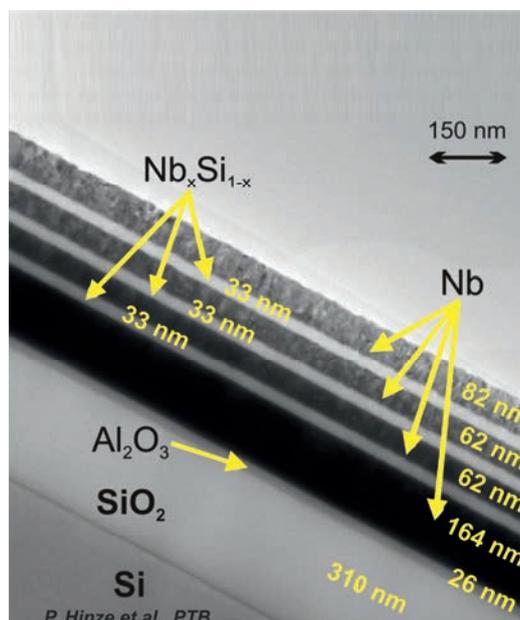


Bild 9: Hochauflösende Transmissions-Elektronenmikroskop-Aufnahme eines Schichtstapels für dreifach gestapelte Josephson-Kontakte mit der Schichtenfolge SNSNSNS. Deutlich sind die drei Barrieren aus Niob-Silizium (NbSi) mit einer Dicke von je 33 nm als helle Bereiche zwischen den dunkleren Niob-Schichten zu erkennen. Auf dem Silizium-Wafer (u. li.) befinden sich noch eine Siliziumdioxid-Schicht (SiO<sub>2</sub>; thermisches Oxid) mit einer Dicke von 310 nm und eine Aluminiumoxid-Schicht (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; Ätzstopschicht) mit einer Dicke von 26 nm.

wir für pulsgetriebene Schaltungen bereits zeigen konnten [15]. Dabei sind gestapelte Kontakte technologisch erst dadurch ermöglicht worden, dass die Parameterstreuung zwischen den Kontakten im Stapel durch den Einsatz des vollautomatischen Cluster-Sputter-Systems äußerst gering ist und sich die SNS-Kontakte mit NbSi-Bariere reaktiv mit sehr steilen Flanken ätzen lassen, wodurch eine Veränderung der Größe (und damit der elektrischen Eigenschaften) der Kontakte im Stapel vermieden wird. Bild 9 zeigt in einer hochauflösenden Transmissions-Elektronenmikroskop-Aufnahme einen Schnitt durch einen Schichtstapel für dreifach gestapelte Kontakte, dessen drei Barrieren deutlich zu erkennen sind. Augenblicklich arbeiten wir daran, die Zahl der Kontakte in einem Stapel und somit die Integrationsdichte der Schaltungen weiter zu erhöhen. So gibt es auch nach vielen Jahren immer noch Weiterentwicklungen und Verbesserungen der Fertigungstechnologie für praxistaugliche Josephson-Spannungsnormale.

#### 4. Zusammenfassung

Josephson-Spannungsnormale als Quantennormale für die Einheit der elektrischen Spannung, das Volt, sind seit vielen Jahren von großer Bedeutung für die elektrische Metrologie. Konventionelle Josephson-Spannungsnormale mit Ausgangsspannungen bis 10 V sind für Gleichspannungsanwendungen weltweit verbreitet. Josephson-Spannungsnormale auf Basis überdämpfter Kontakte eröffnen neue Möglichkeiten für Wechselspannungsanwendungen. Einige Anwendungen dieser Josephson-Spannungsnormale werden in weiteren Beiträgen in diesem Heft vorgestellt. Herzstück aller Josephson-Spannungsnormale ist eine integrierte Reihenschaltung aus tausenden oder sogar zehntausenden Josephson-Kontakten. Für die erfolgreiche Herstellung dieser Josephson-Spannungsnormale ist eine hochentwickelte Fertigungstechnologie eine ganz wesentliche Voraussetzung. Mit der fehlerfreien Herstellung dieser komplexen Josephson-Schaltungen konnten wir die weltweit führende Rolle der PTB in diesem Gebiet bestätigen. Schaltungen aus der PTB werden in zahlreichen Ländern der Welt erfolgreich eingesetzt.

#### Danksagung

Diese Arbeiten wurden zum Teil mit finanzieller Unterstützung durch die Europäische Union im Rahmen von EMRP JRP SIB59 Q-WAVE ausgeführt. Das EMRP wird gemeinsam von den EMRP-Teilnehmerstaaten innerhalb von EURAMET und der Europäischen Union finanziert.

#### Literatur

- [1] B.D. Josephson, *Possible new effects in superconductive tunnelling*, Phys. Lett. **1**, Heft 7, 251–253 (1962).
- [2] R. Behr, O. Kieler, J. Kohlmann, F. Müller und L. Palafox, *Development and metrological applications of Josephson arrays at PTB*, Meas. Sci. Technol. **23**, Heft 12, 124002 (2012).
- [3] J. Kohlmann, *Quantum standards for voltage*, in *Applied Superconductivity: Handbook on Devices and Applications*, P. Seidel (Ed.), Wiley-VCH, 807–827 (2015).
- [4] [www.supracon.com](http://www.supracon.com) bzw. [www.hypres.com](http://www.hypres.com) (Letzter Zugriff am 31.10.2016).
- [5] J. Niemeyer, J.H. Hinken und R.L. Kautz, *Microwave-induced constant-voltage steps at one volt from a series array of Josephson junctions*, Appl. Phys. Lett. **45**, Heft 4, 478–480 (1984).
- [6] F. Lloyd, C.A. Hamilton, J. Beall, D. Go, R.H. Ono und R.E. Harris, *A Josephson array voltage standard at 10 V*, IEEE Electron Device Lett. **8**, Heft 10, 449–450 (1987).
- [7] R. Pöpel, J. Niemeyer, R. Fromknecht, W. Meier und L. Grimm, *1- and 10-V series array Josephson voltage standards in Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Nb technology*, J. Appl. Phys. **68**, Heft 8, 4294–4303 (1990).
- [8] C.A. Hamilton, C.J. Burroughs und R.L. Kautz, *Josephson D/A converter with fundamental accuracy*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **44**, Heft 2, 223–225 (1995).
- [9] S.P. Benz und C.A. Hamilton, *A pulse-driven programmable Josephson voltage standard*, Appl. Phys. Lett. **68**, Heft 22, 3171–3173 (1996).
- [10] M. Gurvitch, W.A. Washington und H.A. Huggins, *High quality refractory Josephson tunnel junctions utilizing thin aluminium layers*, Appl. Phys. Lett. **42**, Heft 5, 472–474 (1983).
- [11] S. Anders, M.G. Blamire, F.-Im. Buchholz, *et al*, *European roadmap on superconductive electronics – status and perspectives*, Physica C **470**, Heft 23–24, 2079–2126 (2010).
- [12] B. Baek, P.D. Dresselhaus und S.P. Benz, *Co-Sputtered amorphous Nb<sub>x</sub>Si<sub>1-x</sub> barriers for Josephson-junction circuits*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **16**, Heft 4, 1966–1970 (2006).
- [13] T. Scheller, F. Müller, R. Wendisch, O. Kieler, K. Störr, T. Weimann, B. Egeling, L. Palafox, R. Behr und J. Kohlmann, *SNS junctions for AC Josephson voltage standards*, Physics Procedia **36**, 48–52 (2012).
- [14] F. Müller, T. Scheller, J. Lee, R. Behr, L. Palafox, M. Schubert und J. Kohlmann, *Microwave design and performance of PTB 10 V circuits for the programmable Josephson voltage standard*, World J. Condens. Matter Phys. **4**, Heft 3, 107–122 (2014).
- [15] O.F. Kieler, R. Behr, R. Wendisch, S. Bauer, L. Palafox und J. Kohlmann, *Towards a 1 V Josephson Arbitrary Waveform Synthesizer*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **25**, Heft 3, 1400305 (2015).

# AC-Quantenvoltmeter für die Industrie

Ralf Behr\*, Bernhard Smandek\*\*

Die Bundesregierung beabsichtigt, mit der „Neuen Hightech-Strategie“ mehr Wachstum und Wohlstand durch Wissensvorsprung zu schaffen. Deutschland soll weiterhin Innovationsführer in internationalen Märkten sein. Dabei wird festgestellt, dass ein leistungsstarkes Messwesen Grundvoraussetzung hierfür ist. Denn: Nur das kann hochwertig produziert werden, was auch vermessen werden kann [1].

Die Darstellung und Weitergabe elektrischer Größen – hier der Einheit „Volt“ – nimmt aufgrund ihrer Bedeutung in Energie-, Steuerungs- und Digitaltechnik in dieser Strategie eine offensichtliche Rolle ein. Allerdings ist die Einführung der neuartigen Darstellungsform der Einheit „Volt“ komplex. Sie beruht auf Quanteneffekten, Lithografiertechnologien und ultrakalten Bauelementen. Wie es fast 100 Jahre von der Entwicklung der

\* Dr. Ralf Behr,  
Arbeitsgruppe 2.63  
„Josephson-Effekt,  
Spannung“, E-Mail:  
ralf.behr@ptb.de

\*\* Dr. Bernhard Smandek,  
Q. 33 „Technologietransfer“, E-Mail:  
bernhard.smandek@  
ptb.de

Tabelle 1:  
Historie der wichtigsten Entwicklungen zum Josephson-Spannungsnormale

Meilensteine, Josephson-Spannungsnormale der PTB und des Technologietransfers	
1962	B. Josephson postuliert mögliche neue Tunneleffekte zwischen zwei Supraleitern. (1973 Nobelpreis für Physik)
1963	S. Shapiro weist die Stufen konstanter Spannung unter Mikrowelleneinstrahlung experimentell nach.
1968-1971	Die PTB beginnt, eine erste 1-V-Spannungsvergleichs-Apparatur auf Basis eines einzelnen Josephson-Kontakts zu entwickeln.
1972	Vergleiche des BIPM ( <i>Bureau International des Poids et Mesures</i> ) mit NSL (Australien), NPL (Großbritannien), NBS (heute NIST, USA) und der PTB stimmen auf besser als $10^{-7}$ überein. Erste, allerdings weltweit nicht einheitliche, Festlegungen der Josephson-Konstante: $K_J = h/2e$ , mit $K_{J-72} = 483594$ GHz/V für die Bundesrepublik Deutschland.
1984	Die PTB entwickelt zusammen mit dem NBS das erste Josephson-Spannungsnormal-Array für 1 V Gleichspannung mit mehr als 1000 Kontakten und einer Unsicherheit von besser als $10^{-8}$ .
1990	Erstes Josephson-Spannungsnormal-Array für 10 V (Gleichspannung) und bis heute gültige Festlegung der Josephson-Konstante $K_{J-90} = 483597,9$ GHz/V.
1995	Das NIST schlägt programmierbare Josephson-Kontakte für Wechselspannung vor.
1996-1999	Die PTB transferiert die Technologie für 10-V-Josephson-Gleichspannungsnormale an die PREMA und ans IPHT, heute werden die Schaltungen und Systeme von der Supracon AG vertrieben.
1996-2006	Die PTB entwickelt programmierbare Josephson-Spannungsnormal-Arrays: 1998 erstes 1-V-Array für Gleichspannung und ab 2001 für Wechselspannung; weltweit erste 10 V für Gleichspannung (2000) und Wechselspannung (2006).
2008-2014	Die PTB transferiert die Technologie für programmierbare 10-V-Josephson-Schaltungen an die Supracon AG und entwickelt zusammen mit der esz AG und der Supracon AG das AC-Quantenvoltmeter.
2014	Grundlagenforschung für die nächste Generation: erstes pulsgetriebenes Josephson-Spannungsnormale für 1 V.
2015	Markteinführung des AC-Quantenvoltmeters durch die Supracon AG.

Relativitätstheorie zur Nutzung im Fahrzeug-Navigationssystem dauerte, so vergingen auch von der Postulierung des Josephson-Quanteneffektes bis zum ersten Transfer für eine wirtschaftliche Verwertung über drei Jahrzehnte, wie in der Tabelle 1 dargestellt. Heute jedoch nimmt in der elektrischen Quantenmetrologie die Entwicklung von Spannungsnormalen, die auf dem Josephson-Effekt beruhen, für einen größeren Anwenderkreis außerhalb der führenden Nationalen Metrologieinstitute (NMI) eine Vorreiterrolle ein.

Die Rückführung auf eine Naturkonstante hat dabei den „Charme“, praktisch in jedem Laboratorium der Welt das „Volt“ mit höchster Präzision darstellen zu können – vorausgesetzt, die geeignete Technologie steht dem Kalibrierlabor zur Verfügung. Der Weg dorthin soll hier erläutert werden. Das Bild 1 zeigt die Information für Mitarbeiter verschiedener nationaler Institute.

In einem ersten Teil wird auf Schwierigkeiten und Herausforderungen des neuartigen Wirkprinzips, das „differenzielle Abtastsystem“, eingegangen und dargelegt, wie mit höchster metrologischer Präzision der „*proof of principle*“ gelang. Durch gemein-

same Forschungen mit anderen Nationalen Metrologieinstituten wurde das Konzept konsolidiert und verbessert.

In einem zweiten Teil wird exemplarisch beleuchtet, wie durch eine effiziente Verzahnung von europäischen und nationalen Förderprogrammen mit unterschiedlicher Anwendungsnähe konsolidierte Erkenntnisse metrologischer Grundlagenforschung in die Wirtschaft und insbesondere an KMU (kleine und mittlere Unternehmen) transferiert wurden.

Mit einem AC-Quantenvoltmeter bis 10 V und 1 kHz steht bereits ein einzigartiges kommerzielles Gerät zur Verfügung. Wie die Entwicklung absehbar weiter gehen wird, beleuchtet der abschließende Teil des Artikels.

## Technologisches Konzept

### Prinzip des differenziellen Abtastens

Zur Messung von Wechselspannungen nutzt man Abtastverfahren, beispielsweise durch Analog-Digital-Konverter (ADC), bei denen die veränderliche Spannung wiederholt in schneller Folge gemessen (abgetastet) wird. Der Verstärkungsfaktor und die interne Spannungsreferenz des Abtastvoltmeters begrenzen dabei jedoch die erreichbare Unsicherheit, sodass solche Systeme auf Messunsicherheiten im Bereich  $10^{-6}$  begrenzt sind. Dies kann man praktisch vollständig vermeiden, indem die abgetastete Spannung direkt mit der Spannung eines Josephson-Quantennormals verglichen wird, die bei einem Volt besser als 0,1 nV bekannt ist. Im folgenden Bild 2 ist dieses Verfahren illustriert.

Das grundlegende Schaltungskonzept beruht auf der Differenzbildung zwischen dem Quantennormal und der „*Device Under Test*“ (DUT), als dem zu kalibrierenden Spannungsgenerator. Der Komparator gibt nur die Differenz als Messwert nach außen und nicht den hohen Absolutbetrag. Dadurch wird automatisch mit hoher Linearität und sehr hoher Genauigkeit gemessen. Skalierungsprobleme traditioneller ADC treten nicht auf.

Im linken Bereich von Bild 2 erfolgt die Synthese der Wechselspannung bis 10 V mittels programmierbarer Josephson-Reihenschaltungen. Auf dem auf 4,2 K abgekühlten 10-V-Chip befinden sich bis zu 69 632 supraleitende, mit einer Mikrowellenfrequenz von 70 GHz versorgte Tunnel-elemente, sogenannte Josephson-Kontakte. Sie sind auf Segmente mit 1, 2, 4, 8, 16, ... Kontakten verteilt [2]. Schnell schaltbare Stromquellen steuern einzelne Segmente so an, dass quantisierte Teilspannungen erzeugt werden, die sich zur Gesamtspannung addieren. Da ein Schaltvorgang weniger als 100 ns benötigt, kann die sich langsamer ändernde Spannung der DUT, die gemessen werden soll, jederzeit mit einer genau bekannten quantisierten Spannung kompensiert werden.



Bild 1  
Vorführung des Supracon-AC-Quantenvoltmeters im Rahmen einer „Knowledge-Transfer-Woche“ im Sommer 2015. Die Veranstaltung fand im Rahmen des europäischen Projektes EMPIR-ACQ-PRO statt und war an Vertreter aufstrebender NMIs gerichtet. Im Bild zu sehen sind Vertreter des FER (Kroatien), CEM (Spanien) und TUBITAK (Türkei).

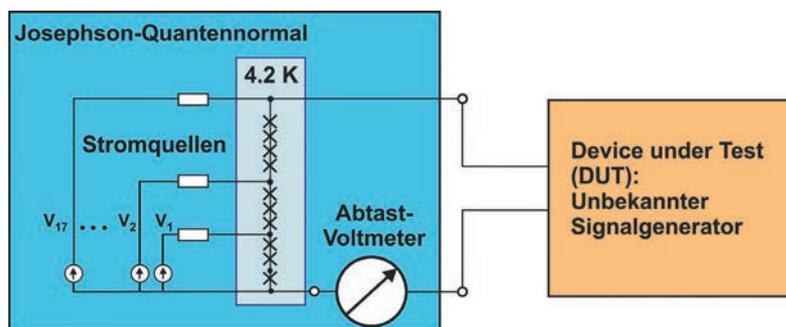


Bild 2:  
Wirkprinzip des differenziellen Abtastens. Die blau markierten Bereiche zeigen die Komponenten des AC-Quantenvoltmeters. Der zu kalibrierende AC-Signalformgenerator (DUT) ist in Orange dargestellt.

Bild 3 beschreibt den Vorgang im Zeitbild. Die direkte Messung der Wechselfspannung mit einem Abtastvoltmeter, also einem traditionellem ADC, ist in Bild 3 a gezeigt. Die Messwerte um die Maximalspannungen hängen dabei sehr vom Verstärkungsfaktor und der Linearität des Instruments ab. Das Prinzip der Quantenmessung ist in den Teilen b und c dargestellt. Durch präzise Synchronisierung der zu messenden Wechselfspannung wird die rote Sinuswelle des Signalgenerators in Bild 3 b mit dem stufenförmigen Signal des AC-Quantenvoltmeters (blaue Kurve in Bild 3 b) überlagert. Ein ebenfalls synchronisiertes Abtastvoltmeter (Komparator) misst dann die resultierende, kleine Differenzspannung mit hoher Empfindlichkeit (Bild c). Aus diesen Messungen und den bekannten, quantengenauen Spannungsstufen kann dann die Sinuswelle präzise bestimmt werden. Da in dem System die Stufen zwar eine hohe Präzision im dargestellten Spannungswert besitzen, die Sinuswelle aber nur unzureichend approximieren, wird eine Integration durchgeführt

*Erster proof of principle und Validierung*

Gehen wir die Komponenten in Bild 2 einzeln durch, so ergibt sich folgendes Bild: Schnell schaltbare Josephson-Systeme sind in der PTB seit 1998 (1 V) und 2006 (10 V) verfügbar, wie in der Tabelle 1 dargestellt. Synchronisierung und Abtast-Null-detektor (Komparator) stellten ebenfalls experimentell handhabbare Einflussfaktoren dar.

Eine Marktübersicht ergab jedoch, dass für die zu kalibrierende Quelle, das DUT, wenige Geräte infrage kommen, wobei es unsicher war, ob die Messunsicherheit ihrer Ausgangssignale klein genug war, um überhaupt einen positiven Test auf das neue Konzept durchführen zu können.

Deshalb wurde hausintern beschlossen, eine hochpräzise Quelle als Signalgenerator zu schaffen: Ein zweites Josephson-System wurde aufgebaut. Dieser Josephson-Generator konnte zum damaligen Zeitpunkt jedoch keine Sinusspannung erzeugen, sondern nur deren Rechtecknäherung [Bild 4].

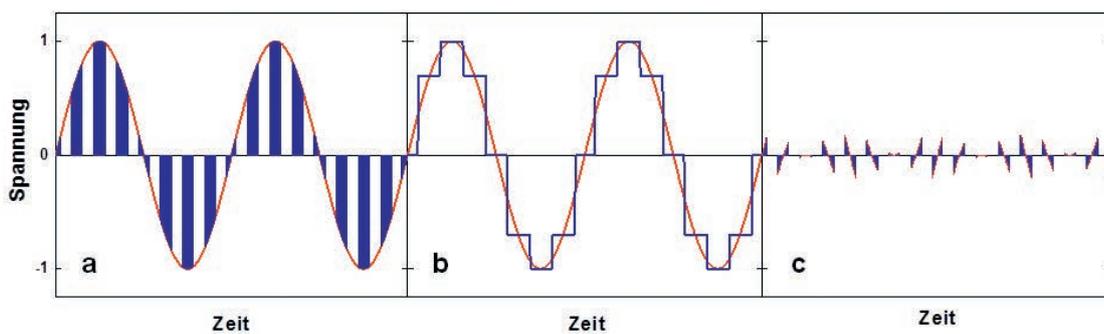


Bild 3: Schematische Darstellung des differenziellen Abtastens. In 3 a ist das direkte Abtasten gezeigt, in 3 b die Überlagerung der Wechselfspannung (rote Sinuswelle) mit den Spannungsstufen des Josephson-Normals und in 3 c die verbleibenden Differenzspannungen.

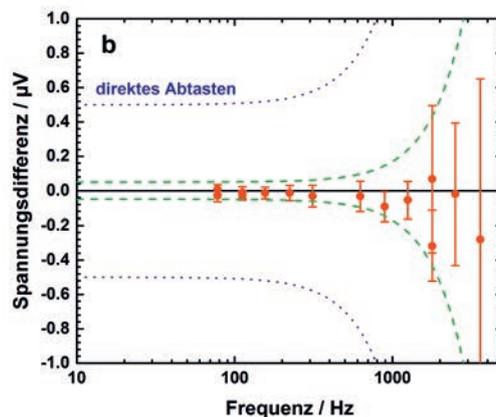
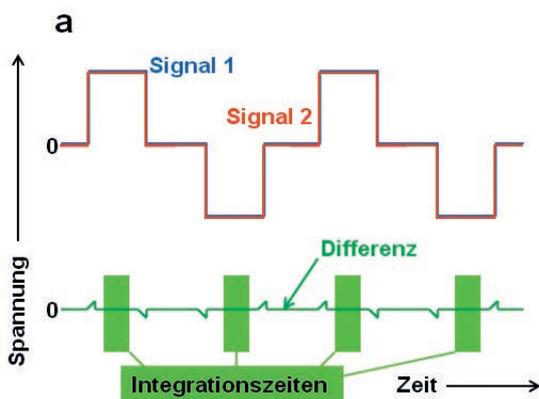
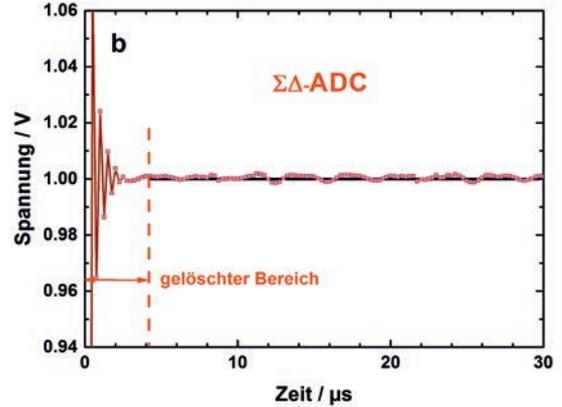
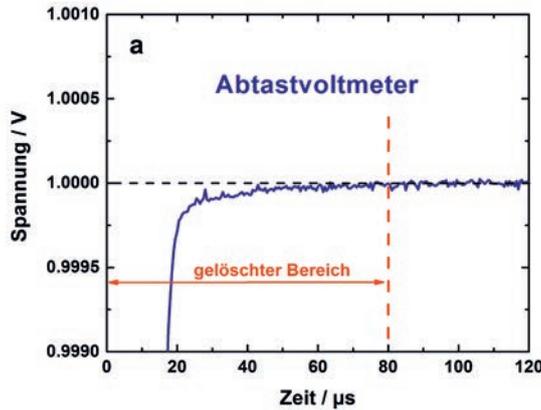


Bild 4 a, b: Ergebnis des ersten Vergleichs von zwei Josephson-Quellen mit differenziellen Abtastverfahren. In 4 a ist im oberen Teil der Kurvenverlauf der beiden Josephson-Systeme gezeigt, unten die Differenzspannung mit den Integrationsfenstern des Abtastvoltmeters. In 4 b sind die Messergebnisse für den Frequenzbereich von 80 Hz bis 3,5 kHz gezeigt. Die gestrichelte grüne Linie zeigt den Verlauf der Messunsicherheit für das AC-Quantenvoltmeter im Vergleich zum direkten Abtastverfahren mittels ADC (blau gepunktete Linie).

und der Durchschnittswert mit dem des Quantenvoltmeters verglichen. Die Integrationsfenster können dabei über verschiedene Verzögerungen auf die quantisierten Stufen zentriert werden. Auch sind Phasenverschiebungen der Wellenformen gegeneinander und die Anzahl der Josephson-Stufen pro Periode leicht variierbar. Auf diese Weise kann zum Beispiel die Unabhängigkeit des Messergebnisses von den Einstellungen des Abtast-Nulldetektors geprüft werden.

Diese einfache Wellenform hat nur wenige Transienten pro Periode und bietet lange Integrationszeiten. Die etwas unterschiedlichen Transienten der beiden Josephson-Normale verursachen kleine Spannungsspitzen (*Peaks*), die von der zeitlichen Positionierung der Integrationszeiten, als grüne Rechtecke in Bild 4 dargestellt, ausgeblendet werden. Erste Messungen mit programmierbaren 1-V-Josephson-Arrays ergaben hervorragende Übereinstimmungen mit den theoretisch berech-

Bild 5 a, b:  
 5a zeigt das typische Einschwingverhalten eines Abtastvoltmeters. Innerhalb der ersten 20  $\mu\text{s}$  nähert sich das Abtastvoltmeter dem neuen Wert bis auf  $10^{-4}$ . Dann setzt eine lange Zeitkonstante ein. Erst nach etwa 80  $\mu\text{s}$  wird der neue Wert vollständig erreicht. Der für das Quantenvoltmeter genutzte  $\Sigma\Delta$ -ADC in 5b zeigt ein höheres Rauschen (siehe die Auflösung der Skala). Die Einschwingzeit zeigt das typische Schwingen nach den Transienten durch den FIR-Filter. Es wird eine Einschwingzeit von etwa 4  $\mu\text{s}$  erreicht.



neten Werten. Die relativen Messunsicherheiten von  $5 \cdot 10^{-8}$  für Frequenzen von 10 Hz bis 1 kHz waren ebenfalls sehr gut [3]. Sie sind bereits eine Größenordnung besser als mit direktem Abtastverfahren mittels ADC (siehe blau gepunktete Linie in Abb. 4 b).

Eine Herausforderung stellten die Schaltvorgänge von weniger als 100 ns dar. Diese führen zu Wechselwirkungen mit den Eingangsfiltern der Abtastvoltmeter. Das Bild 5 stellt zwei Methoden der Filterung durch das Abtastvoltmeter dar. In Bild 5 a wird eine Nivellierung der Spannungsspitzen über eine Integrationszeit von einigen zehn Mikrosekunden erreicht. Der Nachteil ist hier, dass ein System, das auf den kHz-Bereich abzielt, mit Integrationszeiten von bis zu 100  $\mu\text{s}$  bereits eine ungünstige Abtast-Signalrate besitzt. Es hat sich gezeigt, dass die Verwendung von  $\Sigma\Delta$ -ADC mit hoher Abtastrate bis zu 10 MS/s vorteilhaft ist, weil es das Messen bis in den kHz-Bereich mit dem AC-Quantenvoltmeter ermöglicht. Deren Nachteile, wie geringere Stabilität und schlechtere Linearität, werden weitestgehend durch das differenzielle Messverfahren aufgewogen. Kurze Integrationszeiten der Filter führen zu typischen Einschwingzeiten vor und nach den Transienten, hier am Beispiel von FIR-Filtern (*finite impulse response filter*) in  $\Sigma\Delta$ -ADC dargestellt (Bild 5 b). Durch ein Löschen der Daten um die Transienten

herum können diese Einflüsse der Transienten sehr gut ausgeblendet werden. Im folgenden Abschnitt soll auf die Verifizierung des differenziellen Abtastens eingegangen werden.

*Testkalibrierung eines kommerziellen AC-Spannungsgenerators*

Nach dem grundlegenden Nachweis der Verbesserung der Messunsicherheit in den unteren nV-Bereich (Bild 4 b) und der Lösung des Filterproblems aufgrund der schnellen Schaltvorgänge (Bild 5) wurde ein als Kalibrator verwendetes Präzisionsinstrument (Fluke 5720A) mittels des neuen AC-Quantenvoltmeters kalibriert. Der Messaufbau ist im Bild 6 dargestellt. Zugleich wurde diese Kalibrierung mittels des derzeitigen, genormten Rückführverfahrens über einen Thermokonverter, in Bild 6 als TC bezeichnet, unabhängig überprüft. Die Rückführung mittels Thermokonverter stellt das gegenwärtig genutzte Verfahren dar. Es ist seit Jahrzehnten in vielen Nationalen Metrologieinstituten im Einsatz [4]. Die AC-DC-Transferdifferenz ist mit einer Unsicherheit von  $5 \cdot 10^{-7}$  bekannt [5]. Das AC-DC-Verfahren hat jedoch den offensichtlichen Nachteil, dass hier Effektivwerte gemessen werden, eine Überprüfung der Signalform jedoch nicht erfolgen kann.

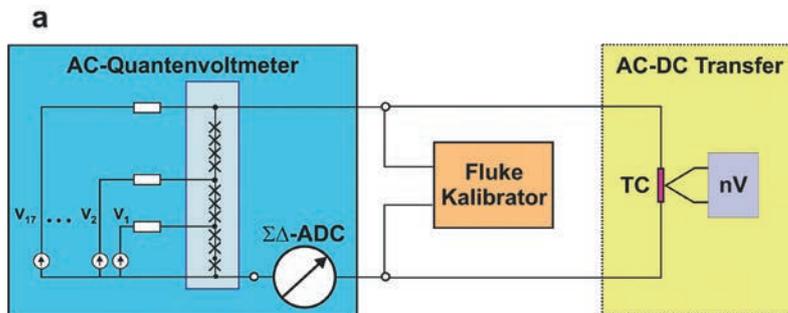
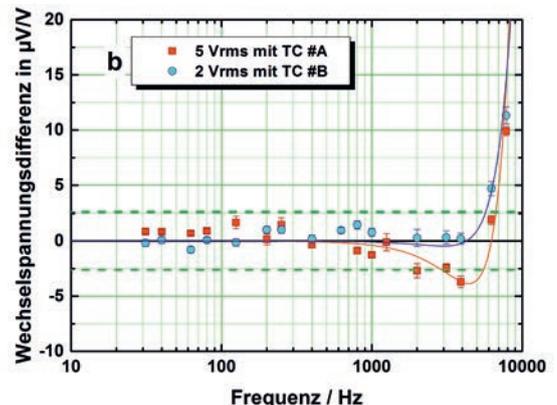


Bild 6 a, b:  
 Messaufbau für den Vergleich von differenziellem Abtasten und AC-DC-Transfermessungen mit einem Thermokonverter (TC) und Nanovoltmeter (nV). Das Messergebnis (b) zeigt die gute Übereinstimmung beider Methoden von besser als  $3 \mu\text{V/V}$  für alle Frequenzen bis 3 kHz. Für die AC-DC-Transfermessungen wurden zwei TC mit unterschiedlichem Heizwiderstand verwendet.



Nach Entwicklung der Messprozeduren, der Analyse- und Auswertesoftware stimmten die Messergebnisse typischerweise auf einige  $10^{-6}$  mit der Spezifikation ( $15 \cdot 10^{-6} \mu\text{V/V}$ ) des Kalibrators überein. Durch wechselseitiges und gleichzeitiges Messen der AC- und DC-Spannungen am Fluke-Kalibrator und am TC konnten dann die Wechselspannungsmessungen der beiden Methoden miteinander verglichen werden [6]. Das Ergebnis dieser Messungen mit zwei Thermokonvertern ist für Frequenzen von 30 Hz bis 8 kHz in Bild 6b gezeigt. Man erkennt die gute Übereinstimmung beider Methoden, die für alle Frequenzen bis 2 kHz innerhalb von  $2,5 \mu\text{V/V}$  liegt. Abhängig vom Heizwiderstand der Thermokonverter (Ohm'sche Last,  $TC_{\#A}$  hat  $200 \Omega$  und  $TC_{\#B}$   $500 \Omega$ ) treten für höhere Frequenzen Abweichungen auf, die auf ein resonantes Verhalten hindeuten, deren Ursache zurzeit noch Gegenstand weiterer Untersuchungen ist.

Eine genaue Unsicherheitsbetrachtung zeigte, dass die erreichte Messunsicherheit immer noch durch die Stabilität des Kalibrators limitiert ist, wie im vorherigen Teil beschrieben. Daher blieb trotz der vielversprechenden Ergebnisse die Frage, wo das Unsicherheitslimit des AC-Quantenvoltmeters für Sinuswellen liegt. Mit der Entwicklung eines neuartigen pulsgetriebenen 1-V-Josephson-Spannungsnormals [7] ergab sich die Möglichkeit, weltweit erstmals einen direkten Vergleich dieser zwei Quantennormale der PTB durchzuführen. Das Ergebnis des Vergleichs ergab eine hervorragende Übereinstimmung für Frequenzen bis 1 kHz, insbesondere bei 250 Hz von  $3,5 \pm 12 \cdot 10^{-9}$  [8]. Die gute Übereinstimmung bestätigt das große Potenzial des AC-Quantenvoltmeters, das in den ersten Voruntersuchungen gefunden wurde (siehe Abb. 4b). Es zeigt auch, dass das



Bild 7: Ein kommerzieller Präzisions-Kalibrator (Bildmitte) wird durch den PTB-AC-Quantenvoltmeter-Labora Aufbau im Wechselspannungsmodus kalibriert; Ergebnis des europäischen iMERA-plus-Projektes JOSY.

Messen von Sinuswellen nach allen Optimierungsprozessen nicht eingeschränkt ist.

Bild 7 zeigt das AC-Quantenvoltmeter im PTB-Labor. Im Hintergrund ist der Probenstab in eine Kanne mit flüssigem Helium getaucht. Darauf ist ein kompakter 70-GHz-Mikrowellensynthesizer montiert. Davor sind vier der fünf 4-fach-Stromquellen erkennbar. Vorne rechts ist die  $\Sigma\Delta$ -ADC im PXI-Chassis zu sehen, rechts der Monitor mit der Kontrollsoftware und in der Mitte ein Fluke-5720A-Kalibrator [9].

In der Tabelle 2 sind die Vor- und Nachteile des AC-Quantenvoltmeters dem konventionellen AC-DC-Transfer mittels Thermokonverter gegenübergestellt. Insbesondere der Vorteil der etwa 60-fach kürzeren Messdauer bei gleichzeitig fast 50-fach besserer Messunsicherheit machten das AC-Quantenvoltmeter für die esz AG so interessant, dass sie die Initiative ergriff. Sie kontaktierte die PTB und schlug ein gemeinsames Projekt vor, mit dem Ziel, solch ein System in den eigenen Laboren installieren zu lassen.

Tabelle 2  
Vor- und Nachteile des AC-Quantenvoltmeters gegenüber der traditionellen Rückführung mittels AC-DC-Transfer. Die grünen Felder deuten Vorteile an, die orangefarbenen Nachteile.

Vergleich der Methoden der AC-Spannungsmesstechnik		
	Klassisch: AC-DC Transfer	Neu: AC-Quantenvoltmeter
Relative Messunsicherheit (1 V, 500 Hz)	$5 \cdot 10^{-7}$	$10^{-8}$
Messdauer	60 Minuten	1 Minute
Messbare Signalparameter	Effektivwert	Komplette Kurveninformation
Frequenzbereich	10 Hz bis 1 MHz	DC – 2 kHz
Spannungsbereiche	1 V – 3 V (direkt), 1 mV – 1000 V (über Teiler)	1 mV – 7 V (direkt)
Skalierung	Skalierung	Erweiterung über Teiler wird erprobt

## Die Transferkette

Als Innovationssystem wird gemeinhin das Zusammenwirken staatlicher Rahmenmaßnahmen, öffentlicher Forschung und privater Entwicklungsarbeit verstanden. Die Innovation selbst ist im strengen Sinne dann das neue Produkt oder die neue Dienstleistung, die tatsächlich in den Markt eingeführt wird. In diesem Sinne ist das an die Firma Supracon AG transferierte System eine aus der PTB hervorgegangene Innovation – mit Alleinstellungsmerkmal auf dem Weltmarkt. Dabei wurde im Zuge des ein Jahrzehnt dauernden Prozesses auf völlig unterschiedliche Programme und Förderkonzepte zurückgegriffen, um das letztendliche Ziel zu erreichen.

### Von der Grundlage zur Anwendung

Wie bereits mit den ersten Einträgen der Tabelle 1 dargelegt, ist die PTB als Ressortforschungseinrichtung des Bundes damit beauftragt, moderne Messtechnik gerade auch im Bereich der Grundlagenforschung weiterzuentwickeln, um die Wettbewerbsfähigkeit der deutschen Wirtschaft zu sichern. Beispielsweise schreibt das Einheiten- und Zeitgesetz im § 6 explizit vor, dass die PTB wissenschaftliche Forschung im Bereich des Messwesens betreibt und den Technologietransfer fördert. In diesem Rahmen ist sie grundfinanziert und entwickelt im freien wissenschaftlichen Austausch neue Messkonzepte. So wurde bereits 2001 die Idee für ein quantenbasiertes, differenzielles Abtastverfahren geboren und erste Untersuchungen gestartet. Eine Patentanmeldung [10] zur Wahrung der PTB-Rechte erfolgte 2002, die auch 2005 zur

erwarteten Erteilung führte; dies war nicht unerwartet und gilt für 84 % der PTB-Anmeldungen. Es dauerte etwa 4 Jahre, bis die Idee messtechnisch umgesetzt werden konnte. 2006 wurde sie dann auf der *Conference on Precision Electromagnetic Measurements* (CPEM) in Turin präsentiert und veröffentlicht [3]. Andere NMIs erkannten sofort das große Potenzial dieser Idee und begannen mit der Erforschung der Messmöglichkeiten [11–15].

Um die internationale Zusammenarbeit zu stärken, konnten in einem Vorläuferprogramm des heutigen *European Metrology Programme for Innovation and Research* (EMPIR) unter dem Titel „*Next generation of quantum voltage systems for wide range applications*“ (JOSY – iMERA-plus) mit neun weiteren Nationalen Metrologieinstituten insgesamt 3,3 Millionen Euro eingeworben werden. Dieses Einzelprojekt der anwendungsnahen Forschung diente der Erzeugung eines Labormusters, das, basierend auf neuartiger, im Projekt entwickelter oder kommerziell verfügbarer Komponenten, alle messtechnischen Ergebnisse eines zukünftigen Produktes bereits liefern kann. Das EMPIR-Programm stellt im Rahmen des 70-Milliarden-Euro-Forschungsprogramms „Horizont 2020“ der europäischen Union solchen Projekten Mittel zur Verfügung, die im Rahmen breiter, öffentlicher metrologischer Forschung ihren Beitrag zum strategischen Ziel der „*Innovation Union*“ leisten.

Das Projekt war so erfolgreich, dass der in Bild 7 dargestellte Laboraufbau im Zuge des europäischen Projektes ein Erstinteresse bei der esz AG, einem der bedeutenden Kalibrierlabore Deutschlands, und bei der KMU Supracon AG, einem Spezialisten für die Nutzung des Josephson-Effektes, weckte.

### Transfer in die Industrie

In der nächsten Transferstufe wurden spezielle Programme der vorwettbewerblichen Forschung genutzt. Diese werden mit der Begrifflichkeit „Validierung“ verbunden: Der Transfergegenstand muss so aufbereitet werden, dass eine spätere Entwicklung zu einem Produkt durch eine Firma wahrscheinlich erscheint. Die gegenwärtig größten Programme dieser Art sind das zentrale Innovationsprogramm Mittelstand ZIM des BMWi und das themenzentrierte Programm KMU-innovativ des BMBF mit zusammen über 0,5 Mrd. Euro Jahresetat. Das wesentlich kleiner aufgelegte „Validierung des technologischen und gesellschaftlichen Innovationspotenzials wissenschaftlicher Forschung“ (VIP+) ermöglicht Forschungsinstituten auch ohne Industriepartner eine stark anwendungsorientierte Forschung.

Das hier genutzte Programm „Messen, Normen, Prüfen, Qualitätssicherung“ (MNPQ) des BMWi

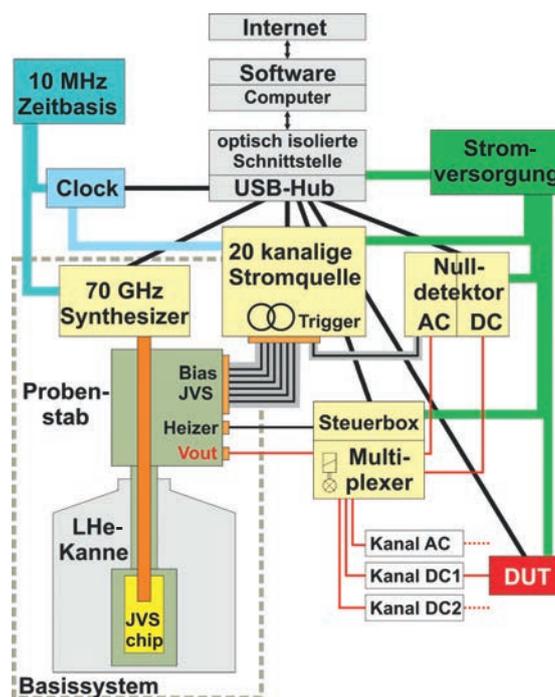


Bild 8:  
Schematischer  
Aufbau des AC-  
Quantenvoltmeters  
(Supracon)

platziert sich in der Mitte dieser Programme. Hier muss das Firmeninteresse durch Mitarbeit und einen monetären Beitrag zum Projekt nachgewiesen werden; der wesentliche Teil der Arbeiten erfolgt in der PTB. Das neue, 2015 von der PTB aufgelegte Validierungsprogramm „Transfer Metrologischer Technologien“ (TransMeT) stellt einen ähnlichen Rahmen bereit wie das 2015 ausgelaufene MNPQ-Programm. Grundgedanke all dieser Programme ist, dass die Weiterentwicklung mit hohem Risiko behaftet ist und vom KMU nicht allein geleistet werden kann.

Zwei aneinander anschließende MNPQ-Programme wurden für die Jahre 2008–2014 eingeworben, um mit den Industriepartnern esz AG und Supracon AG ein Josephson-Messsystem für Gleich- und Wechselspannungen – ein AC-Quantenvoltmeter – für den Einsatz in industriellen Kalibrierlaboratorien zu entwickeln. Die erste Projekt-Phase zielte dabei auf die Herstellungstechnologie der Josephson-Elemente, die zweite auf Struktur, Aufbau und Software des Komplettsystems. Die Erweiterung des Produktportfolios der Supracon AG durch ein moderneres System, das auch Wechselspannungen kalibrieren kann, war ein logischer Schritt. Die esz AG als eines der größten Kalibrierlabore mit im Boot zu haben half sehr, eine zielgerichtete Entwicklung durchzuführen, die direkt die Bedürfnisse der Anwender erfüllt. Mit diesem neuen System werden die wesentlichen Vorteile von Normalen, die auf elektrischen Quanteneffekten basieren, nun auch für industrielle Laboratorien verfügbar: Kleinste Messunsicherheiten ohne aufwendige Rekalibrierungen verbessern die Leistung bei erhöhter Wirtschaftlichkeit [16].

Das System ist schematisch in Bild 8 dargestellt und in Bild 9 bei seinem Einsatz in der esz AG. Es basiert auf Josephson-Schaltungen, die in der PTB hergestellt werden und ist für Spitzenspannungen bis  $\pm 10$  V und Frequenzen bis 2 kHz ausgelegt. Es enthält eine Reihe von zusätzlichen Funktionen und Eigenschaften, die einem Anwender die Bedienung erleichtern. Dabei liegt ein großes Augenmerk auf der Gewährleistung, dass die gemessenen Werte richtig sind.

Verifikationsmessungen können am System permanent mit der nachfolgenden Methodik durchgeführt werden: Die Quantisierung der Spannungsstufen der binär geteilten, programmierbaren Josephson-Arrays (s. a. vorhergehenden Beitrag von J. Kohlmann und O. Kieler) kann durch Variation der angelegten Stromstärke immer leicht überprüft werden. In einer Messung, bei der das größte Bit mit 34816 Josephson-Kontakten gegen alle kleineren geschaltet wird, kann dies mit sehr hoher Auflösung geschehen. Die Summe aller kleineren Bits ( $1 + 1 + 1 + 2 + 4 + 8 + 17 + 34 + 68 + 136 + 272 + 544 + 1088 + 2176 + 4352 + 8704 + 17408$ ) ergibt wieder



genau die gleiche Anzahl an Josephson-Kontakten. Damit heben sich die beiden 5-V-Spannungen auf.

Falls das System einen Fehler feststellt, werden die Messungen sofort angehalten, und eine Systemüberprüfung wird gestartet. Ein Beispiel ist das sogenannte *Fluxtrapping*, was bedeutet, dass ein Magnetfeld in die supraleitenden Kontakte eingedrungen ist und so deren Stromtragfähigkeit unterdrückt. Mit einem Heizer in der Nähe des Josephson-Arrays lässt sich das Array kurzzeitig automatisch aufwärmen, um so den magnetischen Fluss, der in den supraleitenden Strukturen eingefroren ist, zu entfernen und dann die Kalibrierungen fortzusetzen.

All diese Funktionen erleichtern nicht nur den Kalibrierbetrieb, sondern erlauben es auch, dass die Kalibrierungen von geschulten Technikern ohne detaillierte physikalische Hintergrundkenntnisse durchgeführt werden können. Wie diese Messungen aussehen, ist in Bild 10 gezeigt. Hier wurde das neue esz-AC-Quantenvoltmeter mit dem AC-Quantenvoltmeter der PTB verglichen.

Das AC-Quantenvoltmeter kann darüber hinaus auch kommerzielle Gleichspannungsnormale (DC-Referenzen und -Voltmeter) kalibrieren und deckt damit ebenfalls den Bereich kommerziell erhältlicher Gleichspannungs-Quantenvoltmeter ab. Bei einem direkten 10-V-Vergleich zwischen einem DC-Quantenvoltmeter und dem neuen

Bild 9:  
Dr. Jinni Lee (PTB, links), Andreas Böck (esz AG) und Michael Starkloff (Supracon AG) diskutieren Kalibrierergebnisse des AC-Quantenvoltmeters bei der esz AG in Eichenau

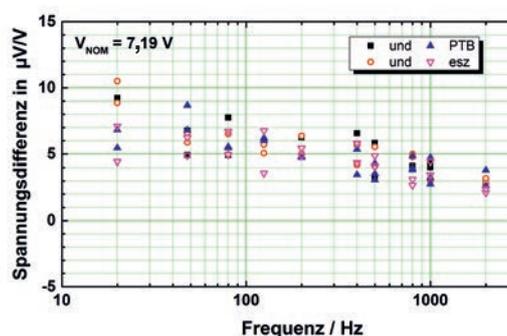


Bild 10:  
Beispiel für den Vergleich der AC-Quantenvoltmeter der esz AG und der PTB mittels eines Fluke-5720A-Kalibrators als Transferrnormal bei einer Spannung von 7,19 V und verschiedenen Frequenzen

AC-Prototyp wurde in 15 Minuten Messzeit innerhalb der Unsicherheit von 0,1 nV/V keine signifikante Abweichung festgestellt.

Nach Ende der Förderphase vergingen noch einige Jahre, bis das System in den Markt eingeführt werden konnte. Auch nach Ende der Förderphase mussten die Firmen direkt, insbesondere bei der Reinraumfertigungstechnologie, erhebliche Mittel investieren.

Durch Vor-Ort-Tests im akkreditierten Kalibrierlabor des Projektpartners esz AG wurde das neue AC-Quantenvoltmeter für den praktischen Gebrauch optimiert. Unter Einbeziehung der Anwenderinformationen ist es nun zu einem komplett automatisierten, anwenderfreundlichen Messsystem weiterentwickelt worden und wird bereits kommerziell angeboten [17]. Das esz-AC-Quantenvoltmeter ist inzwischen vom DAkkS für Gleich- und Wechselspannungsmessungen akkreditiert worden [18].

### Ausblick

Die Entwicklung des AC-Quantenvoltmeters für den Industrieinsatz zeigt, dass sich Hartnäckigkeit und langer Atem in der elektrischen Quantenmetrologie auszahlen können. Durch die Unterstützung der PTB ist die esz AG mit dem AC-Quantenvoltmeter auf dem Weg zu Europas genauestem Kalibrierlabor. Die Supracon AG bietet dieses System mit einer Lizenz der PTB auf dem Weltmarkt an, zuvor ist hier nur das amerikanische NIST als staatliche Institution als Anbieter eines Laboraufbaus tätig gewesen.

Die Entwicklung des AC-Quantenvoltmeters wurde durch ein modulares Konzept betrieben. Eine Erweiterung des Systems bis hin zu einem universellen „Quantenkalibrator“ für Spannungs-, Widerstands- und Stromstärkenormale läuft bereits seit 2014 als Projekt mit der esz AG und der Supracon AG, ebenfalls gefördert durch das bereits erwähnte MNPQ-Programm. Ein wesentlicher Aspekt für die weitere Verbreitung von elektrischen Quantennormalen ist der Betrieb in einem geschlossenen Kleinkühlersystem, um von der teilweise schwierigen Versorgung mit flüssigem Helium unabhängig zu werden. Auch hier hat es in den letzten Jahren bereits sehr gute Fortschritte gegeben.

Die Weiterentwicklung der pulsgetriebenen Josephson-Spannungsnormale wird langfristig zu noch besseren Wechselspannungsnormalen führen (zum aktuellen Stand der Forschungsarbeiten siehe den Beitrag von O. Kieler). Diese werden dann in der Lage sein, einen größeren Frequenzbereich abzudecken und sehr präzise beliebige Wellenformen zu erzeugen. Beide Eigenschaften werden die Tür zu neuen Messsystemen in der elektrischen Quantenmetrologie aufstoßen.

### Literatur

- [1] Bundesregierung, *Die neue Hightech Strategie – Innovationen für Deutschland*, Bundesministerium für Bildung und Forschung (Herausgeber), 11055 Berlin, [www.hightech-strategie.de](http://www.hightech-strategie.de), 42 (2016).
- [2] F. Müller, T. Scheller, R. Wendisch, R. Behr, O. Kieler, L. Palafox und J. Kohlmann, *NbSi barrier junctions tuned for metrological applications up to 70 GHz: 20 V arrays for programmable Josephson voltage standards*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **23**, Heft 3, 1101005 (2013).
- [3] R. Behr, L. Palafox, G. Ramm, H. Moser und J. Melcher, *Direct comparison of Josephson waveforms using an ac quantum voltmeter*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **56**, Heft 2, 235–238 (2007).
- [4] M. Klönz, *Die Entwicklung von Vielfachthermokonvertern für die Präzisionsmessung des Effektivwerts von Wechselspannung und Wechselstromstärke*, PTB-Mitteilungen **112**, Heft 3, 207–213 (2002).
- [5] <http://www.ptb.de/cms/ptb/fachabteilungen/abt2/abt2-messmoeglichkeiten.html> (Letzter Zugriff am 31.10.2016).
- [6] J. Lee, R. Behr, L. Palafox, A. Katkov, M. Schubert, M. Starkloff und A.C. Böck, *An AC quantum voltmeter based on a 10 V programmable Josephson array*, Metrologia **50**, 612–622 (2013).
- [7] O. F. Kieler, R. Behr, R. Wendisch, S. Bauer, L. Palafox und J. Kohlmann, *Towards a 1 V Josephson arbitrary waveform synthesizer*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **25**, Heft 3, 1400105 (2015).
- [8] R. Behr, O. Kieler, J. Lee, S. Bauer, L. Palafox und J. Kohlmann, *Direct comparison of a 1 V Josephson arbitrary waveform synthesizer and an ac quantum voltmeter*, Metrologia **52**, 528–537 (2015).
- [9] PTB news, *AC-Quantenvoltmeter für die Industrie*, Heft 2, 4–5 (2013).
- [10] R. Behr, G. Ramm, *Verfahren zur Kalibrierung von Spannungsmessmitteln und zur Messung von Spannungen periodischer Spannungssignale sowie Mess- und Kalibriervorrichtung*, DE 102 26 412 B4 (2002).
- [11] A. Rüfenacht, C. J. Burroughs und S. P. Benz, *Precision sampling measurements using ac programmable Josephson voltage standards*, Rev. Sci. Instrum. **79**, 044704 (2008).
- [12] A. Rüfenacht, C. J. Burroughs, S. P. Benz, P. D. Dresselhaus, B. D. Waltrip und T. L. Nelson, *Precision differential sampling measurements of low-frequency synthesized sine waves with an AC programmable Josephson voltage standard*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **58**, 809–815 (2009).
- [13] M.-S. Kim, K.-T. Kim, W.-S. Kim, Y. Chong und S.-W. Kwon, *Analog-to-digital conversion for low-frequency waveforms based on the Josephson voltage standard*, Meas. Sci. Technol. **21**, 115102 (2010).

- [14] J. M. Williams, D. Henderson, J. Pickering, R. Behr, F. Müller und P. Scheibenreiter, *Quantum-referenced voltage waveform synthesiser*, Sci. Meas. Technol. IET **5**, 167–174 (2011).
- [15] A. Rüfenacht, C. J. Burroughs, P. D. Dresselhaus und S. P. Benz, *Differential sampling measurement of a 7 V RMS sine wave with a programmable Josephson voltage standard*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **62**, 1587-1593 (2013).
- [16] M. Starkloff, M. Schubert, J. Lee, A. Wintermeier, A. C. Böck, P. Fleischmann, L. Palafox und R. Behr, *An AC Josephson voltage standard for frequencies up to the kHz range tested in a calibration laboratory*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **64**, Heft 6, 1620–1626 (2015).
- [17] Supracon AG – <http://www.supracon.com/>  
(Letzter Zugriff am 17.10.2016).
- [18] esz AG AG – <https://www.esz-ag.de/>  
(Letzter Zugriff am 17.10.2016).



# Das pulsgetriebene AC-Josephson-Spannungsnormal

Oliver Kieler\*

Josephson-Spannungsnormale für Gleichspannungsanwendungen sind in der elektrischen Präzisionsmesstechnik fest etabliert. Der zunehmende Bedarf nach Referenzsignalen im Audio- und HF-Bereich (HF: Hochfrequenz) sowie von Rauschquellen hat zur Entwicklung von Josephson-Spannungsnormalen für Wechselspannungsanwendungen geführt. In diesem Beitrag werden quantengenaue Wechselspannungsquellen vorgestellt, die die Erzeugung beliebiger Wellenformen mit höchster spektraler Reinheit mit einer hohen Bandbreite von DC bis in den MHz-Bereich ermöglichen (DC: direct current = Gleichstrom). Herzstück all dieser Josephson-Spannungsnormale ist eine Reihenschaltung aus vielen tausend Josephson-Kontakten, die bei Einstrahlung von Hochfrequenzstrahlung (Mikrowellen) die Erzeugung hochgenauer Spannungswerte ermöglichen. Dabei treten in den Strom-Spannungs-Kennlinien Stufen konstanter Spannung, sogenannte Shapiro-Stufen (SS), auf. Anschaulich lassen sich diese Stufen durch den Transfer einer bestimmten Anzahl magnetischer Flussquanten durch die Josephson-Kontakte beschreiben.

## 1 Prinzip

Für AC-Josephson-Spannungsnormale (AC: alternating current = Wechselstrom) werden an der PTB zwei unterschiedliche Funktionsprinzipien genutzt: Beim programmierbaren Josephson-Spannungsnormal (PJVS: programmable Josephson voltage standard) wird die Anzahl der aktiven Josephson-Kontakte in einer Reihenschaltung mit binärer Teilung im Laufe der Zeit geändert, während beim pulsgetriebenen Josephson-Spannungsnormal (JAWS: Josephson arbitrary waveform synthesizer) die Anzahl kurzer Strompulse pro Zeiteinheit verändert wird [1]. Bild 1 stellt diese unterschiedlichen Grundprinzipien gegenüber. Anhand der Josephson-Gleichung erkennt man den prinzipiellen Unterschied von PJVS und JAWS. Die Signalspannung  $U_{AC}(t)$  wird wie folgt berechnet:

$$U_{AC}(t) = M(t) \cdot N \cdot \Phi_0 \cdot f_p(t) \tag{1}$$

\* Dr. Oliver Kieler, Arbeitsgruppe 2.43 „Josephson-Schaltungen“, E-Mail: oliver.kieler@ptb.de

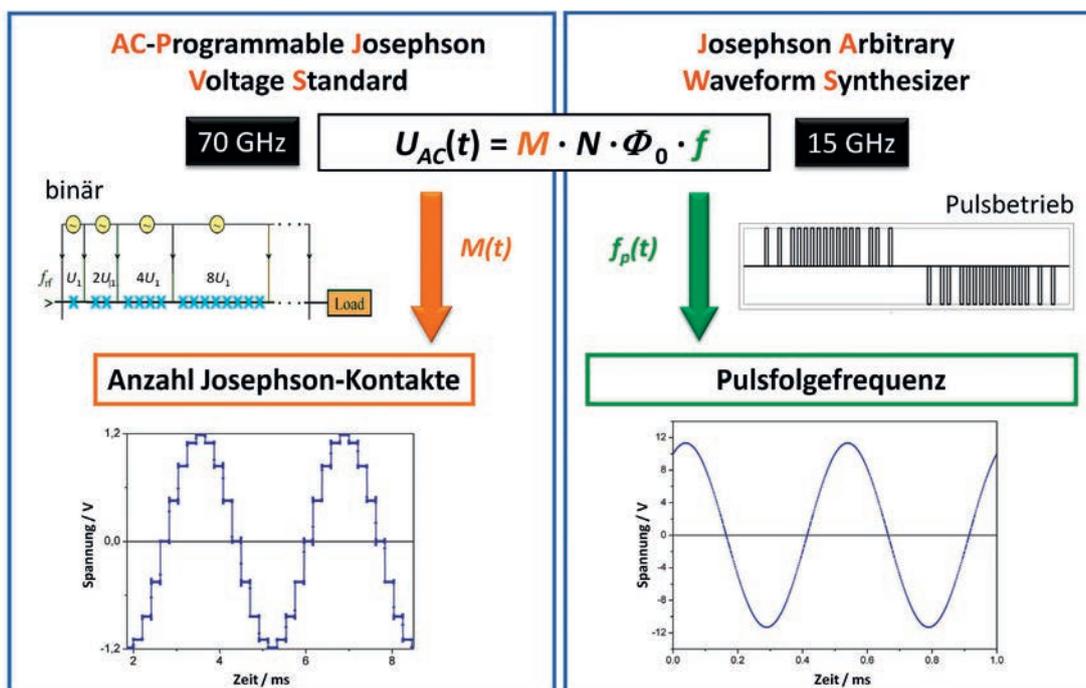


Bild 1: Vergleich des Prinzips von PJVS und JAWS

Hierbei ist  $M(t)$  die Zahl der Josephson-Kontakte (zeitlich veränderlich für das PJVS),  $N$  die Ordnung der SS,  $\Phi_0$  das Flussquant ( $h/2e$  mit dem Planck'schen Wirkungsquantum  $h$  und der Elementarladung  $e$ ) sowie  $f_p(t)$  die Pulsfolgefrequenz (zeitlich veränderlich für das JAWS).

Beim PJVS wird zur Erzeugung einer stufenförmigen approximierten Wechselspannung die Anzahl der aktiven Josephson-Kontakte einer Reihenschaltung variiert. Dazu ist die Josephson-Schaltung in unterschiedlich große Segmente eingeteilt. Die Einteilung erfolgt in einer binären Abfolge (d. h. Segmente mit 1, 2, 4, ... Kontakten) mit 16-bit-Auflösung. Jedes Segment kann mit einer schnellen computergesteuerten Stromquelle gezielt an- bzw. abgeschaltet werden. Dieses Spannungsnormale wird mit einer kontinuierlichen Mikrowelle (CW) bei einer Frequenz von ca. 70 GHz betrieben. Die Schaltungen sind so gestaltet, dass sie in diesem (und nur in diesem) Frequenzbereich eine optimale Ausbildung der Shapiro-Stufen gewährleisten. Nur auf den SS wird eine wohldefinierte Anzahl von Flussquanten transferiert. Bedingt durch das Stufensignal ergeben sich im Frequenzspektrum sehr viele, jedoch wohldefinierte höhere Harmonische. Weiterhin ist die jeweilige Spannung für die Zeitspanne beim Übergang zwischen den SS nicht quantisiert. Die im zeitlichen Mittel gemessene RMS-Spannung (engl. *root mean square*) weist einen Fehler auf. Dieser sogenannte Transientenfehler (Transient = Übergang zwischen den SS) führt zu Einschränkungen beim Betrieb dieses AC-PJVS und begrenzt die Signalfrequenzen auf weniger als 10 kHz, selbst wenn mit Abtastverfahren nur auf den SS gemessen wird. Im Gegensatz dazu wird beim JAWS die Zahl der aktiven Josephson-Kontakte konstant gehalten und stattdessen die Pulsfolgefrequenz variiert. Diese ist aufgrund der verfügbaren Puls-

generatoren (PPG: *Pulse Pattern Generator*) auf ca. 15 GHz beschränkt (Datenrate 30 Gbit/s). Beim JAWS können beliebige und spektral reine Wellenformen höchster Güte in einem Frequenzbereich von DC bis 1 MHz generiert werden. Der entscheidende Vorteil des Pulsbetriebes ist, dass im Gegensatz zum CW-Betrieb breite und stabile SS nicht nur in einem schmalen Frequenzbereich ausgebildet werden, sondern im gesamten Frequenzbereich für beliebige Pulsfolgen. Nur dadurch ist der Pulsbetrieb mit wechselnden Pulsfolgefrequenzen möglich.

In Bild 2 ist das Grundprinzip des JAWS bzgl. der Pulsfolgefrequenz dargestellt. Ist die Pulsfolgefrequenz zeitlich unveränderlich, erhält man in der Pulsamplitude-Spannungs-Kennlinie die gewohnten SS für quantisierte DC-Spannungen. Ist diese Pulsfolgefrequenz eine Funktion der Zeit, ergibt sich laut der Josephson-Gleichung eine Wechselspannung, die aber zu jedem Zeitpunkt exakt quantisiert ist, da es zu jedem Zeitpunkt zu einem definierten Transport von Flußquanten kommt. Dies bedeutet, dass jeder Strompuls jeweils genau eine ganzzahlige Anzahl von Flußquanten pro Josephson-Kontakt transferiert. Dieser einfache, aber fundamentale Ansatz zeichnet das JAWS aus.

Bild 3 zeigt in einem einfachen Schema, wie das JAWS in der Praxis realisiert wird. Ausgangspunkt ist eine Wellenform (hier ein Sinus), die quantisiert werden soll. Mithilfe einer SD-Simulation (*Sigma-Delta*) höherer Ordnung wird diese in ein Bitmuster überführt (SD-Code). Dies ist eine Folge von  $-1 / 0 / +1$ , welches der  $-1$ . SS, der  $0$ . SS und der  $+1$ . SS entspricht. Die ausgefeilte SD-Simulation sorgt dafür, dass die Wellenform im Frequenzraum mit größtmöglicher Qualität digitalisiert wird. Dies bedeutet für das Beispiel der Sinus-Wellenform: Bei einem „perfekten“ Sinus ist im Frequenzspektrum nur die Fundamentale

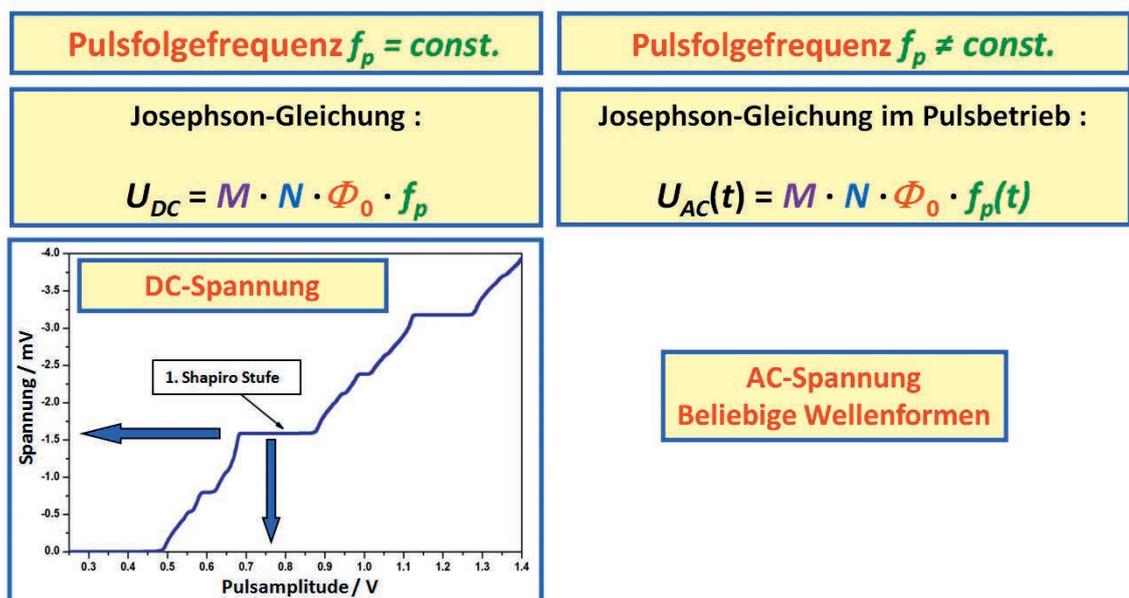


Bild 2: Erläuterung des Pulsbetriebs beim JAWS

vorhanden, welche gleich der Signalfrequenz ist. Die höheren Harmonischen sind vollständig unterdrückt, unterhalb des Rauschuntergrundes. Desweiteren sorgt die SD-Simulation dafür, dass das unvermeidliche Quantisierungsrauschen im Frequenzband deutlich vom Signal getrennt und zu hohen Frequenzen (beginnend ab ca. 10 MHz) verschoben wird. Das so erzeugte Bitmuster wird nun in den Speicher eines PPG übertragen. Dieser PPG liefert an seinem Ausgang sehr kurze Strompulse, die auf die Josephson-Schaltung mittels geeigneter HF-Leitungen übertragen werden. In der Schaltung wird von jedem Kontakt jeder einzelne Strompuls in einen Flussquantenpuls umgewandelt. Im zeitlichen Mittel kann nun am Schaltungsausgang die quantisierte Wellenform gemessen werden. Hierzu kommt ein leistungsfähiger schneller Analog-Digital-Wandler zum Einsatz. Er ermöglicht die hochwertige Analyse der Wellenformen im Frequenz- und Zeitbereich.

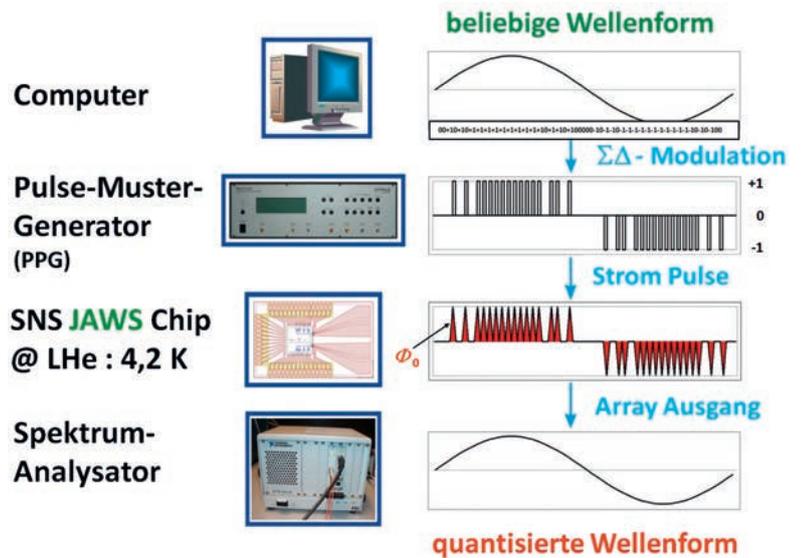


Bild 3: Skizze zur Veranschaulichung des Prinzips der Realisierung des JAWS

## 2 Design und Aufbau

Für den Betrieb des JAWS müssen die Josephson-Schaltungen bei allen Pulsfolgefrequenzen breite SS liefern. Um den hohen Anforderungen des JAWS zu genügen, muss das HF-Design der Schaltungen dahingehend optimiert werden. Bild 4 zeigt ein Beispiel eines JAWS-Chips, welcher 10 mm x 10 mm groß ist und auf dem 2 JAWS-Schaltungen integriert wurden, die zum Teil bereits auf dem Chip supraleitend miteinander verbunden sind. Die Vergrößerung zeigt, dass die Josephson-Kontakte im Innenleiter eines koplanaren Wellenleiters (CPW: *coplanar waveguide*) angeordnet sind, flankiert auf beiden Seiten von der Masse-Leitung. Die Impedanz der CPW ist auf 50  $\Omega$  dimensioniert

und die CPW ist am Leitungsende mit einem 50- $\Omega$ -Widerstand abgeschlossen, um Reflektionen der Pulse zu verhindern. Die HF-Pulse werden über einen 50- $\Omega$ -CPW-Taper über einen PCB-Chip-Träger eingekoppelt (PCB: *printed circuit board*). Die Schaltungen verfügen über LCR-Filter (L: Induktivität, C: Kapazität, R: Widerstand) an den niederfrequenten Ausgangsleitungen, an denen die Spannung ausgekoppelt bzw. der Kompensationsstrom eingekoppelt werden. Diese Tiefpass-Filter verhindern eine Übertragung der HF-Pulse auf diesen Leitungen, welche die synthetisierten Signale beeinträchtigen würde [2]. Auf einem 3-Zoll-Silizium wafer sind 20 dieser Chips integriert.

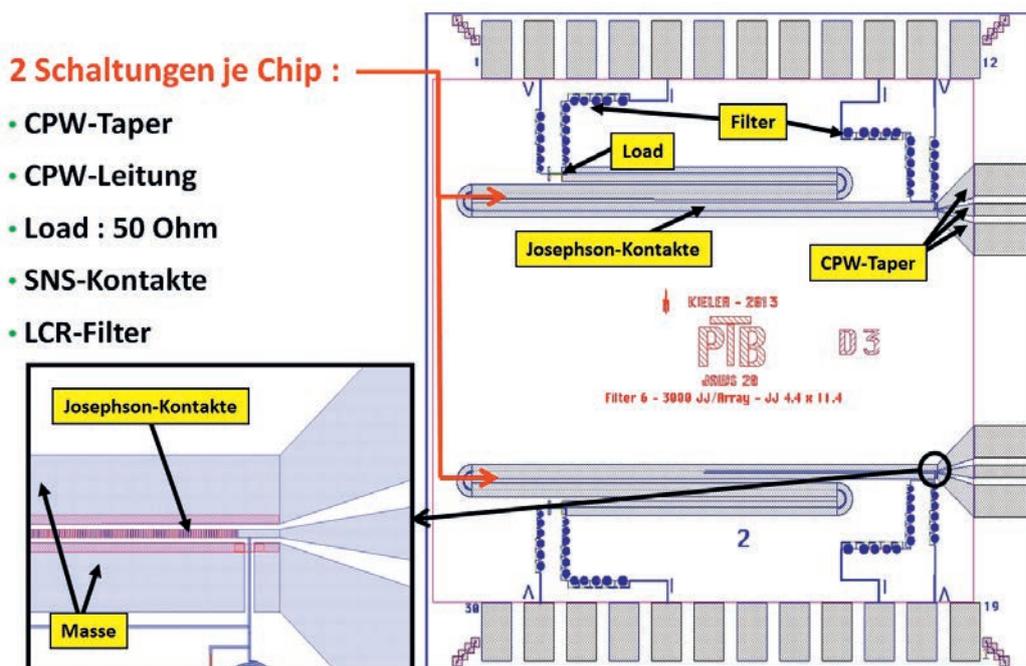


Bild 4: Darstellung des Layouts eines JAWS-Chips

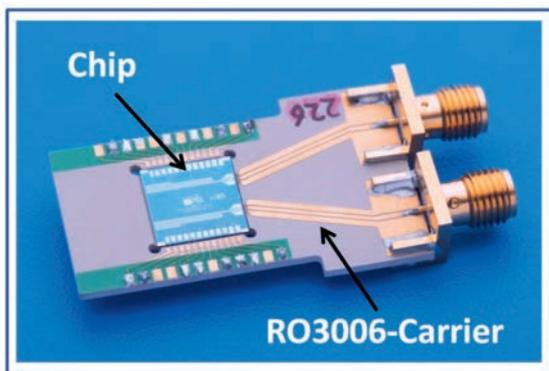


Bild 5: Darstellung eines JAWS-Chip-Trägers

Für den Betrieb des JAWS ist es erforderlich, dass alle verwendeten HF-Komponenten die Erfordernisse der Breitbandigkeit und geringen Dämpfung für eine optimale Pulsübertragung erfüllen. Deshalb sind die für die JAWS-Chips verwendeten Chip-Träger ebenfalls an der PTB entwickelt und optimiert worden. In Bild 5 ist ein Chip-Träger der aktuellen 3. Generation mit kontaktiertem JAWS-Chip gezeigt. Der Chip-Träger ist für den Betrieb von 2 Schaltungen pro Chip geeignet. Es wurden 2 HF-CPW-Leitungen mit passenden Anschlüssen für die SMA-PCB-Launcher integriert, die auf 50 Ω für den passenden Anschluss per Drahtbonden zum Chip getapert wurden. Außerdem gibt es 24 Anschlüsse für DC-Leitungen. Als Trägermaterial kommt das für HF-Anwendungen sehr gut geeignete Ro3006 [3] zum Einsatz, welches eine geringe HF-Dämpfung aufweist. Die Form der getaperten HF-CPW-Leitungen wurden bzgl. geringer Dämpfung und Reflektion optimiert [4]. Schließlich wurden die JAWS-Chips in einer Vertiefung so eingebettet, dass die Oberkanten Chip und Chip-Träger auf einer Ebene liegen. Dadurch wird eine Reflektion an der Chipkante vermieden. Außerdem sind demzufolge sehr kurze

Bonddrähte möglich, was für die HF-Übertragung vorteilhaft ist. Der Chip liegt in einer direkt in das Ro3006-Material gefrästen Vertiefung, weshalb die neueste Generation der Chip-Träger ohne eine Rückplatte aus FR1 auskommen, was zu einer kompakteren Bauweise führte. Außerdem wurde der aktuelle Chip-Träger schmaler gestaltet, um für den Einsatz in der 1V-JAWS-Probenstange ausreichend Platz für die Verdrahtung der 4 Carrier zu gewinnen. Die Schaltungen werden an der PTB in flüssigem Helium betrieben, welches in 100-l-Dewars zur Verfügung steht. Dazu werden die auf dem Chip-Träger kontaktierten JAWS-Chips in speziell angefertigten Probenstangen, die ca. 1 m lang sind, befestigt. Die JAWS-Schaltungen sind mit einem Cryoperm-Abschirmbecher magnetisch abgeschirmt. In der Probenstange befinden sich 2 halbstarre (*semi-rigid*) HF-Leitungen zur Pulsübertragung vom PPG zum Chip, sowie diverse Twisted-Pair-Kabel für die Kompensation und die Ausgangswellenform. Im Probenkopf sind in den HF-Leitungen DC-Blocks integriert für den „AC-Coupling-Betrieb“ [5]. Alle Leitungen sind isoliert geführt, sodass ein Kurzschluss mit der Masse vermieden wird, was für die Generierung von Wellenformen mit spektral reinen Frequenzspektren notwendig ist.

Eine zentrale Komponente im experimentellen Aufbau des JAWS ist der PPG, der die kurzen Strompulse mit einer Dauer von lediglich etwa 30 ps erzeugt. Die ersten Untersuchungen mit dem JAWS an der PTB wurden mit einem unipolaren PPG durchgeführt, d.h. nur 0- und 1-Pulse wurden erzeugt. Deshalb waren die synthetisierten Wellenformen ebenfalls unipolar, da nur die positive SS genutzt werden konnte [6]. Die Signale hatten somit auch einen DC-Offset. Vom NIST wurde eine Methode vorgeschlagen, bei der diese

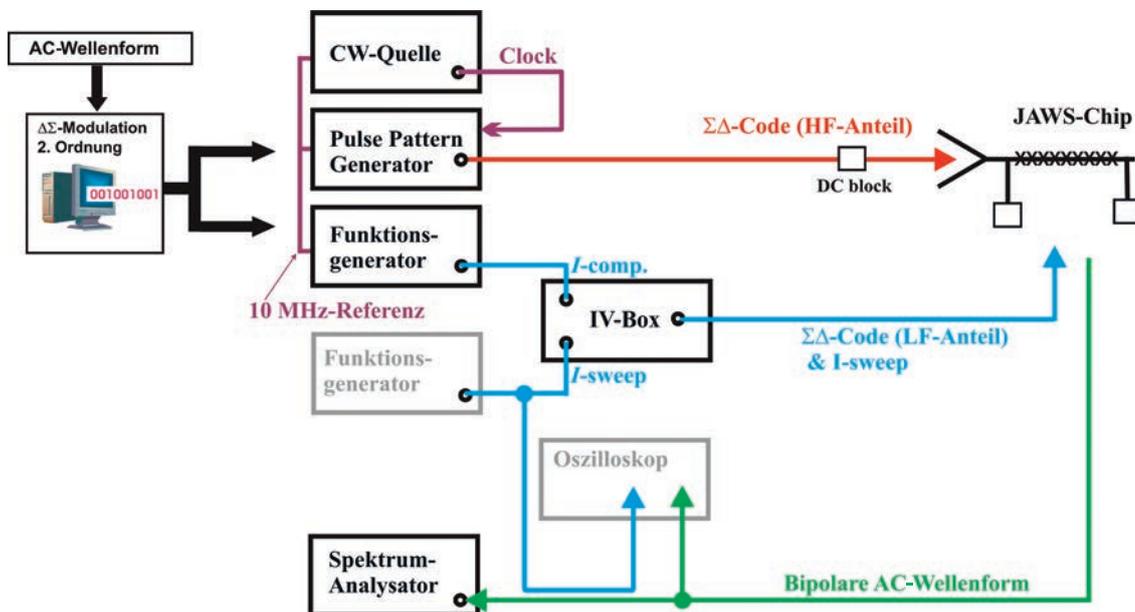


Bild 6: Schematischer Aufbau des JAWS-Systems

unipolaren Pulse mit einer CW in einem geeigneten Frequenz- und Amplitudenverhältnis überlagert werden [7, 8]. Dadurch war es uns möglich, die Ausgangsspannung zu verdoppeln und den Offset zu vermeiden, da nun beide SS (-1. SS und +1. SS) adressiert werden konnten. Diese Methode bewirkte jedoch einen ziemlich komplexen Aufbau und die Notwendigkeit der Optimierung von zahlreichen Parametern. In Bild 6 ist der aktuelle experimentelle Aufbau gezeigt, der nun auf einem bipolaren (oder ternären) PPG basiert – er liefert also +1-, 0-, -1-Pulse und beide SS können nun direkt adressiert werden.

Um zu verhindern, dass an den zur Impedanzanpassung integrierten *On-Chip*-Abschlusswiderständen eine sogenannte *Common-Mode*-Spannung abfällt, welche sich dem Ausgangssignal ununterscheidbar überlagern würde, wird die erwähnte *AC-Coupling*-Methode verwendet. Hierzu wird der SD-Code mit einem DC-Block in einen HF- und LF-Anteil (LF: *low frequency*) aufgespalten. Der HF-Anteil des Codes wird über den Eingangstaper durch die Josephson-Kontakte und die Widerstände geführt, wobei an den Widerständen nun keine Spannung abfällt. Der LF-Anteil des Codes wird über ein separates Kompensationssignal nur zwischen den Josephson-Kontakten eingespeist, wobei eine mit „IV-Box“ bezeichnete Elektronik das Signal von der Masse entkoppelt. Somit „sehen“ am Ende die Josephson-Kontakte die vollständige Information des SD-Codes und die Wellenform kann optimal synthetisiert werden. Von einer externen CW-Quelle erhält der PPG sein Taktsignal von typischerweise 15 GHz für eine Datenrate des PPG von maximal 30 Gbit/s. Die Ausgangswellenform wird mit einem Spektrumanalysator PXI 5922 analysiert [9]. Optional können die Pulskenlinien mit einem Oszilloskop betrachtet werden. Hierzu wird ein weiterer einfacher Funktionsgenerator für den Biasstrom benötigt.

Ausgehend von Schaltungen mit 500 bis 1000 Josephson-Kontakten, wurde die Anzahl der Josephson-Kontakte in den Schaltungen schrittweise vergrößert. Dabei stellte sich heraus, dass eine deutliche Erhöhung der Integrationsdichte der Josephson-Kontakte in einer JAWS-Schaltung über einen Wert von etwa 9000 Kontakten schwierig ist, sodass die Erhöhung der Ausgangsspannung einer einzelnen Schaltung über einen Wert von etwa 150 mV an der PTB über einige Jahre nicht gelungen ist. Im Jahre 2014 konnte jedoch das NIST und die PTB jeweils unabhängig voneinander einen spektakulären Erfolg verbuchen: die Etablierung eines 1-V-JAWS-Systems [10, 11]. Man bedenke, dass zur Erzeugung einer Ausgangsspannung von 1 V ca. 483 000 000 000 000 Flussquanten pro Sekunde transferiert werden müssen! Um die Ausgangsspannung des JAWS auf

diesen metrologisch relevanten Wert von 1 V RMS zu erhöhen, wurden in der PTB bis zu 8 Schaltungen (4 Chips mit jeweils 2 Schaltungen pro Chip) mit insgesamt 63 000 Josephson-Kontakten in Serie geschaltet. Das einfache Schema hierfür ist in Bild 7 dargestellt. Die einzelnen Schaltungen sind bei 4,2 K durch supraleitende Drähte miteinander verbunden, sodass die aufsummierte Gesamtspannung aller Schaltungen an den Ausgangsleitungen gemessen werden kann. Dieser Parallelbetrieb von 8 Schaltungen ist durch die Verwendung eines kommerziell erhältlichen neuartigen 8-Kanal-PPG möglich geworden. Eine entsprechende 8-Kanal-Elektronik (IV-Box) für die Kompensation wurde dazu an der PTB entwickelt.

Der Aufbau des 1-V-JAWS-Systems im Labor zeigt Bild 8. Man erkennt auf der linken Seite das 100-l-Dewar mit flüssigem Helium, in welchem die Schaltungen bei 4,2 K betrieben werden. Desweiteren sind die Kernkomponenten der Elektronik gekennzeichnet: der PPG, die Kompensationselektronik und das PXI 5922. Das System wird mittels einer eigens entwickelten *LabView-Software* komplett gesteuert. Alle Parameter und Messdaten

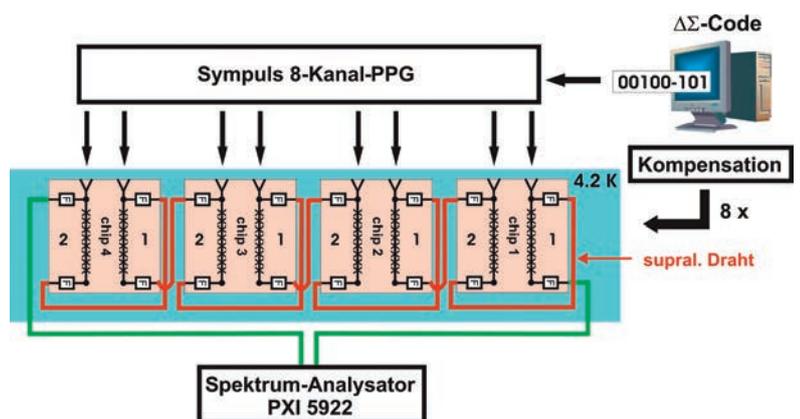


Bild 7: Schematischer Aufbau des 1-V-JAWS-Systems der PTB mit dem 8-Kanal-PPG und 4-JAWS-Chips in Serie

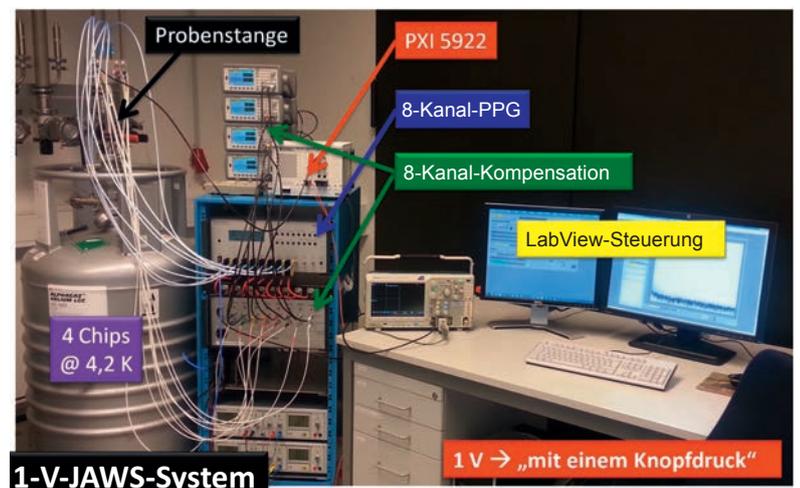


Bild 8: Fotografie des 1-V-JAWS-Systems der PTB

können gespeichert werden. Es ermöglicht einen komfortablen Betrieb des Systems, da man praktisch das 1 V mit einem einfachen Knopfdruck zur Verfügung hat. Das folgende Bild 9 zeigt als Beispiel eine Sinus-Wellenform von 250 Hz bei einer Spannung von 1 V RMS bzw. 1,4 V Spitze. Die untere Abbildung ist die Zeitdarstellung und die obere das Frequenzspektrum. Höhere Harmonische wurden um mehr als 120 dB unterdrückt, was einer hohen spektralen Reinheit entspricht. Der Rauschuntergrund ist sogar um exzellente 140 dB von der Signalamplitude getrennt.

### 3 Eigenschaften und Anwendungen

Das JAWS zeichnet sich im Vergleich zu Halbleiterquellen durch einmalige Eigenschaften

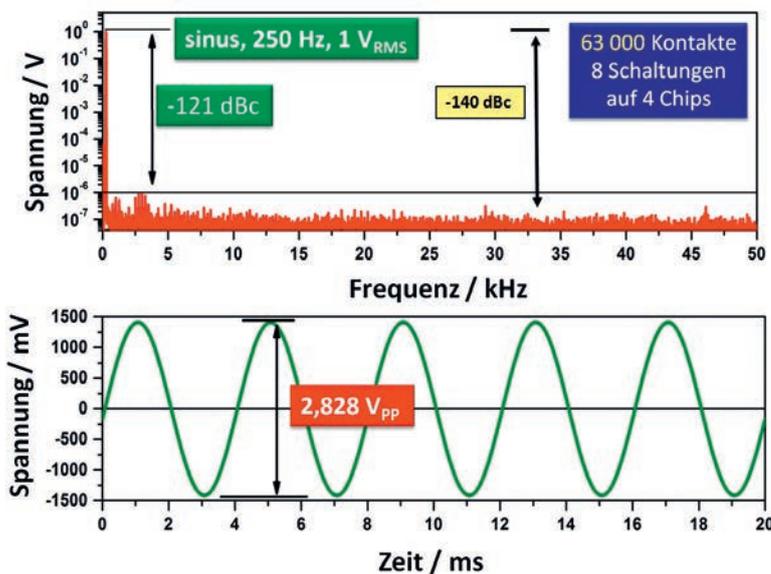


Bild 9: Frequenzspektrum und Zeitdarstellung einer Sinus-Wellenform mit 250 Hz und 1V<sub>RMS</sub>

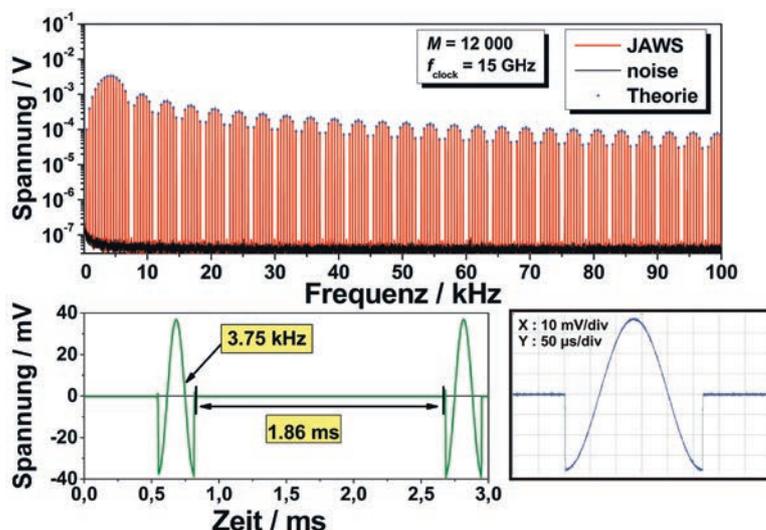


Bild 10: Frequenzspektrum und Zeitdarstellung einer Kosinus-Wellenform mit integrierter Pausezeit

aus: Die mit dem JAWS erzeugten Signale sind quantengenau, extrem rauscharm und absolut frei von irgendwelchen Driften der Signalamplituden. Da es sich um ein Quantennormal handelt, ist das JAWS auch durch zeitlich unbegrenzte stabile Betriebsparameter gekennzeichnet, d. h. nach Justage der für den Betrieb notwendigen Parameter der Geräte sind für die Generierung perfekter Wellenformen keinerlei Korrekturen notwendig. Die Drift der elektrischen Parameter der verwendeten Elektronik ist so klein, dass die JAWS-Schaltungen stets im quantisierten Zustand arbeiten (d. h. die SS wird nicht verlassen). Mit dem JAWS können beliebige Signale in einem weiten Frequenzbereich von DC, bzw. 2 Hz bis mehr als 1 MHz synthetisiert werden. Die exzellente Genauigkeit des JAWS konnte in einem direkten Vergleich von zwei JAWS-Systemen mit jeweils 10 000 Josephson-Kontakten eindrucksvoll demonstriert werden. Die Amplituden der synthetisierten Sinus-Wellen von jeweils 22 mV RMS stimmten bei einer Frequenz von 1875 Hz auf  $(1.8 \pm 2.0) \cdot 10^{-8}$  überein [12]. Die Genauigkeit des Vergleichs wurde bei diesem Experiment allein durch den verwendeten Nulldetektor begrenzt. Darüber hinaus wurde das 1-V-JAWS-System mit dem an der PTB etablierten AC-Quantenvoltmeter gemessen. Bei einer Frequenz von 250 Hz ergab sich zwischen der eingestellten und gemessenen Signalamplitude von 1 V RMS eine exzellente Übereinstimmung von  $(3.5 \pm 11.7) \cdot 10^{-9}$  [13]. Diese Ergebnisse zeigen eindrucksvoll, dass die Quantennormale perfekt funktionieren.

Zur Veranschaulichung, dass mit dem JAWS beliebige Wellenformen generiert werden können, sollen zwei Beispiele dienen. In Bild 10 ist eine Kosinus-Wellenform der Frequenz 3,75 kHz mit einer integrierten Pausezeit von 1,86 ms dargestellt. Die Frequenz des Kosinus und die Pausezeit lassen sich durch Wahl des SD-Codes beliebig einstellen. Das Frequenzspektrum zeigt eine sehr komplexe, jedoch wohldefinierte Form. Diese entspricht genau dem theoretisch erwarteten Verlauf. Solche nichtkontinuierlichen Wellenformen sind z. B. für Single-Shot-Messungen bei der dynamischen Charakterisierung eines AD-Konverters wichtig. Schließlich wurde in Bild 11 versucht, die Abkürzung JAWS mit 132 Tönen im Frequenzraum nachzubilden. Die Zeitdarstellung für diese sehr spezielle Wellenform sieht dagegen wie ein unkoordiniertes Rauschsignal aus. Umgekehrt kann auch jede Wellenform in der Zeitdomain mit dem JAWS programmiert werden.

Für den Einsatz des JAWS in der Praxis in metrologischen Instituten oder der Industrie ist es wichtig, dass ein Einsatz im Kleinkühler möglich ist. Dies wurde an der PTB in zwei Kleinkühler-Systemen erfolgreich demonstriert [14]. Somit wird ein einfacher und kostengünstiger Betrieb

auch in einem Umfeld, in dem der Betrieb mit flüssigem Helium nicht oder nur schwer möglich ist, sichergestellt.

Für die Zukunft eröffnen Effektivspannungen von 1 V eine Vielzahl von neuen Anwendungsmöglichkeiten des JAWS im Bereich der elektrischen Wechselspannungsmetrologie, wie z. B. die Kalibrierung von Wechselspannungen, Analog-Digital- bzw. Digital-Analog-Wandlern, AC-DC-Normalen, Spannungsteilern, Impedanz-Normalen, usw. Ein Beispiel für die Charakterisierung eines schnellen Analog-Digital-Wandlers (Datenrate bis 15 MS/s), der gleichzeitig als Spektrumanalysator beim JAWS genutzt wird, ist in Bild 12 gezeigt. Hierzu kann mit einer einzigen Messung in wenigen Augenblicken eine vollständige Frequenz-Charakterisierung dieses Gerätes vorgenommen werden. Dabei wird mit dem JAWS eine Multiton-Wellenform erzeugt, wobei jeder Ton die gleiche Amplitude hat. In diesem Fall ist es ein sogenannter Frequenzkamm mit 300 Tönen (Ton-Abstand 1,2 kHz), von dem in der Abbildung jedoch zur besseren Übersicht nur die ersten 40 Töne bis 50 kHz gezeigt sind. Man erkennt, dass die Amplitude, bedingt durch die internen Verstärker des Analog-Digital-Wandlers, einen wellenförmigen Verlauf zeigt. Dies ist mit der durch den Hersteller angegebenen Spezifikation vergleichbar. Weitere bereits an der PTB erfolgte Anwendungen sind die Charakterisierung eines breitbandigen (500 Hz bis 100 kHz) Verstärkers (Verstärkungsfaktor  $100,9 \pm 0,05 @ 1 \text{ kHz}$ ) oder die Messung der AC-DC-Differenz mit einem Thermokonverter Fluke792A im Frequenzbereich 1 kHz bis 20 kHz. Schließlich wurde eine PTB-Patentidee realisiert: die Kombination von PJVS und JAWS zur Erzielung von großen Ausgangsspannungen mit spektral reinen Spektren. Hierbei ergänzt das JAWS das stufenförmige Signal des PJVS. Dadurch werden im Frequenzspektrum alle durch die Stufen bedingten Harmonischen unterdrückt. Für eine Sinus-Wellenform konnte eine hervorragende spektrale Reinheit von 125 dBc erreicht werden. Es konnte ebenfalls gezeigt werden, dass die zeitliche Stabilität und das Rauschen dieses kombinierten Signals besser als die besten auf dem Markt verfügbaren Signalgeneratoren ist [15]. Schließlich hat

das NIST gezeigt, dass das JAWS als quantisierte Pseudo-Rauschquelle bei der Johnson-Rauschthermometrie eingesetzt werden kann [16]. Bei dieser Anwendung werden vom JAWS Multiton-Wellenformen mit geringer Amplitude und hoher Bandbreite ( $> 1 \text{ MHz}$ ) synthetisiert.

#### 4 Zusammenfassung und Ausblick

Die erfolgreiche Entwicklung des JAWS stellt für die Realisierung eines praxistauglichen AC-Josephson-Spannungsnormals einen wesentlichen Meilenstein dar. Das Erreichen von effektiven Ausgangsspannungen bis 1 V war ein Durchbruch für die Anwendung des JAWS in der Metrologie. Bei der Synthese von beliebig programmierbaren Wellenformen höchster Güte im Frequenz- oder Zeitbereich ist das JAWS im Vergleich mit anderen Quellen unübertroffen. In den nächsten Jahren soll die Komplexität des 1-V-JAWS-Systems durch Weiterentwicklung der Josephson-Schaltungen und des experimentellen Aufbaus verringert werden.

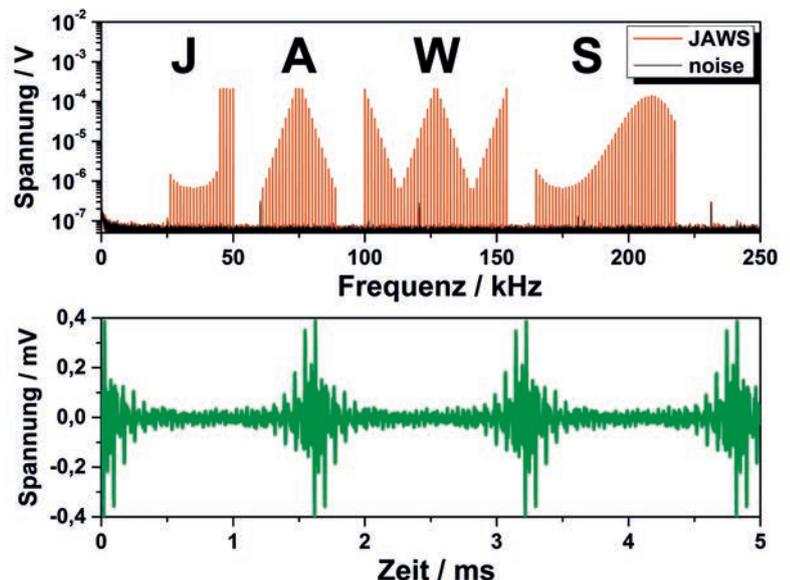


Bild 11: Frequenzspektrum und Zeitdarstellung einer Multiton-Wellenform zur Darstellung der Abkürzung JAWS

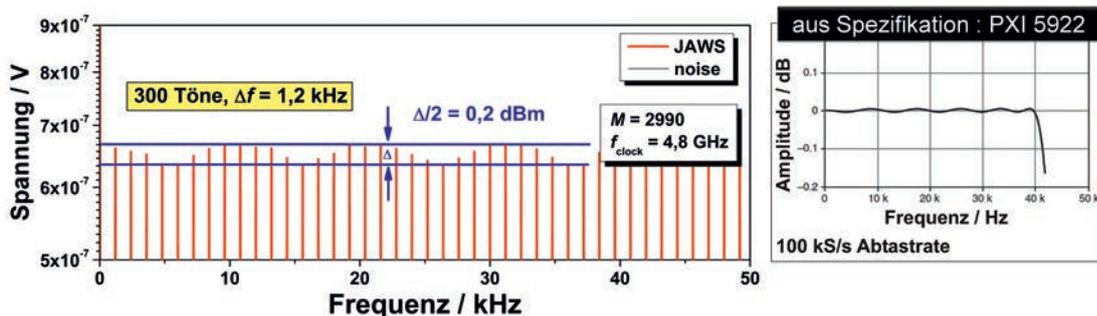


Bild 12: Frequenzspektrum einer JAWS-Multiton-Wellenform zur Charakterisierung eines AD-Wandlers NI PXI 5922 und Vergleich mit der Spezifikation des Herstellers

## Danksagung

Diese Arbeiten wurden zum Teil mit finanzieller Unterstützung durch die Europäische Union im Rahmen von EMRP JRP SIB59 Q-WAVE ausgeführt. Das EMRP wird gemeinsam von den EMRP-Teilnehmerstaaten innerhalb von EURAMET und der Europäischen Union finanziert.

## Literatur

- [1] S. P. Benz und C. A. Hamilton, *A pulse-driven programmable Josephson voltage standard*, Appl. Phys. Lett. **68**, 3171–3173 (1996).
- [2] M. Watanabe, P. D. Dresselhaus und S. P. Benz, *Resonance-free lowpass filters for the AC Josephson voltage standard*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **16**, 49–53 (2006).
- [3] RO3006™, Rogers Corporation, Connecticut, USA.
- [4] R. Judaschke und K. Kuhlmann, PTB Braunschweig, private Mitteilung.
- [5] S. P. Benz, C. J. Burroughs und P. D. Dresselhaus, *AC coupling technique for Josephson waveform synthesis*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **11**, 612–616 (2001).
- [6] O. F. O. Kieler, J. Kohlmann, R. Behr, F. Mueller, L. Palafox und J. Niemeyer, *SNS Josephson junction series arrays for the Josephson arbitrary waveform synthesizer*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **17**, 187–190 (2007).
- [7] S. P. Benz, C. J. Burroughs und P. D. Dresselhaus, *Low harmonic distortion in a Josephson arbitrary waveform synthesizer*, Appl. Phys. Lett. **77**, 1014–1016 (2000).
- [8] O. F. Kieler, J. Kohlmann und F. Müller, *Improved design of superconductor/normal conductor/superconductor Josephson junction series arrays for an ac Josephson voltage standard*, Supercond. Sci. Technol. **20**, 318–322 (2007).
- [9] PXI 5922, National Instruments, Austin, Tx, USA.
- [10] S. P. Benz, S. B. Waltman, A. E. Fox, P. D. Dresselhaus, A. Rüfenacht, J. M. Underwood, L. Howe, R. E. Schwall und C. J. Burroughs, *1 V Josephson arbitrary waveform synthesizer*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **25**, 1300108 (2015).
- [11] O. F. Kieler, R. Behr, R. Wendisch, S. Bauer, L. Palafox und J. Kohlmann, *Towards a 1 V Josephson arbitrary waveform synthesizer*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **25**, 1400305 (2015).
- [12] O. F. Kieler, R. Behr, D. Schleußner, L. Palafox und J. Kohlmann, *Precision comparison of sine waveforms with pulse-driven Josephson arrays*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **23**, 1301404 (2013), und O. F. Kieler, unpublished.
- [13] R. Behr, O. Kieler, J. Lee, S. Bauer, L. Palafox und J. Kohlmann, *Direct comparison of a 1 V Josephson arbitrary waveform synthesizer and an ac quantum voltmeter*, Metrologia **52**, 528–537 (2015).
- [14] O. F. Kieler, T. Scheller und J. Kohlmann, *Cryocooler operation of a pulse-driven AC Josephson voltage standard at PTB*, World J. Condens. Matter Phys. **3**, 189–193 (2013).
- [15] R. Behr, O. Kieler, D. Schleußner, L. Palafox und F. J. Ahlers, *Combining Josephson Systems for Spectrally Pure AC Waveforms With Large Amplitudes*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **62**, 1634–1639 (2013).
- [16] S. P. Benz, et al., *Improvements in the NIST Johnson Noise Thermometry System*. IEEE Trans. Instrum. Meas. **58**, 884–890 (2009).

## Elektrizität

**E-107:** A. Müller

### **Nanostrukturierte Graphendevices**

136 S., 52 Abb., 3 Tab., ISBN 978-3-95606-265-0, 2016, € 19,00\*

Seit der ersten Separation von Graphen durch Exfoliation im Jahre 2004 ist es anspruchsvoll, Quantenpunkte (QD) in diesem Material zu realisieren. Die dabei größte Herausforderung ist es, eine gut definierte und ausreichend hohe Bandlücke im Graphen zu öffnen. Dies stellt jedoch die Grundlage dar, um die in der Ebene frei beweglichen Elektronen lokal einzuschränken. In diesem Bericht wird der Ansatz verfolgt, den Feldeffekt in Bilagen-Graphen zu nutzen.

## Fertigungstechnik

**F-56:** F. Schmaljohann

### **Gesputterte, elektrisch isolierende Schichten für Dünnschichtsensoren auf metallischen Grundkörpern**

140 S., 45 Abb., 14 Tab., ISBN 978-3-95606-233-9, 2015, € 19,00\*

In der vorliegenden Arbeit wurden Untersuchungen an elektrisch isolierenden Schichten durchgeführt, welche mittels Magnetronsputterns auf Metallen aufgebracht wurden. Diese Schichten sollen geeignet sein um für Dünnschichtsensorik als Trennschicht zwischen der elektrisch leitfähigen Sensorschicht und dem Substrat zu dienen. Zielstellung der Arbeit ist daher eine für den beschriebenen Einsatzzweck hinreichende elektrische Isolation sowie eine gute Haftung zu erzielen, bei einer gleichzeitig möglichst geringen Schichtdicke, um den Einfluss auf das Messergebnis der Sensoren zu minimieren.

## Mechanik und Akustik

**MA-93:** L. Klaus

### **Entwicklung eines primären Verfahrens zur Kalibrierung von Drehmomentaufnehmern mit dynamischer Anregung**

172 S., 62 Abb., 30 Tab., ISBN 978-3-95606-263-6, 2016, € 20,50\*

Der Bericht beschreibt erstmals einen modellbasierten Ansatz zur dynamischen Drehmomentkalibrierung. Die mechanischen Eigenschaften des Aufnehmers, die das dynamische Verhalten beeinflussen, werden durch ein Modell und dessen Modellparameter beschrieben. Die Modellparameter sind charakteristische Kenngrößen für den Aufnehmer. Sie werden experimentell bestimmt. Die mechanischen Eigenschaften des Aufnehmers sind deshalb so wichtig, da Drehmomentaufnehmer immer an beiden Enden eingespannt sind. Die im Wellenstrang mechanisch gekoppelten Komponenten können das dynamische Verhalten des Aufnehmers beeinflussen und umgekehrt.

## Optik

**Opt-78:** J. Keller

### **Spectroscopic characterization of ion motion for an optical clock based on Coulomb crystals**

Engl., 128 S., 67 Abb., 5 Tab., ISBN 978-3-95606-272-8, 2016, € 18,50\*

This work contributes to the approach of using  $^{115}\text{In}^+ / ^{172}\text{Yb}^+$  Coulomb crystals as the reference for an optical clock. Two ultra-stable cavities for the stabilization of spectroscopy lasers have been set up.

## Thermodynamik

**Th-5:** H. Wolf

### **Transport properties of fuels**

Engl., 168 S., 83 Abb., 95 Tab., ISBN 978-3-95606-165-3, 2015, € 20,50\*

In the present study, measurements of the density and viscosity as well as their temperature dependences were described based on a series of mixtures consisting of biofuels and fossil fuels. The measurement series cover the range of the commercially available fuels used in Germany – and in most of Europe. In order to provide data also covering fuel mixtures with the mixing ratios between 0 % and 100 % biofuel content were produced and measured.

**Th-6:** W. Sabuga, J. Könemann (Hrsg.)

### **High-Pressure Metrology for Industrial Applications** – Proceedings of the HighPRES workshop held at PTB Braunschweig, Germany, September 17, 2014

Engl., 136 S., 171 Abb., 9 Tab., ISBN 978-3-95606-232-2, 2015, € 19,00\*

Contents: Development of 1.6 GPa pressure standards • FEM analysis of the high-pressure multipliers and components • Elastic constant measurements by strain gauges and RUS methods • High-pressure transducers as transfer pressure standards evaluated by a 1 GPa pressure comparison • Pressure dependence of viscosity and compressibility of fluids for high pressure applications • PVDV sensors for dynamic pressure metrology in extreme environment • New possibilities with a high pressure measuring chain consisting of reference pressure transducer P3 Top Class BlueLine and DMP 41 high-precision instrument • Design of components for 25 000 bar autofrettage machines and development of two high pressure sensor concepts • A new pressure transducer for pressure measurements up to 20 kbar •

**Th-7:** W. Sabuga, J. Könemann (Hrsg.)

### **High-Pressure Measurement and Calibration** – Proceedings of the Training Course held at PTB, Braunschweig, Germany, September 18, 2014

Engl., 74 S., 88 Abb., ISBN 978-3-95606-264-3, 2016, € 14,50\*

This PTB-Report comprises the presentations held at the Training Course on High-Pressure Measurement and Calibration, which took place in the PTB, Braunschweig on 18th of September 2014. Approximately 12 representatives of industry (both manufacturers and users), academic and national metrology institutes from seven European countries participated.

\*alle hier genannten Preise jeweils zzgl. Versandkosten

Bestellung bitte direkt an: Carl Schünemann Verlag GmbH



Zweite Schlachtpforte 7 | 28195 Bremen | Tel. +49(0)4 21/3 69 03-56 | Fax +49(0)4 21/3 69 03-63  
Internet: [www.schuenemann-verlag.de](http://www.schuenemann-verlag.de) | E-Mail: [buchverlag@schuenemann-verlag.de](mailto:buchverlag@schuenemann-verlag.de)



# Impedanzmetrologie mit Josephson-Spannungsnormalen

Stephan Bauer\*, Luis Palafox\*\*

## Bedeutung von Impedanzmessung

Haben Sie heute schon ein Tablet oder ein Smartphone benutzt? Dann haben Sie bereits bei einer Impedanzmessung mitgemacht. Die Koordinaten der Berührungen werden aufgrund von Kapazitätsänderungen ermittelt. Widerstände, Induktivitäten und Kondensatoren sind den meisten Menschen ein Begriff. In der Elektrotechnik spricht man allgemeiner von Impedanzen, da man jedem dieser Bauteile einen frequenzabhängigen Wechselstromwiderstand (Impedanz  $Z$ ) zuordnen kann. Zum Beispiel die Kapazitätsänderung – verursacht durch den Druck auf eine bewegliche Elektrode in einem kapazitiven Drucksensor. Die Messung von Impedanzen spielt eine zentrale Rolle in der Messtechnik, da viele Sensoren andere Messgrößen in eine äquivalente Impedanz umwandeln, welche dann durch weitere Messtechnik erfasst wird<sup>3</sup>. Die am häufigsten anzutreffenden Impedanzmessungen messen Kapazitäten und elektrische Widerstände wie zum Beispiel bei Touchscreens.

Die Messung von Impedanzen ist wegen ihrer großen Verbreitung in Produkten unserer Alltagswelt von besonderer Bedeutung. Dabei kann die Messung von Impedanzen mithilfe verschiedener Methoden durchgeführt werden [1], wobei all diese Methoden Wechselspannungen verwenden. So liefern kommerziell erhältliche Messgeräte (LCR-Meter) schnelle Ergebnisse in einem weiten Frequenzbereich bis einige MHz, allerdings liegen die Unsicherheiten deutlich höher als die der in beinahe allen Metrologieinstituten verwendeten koaxialen Impedanzmessbrücken [2]. Diese manuell betätigten Impedanzmessbrücken basieren auf induktiven Spannungsteilern und erreichen hervorragende Unsicherheiten von einigen  $10^{-9}$ . Allerdings muss die Brücke manuell für jede Frequenz neu abgeglichen werden. Diese Prozedur ist sehr aufwendig und die induktiven Spannungsteiler schränken außerdem die Bandbreite, bei der diese Brücken sehr präzise funktionieren, auf den Frequenzbereich von 500 Hz bis 10 kHz ein. Ebenfalls sind die Impedanzverhältnisse durch die Transformatorwicklungen festgelegt und die Phase zwischen den Spannungen auf  $0^\circ$  oder  $180^\circ$  begrenzt.

Daher ist es das Ziel der Entwicklung neuer Impedanzmessbrücken, den Übergang von Messungen bei vorgegebenen Spannungsverhältnissen und festen Phasenwinkel zu beliebigen Spannungsverhältnissen und Phasenwinkeln über den gesamten Audiofrequenzbereich (20 Hz bis 20 kHz) oder sogar zu noch höheren Frequenzen zu erreichen [3]. Dieser Übergang kann mit zwei verschiedenen Arten von Impedanzmessbrücken erreicht werden. Auf der einen Seite sind es digitale Impedanzmessbrücken, welche auf der Basis von Digital-Analog-Wandlern arbeiten. Diese Variante der Impedanzbrücke schließt die Lücke zwischen den schnellen und flexiblen LCR-Metern und den komplexen und hochpräzisen koaxialen Messbrücken. Die Messungen lassen sich dank der Automatisierung schnell durchführen und liefern über einen weiten Frequenz- und Impedanzbereich Unsicherheiten von  $10^{-6}$  und besser [4]. Auf der anderen Seite sind Impedanzmessbrücken, welche als Spannungsquellen Josephson-Spannungsnormale verwenden [5], die durch die fast beliebige Auswahl von Spannungs- und Phasenverhältnissen einen wichtigen Vorteil besitzen. Mit den in der PTB entwickelten Josephson-Messbrücken ist der Abgleich einfach und vor allem automatisierbar.

Im Weiteren erläutert dieser Artikel zunächst das Grundprinzip einer Impedanzmessbrücke auf Basis von Josephson-Spannungsnormalen, bevor auf die beiden an der PTB realisierten Typen von Messbrücken genauer eingegangen wird.

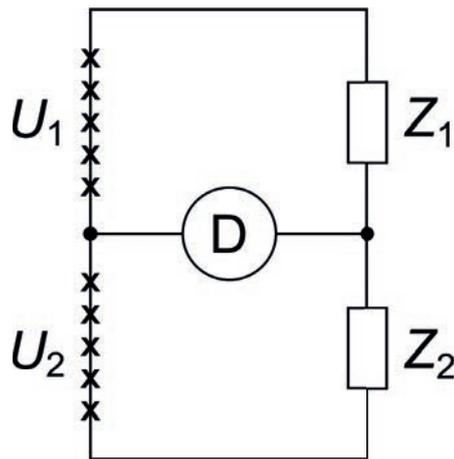
## Grundprinzip von Impedanzmessbrücken auf Basis von Josephson-Spannungsnormalen

Der Abgleich einer Impedanzmessbrücke, wie in Bild 1 dargestellt, erfolgt immer so, dass durch beide Impedanzen  $Z_1$  und  $Z_2$  der gleiche Strom fließt. Dabei können die beiden Impedanzen z. B. zwei elektrische Widerstände, zwei Kapazitäten oder aber jede erdenkliche Kombination von Impedanzen sein. In diesem Fall ist die Spannung, gemessen am Detektor  $D$  zwischen Innen- und Außenleiter, null. Im abgeglichenen Zustand gilt, dass das Verhältnis der Impedanzen gleich dem

\* Dr. Stephan Bauer, Arbeitsgruppe 2.63 „Josephson-Effekt, Spannung“, E-Mail: stephan.bauer@ptb.de

\*\* Dr. Luis Palafox, Arbeitsgruppe 2.63 „Josephson-Effekt, Spannung“, E-Mail: luis.palafox@ptb.de

Bild 1:  
Grundprinzip einer Impedanzmessbrücke. Die Kontakte der Josephson-Spannungsnormale werden durch die X dargestellt und liefern die Spannungen  $U_1$  und  $U_2$ . Die Brückenspannung wird mithilfe eines Lock-in-Detektors (D) gemessen.



Verhältnis der Spannungen ist:

$$U_1/U_2 = -Z_1/Z_2$$

Als Detektor wird meistens ein Lock-in-Detektor verwendet, welcher in einem sehr schmalen Frequenzband um die eingestellte Brückenfrequenz misst. Im Allgemeinen erfolgt der Abgleich direkt über das Verhältnis und die Phasenlage der beiden Spannungen.

Bei Impedanzbrücken kann der Messstrom und die Messspannung entweder über dieselbe Leitung oder aber durch separate Leitungen fließen. Im ersten Fall spricht man dann von einer 2-Tor-Anordnung. Neben dem Vorteil eines einfacheren Aufbaus gibt es jedoch einen wesentlichen Nachteil. Bedingt dadurch, dass die Spannungsmessung in diesem Fall nicht stromlos erfolgen kann, werden die Messergebnisse durch die parasitären Impedanzen der Kabel und Stecker beeinflusst. Um diese Unsicherheit zu eliminieren, müssen Strom und Spannung über separate Kabel geführt werden. Da diese Methode vier Anschlüsse an

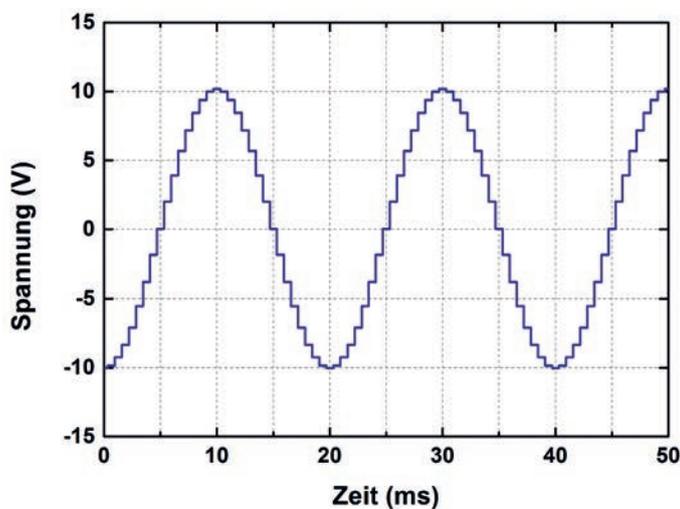


Bild 2:  
Beispiel einer durch 32 Stufen angenäherten Sinusspannung mit einer Amplitude von 10 V

jeder Impedanz (zwei für Strom und zwei für Spannung) benötigt, spricht man von einer 4-Tor-Definition. Dieser Brückentyp liefert zwar deutlich präzisere Ergebnisse, ist allerdings auch komplexer im Aufbau. An der PTB wurden bereits Impedanzbrücken sowohl als 2-Tor- und als 4-Tor-Varianten erfolgreich aufgebaut und eingesetzt.

Der Einsatz von Quantennormalen zur Erzeugung der Spannungen auf beiden Seiten der Brücke sorgt für eine rauscharme und stabile Spannungsversorgung, deren Absolutwerte durch die verwendete Mikrowellenfrequenz bestimmt werden. Letztere ist durch die Verbindung zur Atomuhr auf besser  $10^{-10}$  bekannt. Durch die Verwendung zweier unabhängiger Spannungsquellen können sowohl die Spannungsverhältnisse als auch die Phase zwischen den beiden Spannungen fast beliebig frei gewählt werden. Aktuelle Impedanzmessbrücken auf Basis von Josephson-Spannungsnormalen erreichen eine vergleichbare Genauigkeit wie die Transformator-basierten, jedoch mit dem wichtigen Vorteil des breiteren Frequenzbereichs der Messungen, der insgesamt kürzeren Messzeit und der vergleichsweise einfachen Automatisierbarkeit des Abgleichs. An der PTB werden zwei verschiedene Josephson-Spannungsnormale für Impedanzmessungen eingesetzt. Im Folgenden werden diese beiden Varianten vorgestellt sowie ihre Vorteile und Beschränkungen diskutiert.

### Impedanzmessbrücken mit programmierbaren Spannungsnormalen

Für die Messung von Impedanzverhältnissen mit einer Messbrücke auf Basis von programmierbaren Spannungsnormalen werden an der PTB Rechteckspannungen verwendet. Es ist prinzipiell auch möglich, stufenweise angenäherte Sinusspannungen zu verwenden (siehe Bild 2). Jedoch ist dann die Zeit auf einer quantisierten Spannungsstufe geringer. Bei beiden Spannungsformen hat die Form der Flanken beim Anstieg und Abfall der Spannung einen nicht zu vernachlässigen Einfluss auf die Messgenauigkeit. Allerdings wird der Einfluss der Flanken durch den Einsatz eines Lock-in-Detektors verringert.

Für den Abgleich der Messbrücke werden die Wechselspannungsamplituden der beiden Josephson-Schaltungen über die verwendete Anzahl von Josephson-Kontakten und die eingestrahlte Mikrowellenfrequenz variiert sowie die Phasenlage der synthetisierten Spannungen über eine Verzögerungselektronik mit einer Auflösung von 1 ps eingestellt (siehe Bild 3). Beides geschieht softwaregesteuert und somit vollautomatisch. Somit lassen sich z. B. Impedanzverhältnisse bei 20 Frequenzen innerhalb von nur 30 Minuten messen.

Für 1:1-Verhältnisse von 10-k $\Omega$ -Widerständen und 100-pF-Kapazitäten wurde das Verfahren in hervorragender Weise demonstriert. Mit diesem

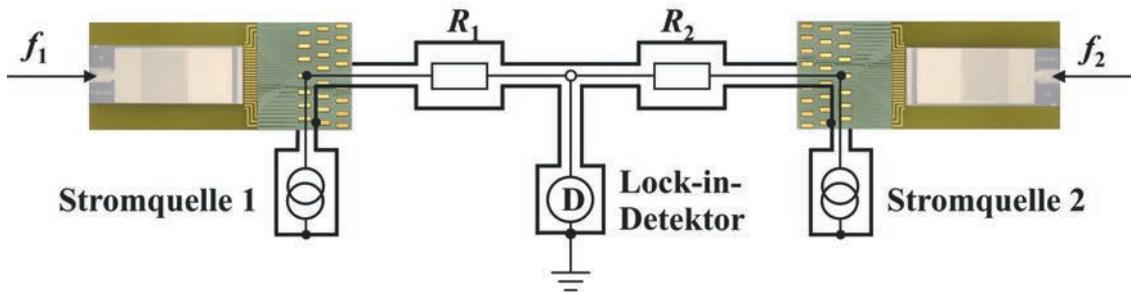


Bild 3: Schematischer Aufbau der Messbrücke auf Basis von programmierbaren Spannungsnormalen. Über die Variation der Mikrowellenfrequenzen  $f_1$  und  $f_2$  werden die quantisierten Spannungen eingestellt und die Brücke abgeglichen. Die Synchronisierung der Stromquellen 1 und 2 und Verzögerungselektronik erlaubt einen Phasenabgleich für Wechselspannungen.

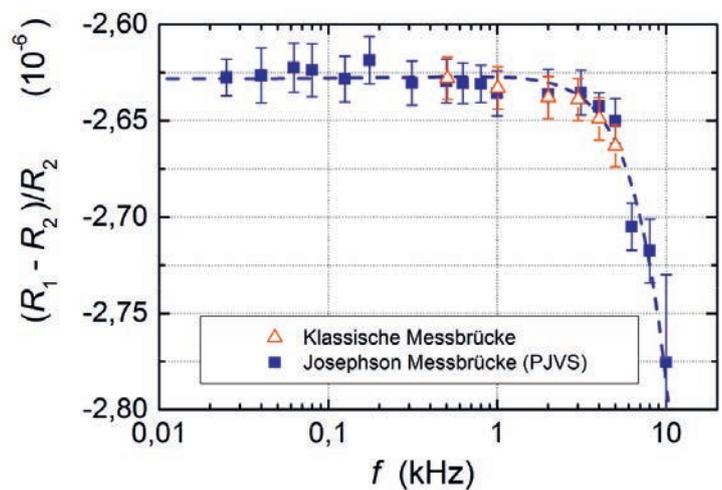
Typ der Josephson-Impedanzmessbrücke wurde das Widerstandsverhältnis über den Frequenzbereich von 25 Hz bis 10 kHz mit einer Messunsicherheit von etwa  $2 \cdot 10^{-8}$  gemessen. Ein Vergleich der Messergebnisse mit den Ergebnissen einer Messbrücke auf Basis von induktiven Spannungsteilern zeigt eine exzellente Übereinstimmung (siehe Bild 4) [5]. Auch für Kapazitätsverhältnisse liegt die Unsicherheit im kHz-Bereich unter  $4 \cdot 10^{-8}$ , steigt dann – entsprechend der Impedanz  $1/\omega C$  – mit kleiner werdender Frequenz an und erreicht eine Unsicherheit von etwa  $2 \cdot 10^{-7}$  bei 25 Hz. Auch für die Messung des Verhältnisses von 10-pF- zu 100-pF-Kapazitäten wurde diese Impedanzmessbrücke bereits erfolgreich eingesetzt.

Als Weiterentwicklung der 2-Tor-Impedanzmessbrücke wurde eine 4-Tor-Anordnung aufgebaut. Durch Optimierung der Widerstandswerte  $R_{1,S}$  und  $R_{2,S}$  (siehe Bild 5, rot) konnte eine Brücke entwickelt werden, bei der das Öffnen der Schalter 1–3 (Bild 5, blau) keinen Einfluss auf den Brückenabgleich hat. Damit sind die Definitionsbedingungen für eine 4-Tor-Messung erfüllt. Ein Abgleich der Josephson-Impedanzmessbrücke bei hohen Frequenzen ermöglicht es dann, innerhalb von etwa 60 Minuten halbautomatische Messungen über einen Frequenzbereich von 25 Hz bis 10 kHz durchzuführen, wobei eine relative Messunsicherheit von weniger als  $10^{-7}$  erreicht wird.

Beide Ausführungen der programmierbaren Impedanzmessbrücken liefern bei gleichen Impedanzen ( $R:R$  oder  $C:C$ ) hervorragende Ergebnisse im Frequenzbereich zwischen 25 Hz und 10 kHz. Zu höheren Frequenzen ist die Messunsicherheit limitiert durch die verwendeten Rechteckspannungen und deren Flankenform während der Schaltvorgänge. Dadurch ist die Zeit auf einer quantisierten

Spannungsstufe bei hohen Frequenzen zu kurz und die Unsicherheiten der nicht idealen Flanken dominiert.

Der Vergleich von ungleichen Impedanzen ( $R:C$  oder  $R:L$ ), auch Quadraturmessungen genannt, bildet einen bedeutenden Teil der Impedanzskalen und der Rückführungsketten [1]. Die erreichbare



Unsicherheit mit Rechteckspannungen ist aber grundlegend beschränkt. Selbst wenn ein perfekter Abgleich bei der Grundfrequenz erreicht wird, begrenzen die harmonischen Obertöne die Empfindlichkeit des Lock-in-Detektors und damit die Unsicherheiten auf einige  $10^{-6}$ . Um diese Beschränkung zu umgehen, ist die Verwendung von Sinusspannungen mit hoher spektraler Reinheit unerlässlich. Dies ist durch den Einsatz von pulsgetriebenen Josephson-Spannungsnormalen möglich und eine solche an der PTB realisierte Impedanzmessbrücke wird im folgenden Abschnitt behandelt.

Bild 4: Frequenzabhängiges Impedanzverhältnis von zwei 10-k $\Omega$ -Widerständen. Die Daten der Josephson-Messbrücke sind mit blauen Vierecken und die Daten der transformatorbasierten Messbrücke mit roten Dreiecken gekennzeichnet. [5]

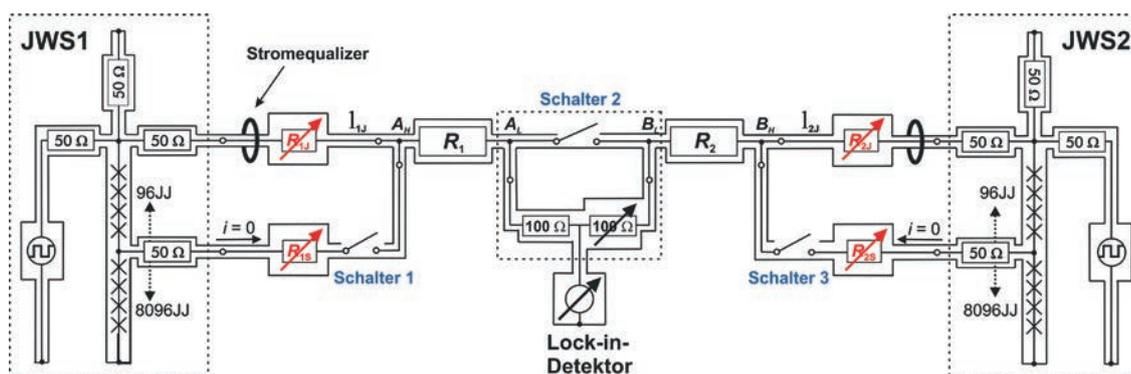


Bild 5: Schematischer Aufbau der 4-Tor-Messbrücke auf Basis von programmierbaren Spannungsnormalen

### Impedanzmessbrücken mit pulsgetriebenen Spannungsnormalen

Durch den Einsatz von pulsgetriebenen Spannungsnormalen (*Josephson Arbitrary Waveform Synthesizer*, JAWS) stehen, wie im vorherigen Beitrag von Oliver Kieler im Detail beschrieben, erstmals spektral sehr reine (besser 120 dBc) Sinusspannungen für eine Josephson-Impedanzmessbrücke zur Verfügung (siehe Bild 6). Damit entfällt prinzipiell die oben genannte Einschränkung der programmierbaren Spannungsnormale bei der Quadraturmessung (*R-C-Verhältnisse*). Darüber hinaus sollten prinzipiell auch höhere Frequenzen mit kleinen Unsicherheiten möglich sein. Ein deutlicher Unterschied ist hier auch die

maximale Spannung. Sie liegt nicht wie bei den programmierbaren Impedanzmessbrücken bei einer Spitzenspannung von 10 V, sondern bei etwa 100 mV bis 150 mV. Um dennoch vergleichbare Signal-zu-Rausch-Verhältnisse zu erreichen, muss bei der Messbrücke mit pulsgetriebenen Spannungsnormalen ein Abgleich der Brücke im nV-Bereich oder darunter erfolgen. Aufgrund der hohen spektralen Reinheit und der zeitlichen Stabilität der Ausgangsspannungen ist dies möglich und lediglich durch die Stabilität der Impedanznormale und deren thermisches Rauschen beschränkt.

Bedingt durch den Pulsbetrieb und die geringeren Ausgangsspannungen wird nur wenig elektrische Leistung in die Josephson-Schaltungen

Bild 6: Spektrum einer im Kleinkühler generierten Sinusspannung mit einem Effektivwert von 100 mV und einer Frequenz von 1233,1 Hz. Die drei Obertöne werden durch das Messsystem aufgrund von Nichtlinearitäten angezeigt, aber nicht vom Spannungsnormal erzeugt.

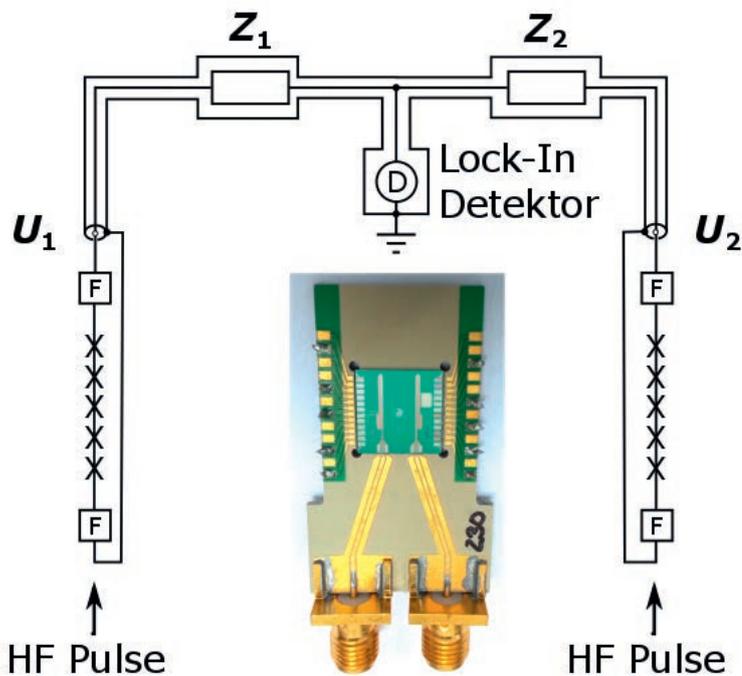
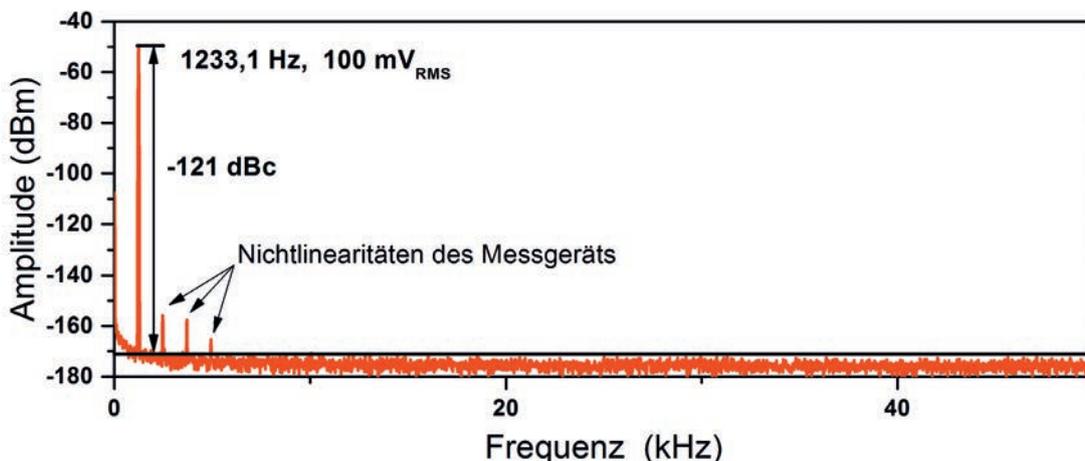


Bild 7: Schematischer Aufbau der Impedanzmessbrücke auf der Basis von zwei pulsgetriebenen Spannungsnormalen. In der Mitte ist ein Chip mit zwei Josephson-Schaltungen samt Trägerplatine zu sehen.

eingebraucht. Daher ist ein Betrieb der Schaltungen nicht nur im flüssigen Helium, sondern auch in einem geschlossenen Kühlkreislauf (Kleinkühler) möglich. Das macht den Einsatz einer solchen Messbrücke, sowie der pulsgetriebenen Spannungsnormale im Allgemeinen, besonders für Kalibrierlabore und Institute ohne Heliumrückgewinnung interessant, da keine Versorgung mit flüssigem Helium nötig ist. Für die an der PTB aufgebaute Impedanzmessbrücke wird ein sogenannter Pulsrohrkühler verwendet. Der Chip mit den Josephson-Schaltungen befindet sich, wie auch beim Betrieb mit flüssigem Helium, in einem Probenhalter, allerdings werden die Schaltungen im Falle des Kleinkühlers nicht durch flüssiges, sondern durch gasförmiges Helium gekühlt. Durch die geringere Wärmeleitung des Gases entsteht ein Temperaturgradient zwischen dem Kühlsystem und der Schaltungen von etwa 0,5 K – 0,8 K. Darüber hinaus können die Josephson-Schaltungen, aufgrund der begrenzten Kühlleistung eines solchen Systems, nicht bis zur maximalen Spannung genutzt werden. Dennoch konnten schon Effektivspannungen bis zu 125 mV gleichzeitig von zwei Schaltungen in diesem System erzeugt werden.

In der aktuellen Konfiguration der Messbrücke werden zwei JAWS-Schaltungen mit je 9000 Josephson-Kontakten auf einem gemeinsamen Chip verwendet. Die hohe Kontaktzahl erlaubt es, dass Spannungen mit einem Effektivwert von 20 mV allein unter der Verwendung von Mikrowellenpulsen erzeugt werden können (Einzelheiten zum Betrieb des pulsgetriebenen Spannungsnormals sind im vorherigen Beitrag beschrieben). Dadurch ist eine sehr übersichtliche Messanordnung möglich (Bild 7). Bei der Verhältnismessung von gleichen Impedanzen ( $R:R$  oder  $C:C$ ) wird, wie auch bei den Messbrücken auf Basis von programmierbaren Spannungsnormalen, der Brückenabgleich über das Spannungsverhältnis und die Phaseneinstellung erreicht. Der wesentliche Unterschied ist hier, dass die Spannung nicht über die Mikrowellenfrequenz, sondern über das Pulsfolgemuster eingestellt wird.

Es wurden Verhältnismessungen an zwei 10-k $\Omega$ -Widerständen und 10-nF-Kondensatoren durchgeführt. Die Ergebnisse des ermittelten Widerstandsverhältnisses bei 20 mV und unterschiedlichen Frequenzen wurde mit den Ergebnissen einer Impedanzmessbrücke auf Basis von programmierbaren Josephson-Normalen verglichen (siehe Bild 8). Beide Messbrücken zeigen eine Übereinstimmung im Bereich von einem Teil in  $10^7$ . Dabei ist anzumerken, dass aufgrund der 2-Tor-Messung der Einfluss der Kontaktwiderstände an den Steckverbindern der Widerstandsnormale den wesentlichen Beitrag zur Unsicherheit liefert.

Das Verhältnis zweier 10-nF-Kapazitäten wurde ebenfalls bei 20 mV und bei einer Frequenz von 1591,5 Hz bestimmt. Der Vergleich mit einer kommerziellen Messbrücke bei 1600 Hz zeigt eine Übereinstimmung von  $2 \cdot 10^{-8}$ . Darüber hinaus wurden Quadraturmessungen ( $\omega RC = 1$ ) mit den 10-k $\Omega$ -Widerständen und den 10-nF-Kondensatoren bei einer Frequenz von etwa 1591 Hz durchgeführt. Hierbei wird das Puls muster für die Erzeugung der beiden Spannungen nicht verändert, sondern die Signalfrequenz über den Systemtakt (etwa 15 GHz) angepasst um die Bedingung  $\omega RC = 1$  zu erfüllen. Durch die Änderung des Systemtakts ändert sich auch die Ausgangsspannung geringfügig, da dies für beide Spannungen in gleichem Maße erfolgt, hat dies jedoch keinen Einfluss auf die Messung.

Für eine von anderen Messsystemen unabhängige Überprüfung der neuen Messbrücke wurden sowohl die Verhältnisse  $C_1:C_2$  ( $R_1:R_2$ ) direkt gemessen als auch alle möglichen Kombinationen der Impedanznormale in Quadratur. Aus den gewonnenen Daten der Quadraturmessungen konnten die Verhältnisse der Widerstände und Kondensatoren berechnet und mit den direkt gemessenen verglichen werden. Die Ergebnisse

in $10^{-6}$	$(R_1-R_2)/R_2$	$(C_1-C_2)/C_2$
Direkte Messung	$-2,94 \pm 0,05$	$+8,03 \pm 0,01$
Quadratur	$-3,03 \pm 0,30$	$+8,10 \pm 0,10$
Differenz	+0,09	-0,07

Tabelle 1: Vergleich zwischen der direkten Messung der Impedanzverhältnisse und der Bestimmung aus den Quadraturmessungen. Die angegebenen Unsicherheiten sind Typ-A-Unsicherheiten.

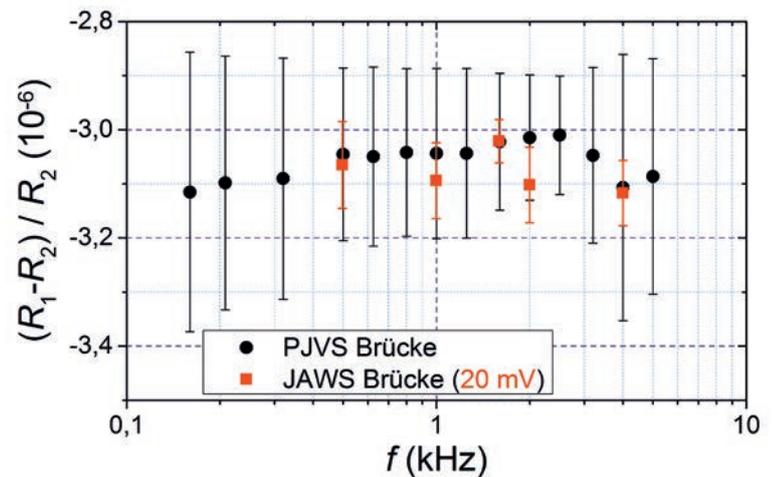


Bild 8: Vergleich des gemessenen Widerstandsverhältnisses von zwei 10-k $\Omega$ -Widerständen. Die Ergebnisse der Messbrücke auf der Basis von programmierbaren Josephson-Normalen (PJVS) sind in schwarz und die der pulsgetriebenen in rot dargestellt. Bei den angegebenen Unsicherheiten handelt es sich lediglich um die statistischen Unsicherheiten.

zeigen eine hervorragende Übereinstimmung (siehe Tabelle 1) und zeigen somit, dass mit der neuen Impedanzmessbrücke an der PTB auch Quadraturmessungen mit herausragender Präzision durchgeführt werden können.

Ein weiterer Meilenstein ist die Kombination der Messbrücke mit dem Quanten-Hall-Widerstand. Als weltweit einziges Institut betreibt die PTB den Quanten-Hall-Widerstand auch bei Wechselspannungen. Dadurch ist es möglich, eine Impedanz mittels Josephson-Spannung direkt auf den Quanten-Hall-Widerstand zurückzuführen. In einer ersten Messreihe wurden Quadraturmessungen bei etwa 1233 Hz mit einer Effektivspannung von 20 mV durchgeführt. Bei diesen Messungen wurde die Kapazität eines Kondensators mit einem Nennwert von 10 nF bestimmt. Es wurde eine sehr gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen von einer transformatorbasierten koaxialen Impedanzmessbrücke im Bereich von weniger als einem Teil in  $10^7$  erreicht.

Diese sehr vielversprechenden Messungen gewähren einen ersten Einblick in das große Potenzial der Impedanzmessbrücke auf Basis von pulsgetriebenen Josephson-Schaltungen. Es ist geplant, die Messspannung weiter zu erhöhen, um somit direkt das Signal-

zu-Rausch-Verhältnis zu optimieren. Dies erfolgt durch den Einsatz neuer Josephson-Schaltungen mit noch höheren Kontaktzahlen, durch Schaltungen mit einem anderen Design und durch die Optimierung der Sekundärelektronik und der Kühlung des Chips.

Eine Einschränkung dieser Brücke ist die 2-Tor-Definition, welche die Unsicherheiten bei der Messung von niedrigen Impedanzen erhöht. Diese Limitierung kann durch eine Erweiterung der pulsgetriebenen Impedanzmessbrücke auf eine 4-Tor-Anordnung aufgehoben werden, da in dieser Anordnung die Strom- und Spannungsdefinitionen durch getrennte Leitungen erfolgen. Eine solche Erweiterung der pulsgetriebenen Josephson-Impedanzmessbrücke ist geplant und soll in Zukunft die Messunsicherheit insbesondere bei niedrigen Impedanzen weiter reduzieren. Beim Einsatz des Systems zu höheren Frequenzen hat die Impedanz der verwendeten Kabel einen immer größeren Einfluss auf das Messergebnis. Daher werden für Frequenzen jenseits des Audibereichs (Frequenzen größer 20 kHz) kompakte Systeme mit kurzen Kabellängen benötigt.

Durch die Entwicklungen im Bereich von Quanten-Hall-Widerständen auf der Basis von Graphen wird es in Zukunft möglich sein, dass die Kombination von Josephson-Impedanzmessbrücken und dem Quanten-Hall-Widerstand in einem kompakten Messaufbau bei der Temperatur von flüssigem Helium realisiert werden kann. Dadurch entfallen auf Seite des Quanten-Hall-Widerstandes die aufwendigen Kryostate, und Kabellängen können deutlich reduziert werden.

### Zusammenfassung

Durch die Verwendung von Josephson-Spannungsnormale als Spannungsquellen in Impedanzmessbrücken stehen erstmals rauscharme und fundamental genaue Spannungen für die Impedanzmessung zur Verfügung. Die frei einstellbaren Spannungs- und Phasenverhältnisse ermöglichen es, beliebige Impedanzverhältnisse zu messen. Beide an der PTB realisierten Varianten von Josephson-Impedanzbrücken zeigen untereinander und zu transformatorbasierten Messbrücken eine sehr gute Übereinstimmung. Die Automatisierung dieser Systeme erleichtert den Betrieb und ermöglicht Messungen über einen weiten Frequenzbereich in kurzer Zeit. Die Entwicklung dieser Systeme ist noch längst nicht abgeschlossen, und für die Zukunft ist noch eine Steigerung der Leistung zu erwarten, vor allem im Bereich der

pulsgetriebenen Impedanzmessbrücken. Insbesondere wird hier die Kombination mit dem Graphen-AC-Quanten-Hall-Widerstand die Rückführung von Impedanzen auf Quantennormale in einem sehr kompakten System ermöglichen.

### Danksagung

Diese Arbeiten wurden zum Teil mit finanzieller Unterstützung durch die Europäische Union im Rahmen von EMRP JRP SIB53 AIM QuTE ausgeführt. Das EMRP wird gemeinsam von den EMRP-Teilnehmerstaaten innerhalb von EURAMET und der Europäischen Union finanziert.

### Literatur

- [1] L. Callegaro, *Traceable Measurements of Electrical Impedance*, IEEE Instrum. Meas. Mag. **18**, Heft 6, 42–46 (2015).
- [2] S. Awan, B. Kibble und J. Schurr, *Coaxial Electrical Circuits for Interference-Free Measurements*, IET electrical measurement, Band 13, Institution of Engineering and Technology, (2011).
- [3] *Automated impedance metrology extending the quantum toolbox for electricity*, European Metrology Research Programme (EMRP), Project SIB53 AIM QuTE, 2013–2016  
<https://www.ptb.de/emrp/aimqute.html>  
(Letzter Zugriff am 19.10.2016).
- [4] L. Callegaro, V. D'Elia, M. Kampik, D. B. Kim, M. Ortolano und F. Pourdanesh, *Experiences With a Two-Terminal-Pair Digital Impedance Bridge*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **64**, Heft 6, 1460–1465 (2015).
- [5] J. Lee, J. Schurr, J. Nissilä, L. Palafox und R. Behr, *The Josephson Two-Terminal-Pair Impedance Bridge*, Metrologia **47**, Heft 4, 453–459 (2010).

# Herstellung von Graphen für die Metrologie

Klaus Pierz\*, Mattias Kruskopf\*\*

## Einleitung

Was ist eigentlich Graphen und was hat das mit den Aufgaben der PTB zu tun? Nun, Graphen ist im Prinzip jedem bekannt, denn dabei handelt sich um eine oder wenige Lagen von Graphit, also dem Grundstoff von Bleistiftminen. Für Wissenschaftler aus vielen Disziplinen ist Graphen aber deshalb innerhalb weniger Jahre interessant geworden, weil es wegen seiner außergewöhnlichen Eigenschaften potenzielle Anwendungen in der Elektronik bis hin zur Medizin verspricht. In der Metrologie ist Graphen bereits angekommen, nämlich als Quantennormal für die Einheit des elektrischen Widerstandes, und es soll zukünftig auch helfen, die Reproduzierung dieser Einheit zu vereinfachen.

Wir erinnern uns: Die Einheit des elektrischen Widerstandes, das Ohm, wird mittels des Quanten-Hall-Effekts reproduziert und damit auf die Naturkonstanten  $h$  und  $e$ , das Planck'sche Wirkungsquantum und die Elementarladung, zurückgeführt. Um der Bedeutung dieses makroskopischen Quanteneffekts gerecht zu werden, wurde eine neue Konstante für den quantisierten Widerstandswert eingeführt, die nach ihrem Entdecker und Nobelpreisträger benannte von-Klitzing-Konstante  $R_K \equiv h/e^2$ . Nach internationalen Vergleichsmessungen wurde im Jahre 1990 die Konstante auf den Wert  $R_{K-90} = 25812,807 \Omega$  festgelegt.

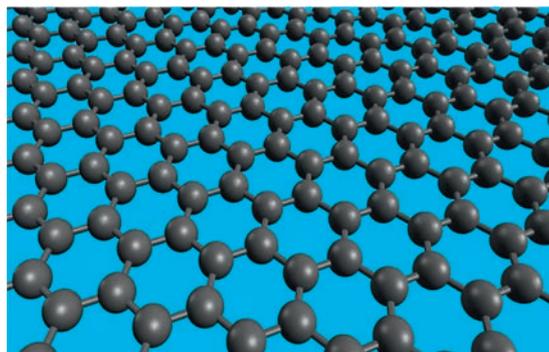
Voraussetzung für die Messung des Quanten-Hall-Effektes ist eine Probe mit einem sogenannten zwei-dimensionalen Elektronengas (2DEG), das in einem dafür geeignetem Materialsystem realisiert werden muss. Ein solches 2DEG ist eine hauchdünne, elektrisch leitende (quasi metallische) Schicht, die so dünn ( $< 10 \text{ nm}$ ) sein muss, dass sich die Leitungselektronen nur in der Schichtebene bewegen können. Die heutigen Widerstandsnormale bestehen aus maßgeschneiderten Galliumarsenid- und Aluminiumgalliumarsenid-Mehrschichtstrukturen (GaAs/AlGaAs), die an der Grenzfläche zwischen den beiden Halbleitern ein solches 2DEG ausbilden. Mit solchen Proben lässt sich der quantisierte Widerstandswert in Präzisionsmessungen so exakt reproduzieren, dass die Abweichung vom Sollwert weniger als

$10^{-9}$  beträgt. Allerdings ist dafür ein erheblicher technischer Aufwand erforderlich. Bedingt durch die GaAs-Materialeigenschaften tritt der Quanten-Hall-Effekt nur bei sehr tiefen Temperaturen und sehr hohen Magnetfeldstärken auf. Deshalb werden die Messungen in Kryostaten mit flüssigem Helium und supraleitenden Magnetspulen durchgeführt. Dies erlaubt es, die Widerstandsnormale auf 1 K oder noch tiefere Temperaturen abzukühlen und den Arbeitspunkt bei magnetischen Flussdichten von typischerweise  $B = 10 \text{ T}$  einzustellen.

Es gab deshalb schon länger Überlegungen, in ein Materialsystem mit günstigeren Eigenschaften zu wechseln, um den Aufwand für die Quanten-Hall-Messungen zu reduzieren. So war die Entdeckung des Graphens im Jahre 2004 ein Glücksfall für die Widerstands-Metrologie [1]. Schon die ersten Untersuchungen ergaben, dass auch in diesem zweidimensionalen Kohlenstoffkristall der Quanten-Hall-Effekt auftritt – und das sogar noch bei Raumtemperatur [2]. Obwohl dafür sehr hohe Magnetfelder nötig waren, zeigten die Messungen schon eindrucksvoll das Potenzial von Graphen.

## Was ist Graphen?

Das einlagige Graphen besteht in der Tat aus nur einer Atomlage Kohlenstoff (C), ist also weniger als 1 nm dünn, und es stellt damit die zweidimensionale Variante unter den zahlreichen Kohlenstoff-Modifikationen dar. In der Ebene sind die C-Atome bienenwabeförmig angeordnet, weshalb man von einem hexagonalen Gitter



\* Dr. Klaus Pierz, Arbeitsgruppe 2.53 „Niedrigdimensionale Elektronensysteme“, E-Mail: klaus.pierz@ptb.de

\*\* Mattias Kruskopf, Arbeitsgruppe 2.53 „Niedrigdimensionale Elektronensysteme“, E-Mail: mattias.kruskopf@ptb.de

Bild 1: Die schematische Darstellung einer Monolage Graphen zeigt die hexagonale Struktur des Kristallgitters aus Kohlenstoff-Atomen

spricht, was in Bild 1 schematisch dargestellt ist. Im Graphen sind drei der vier Valenzelektronen eines C-Atoms  $sp^2$ -hybridisiert. Diese bilden die starken Bindungen (4,3 eV) aus, die die hohe mechanische Stabilität des Graphens ermöglichen. Das vierte Elektron ist delokalisiert und die Gesamtheit dieser  $\pi$ -Elektronen begründet die elektrische Leitfähigkeit des Graphens. Zusammen mit dem zugrundeliegenden Kristallgitter ergibt sich eine lineare Bandstruktur im Bereich der K-Punkte, an denen sich Valenz- und Leitungsband berühren. Aus dieser linearen Dispersion folgen viele der außergewöhnlichen Eigenschaften von Graphen, z. B. die sehr hohe, kaum temperaturabhängige Elektronen-Beweglichkeit [3].

### Verschiedene Methoden zur Graphenherstellung

Die Bindungsenergie zwischen übereinanderliegenden Graphenschichten ist sehr gering (0,07 eV), was es ermöglicht, wenige Lagen davon aus dem Graphit zu lösen. Genau diesen Weg haben Andre Geim und Konstantin Novoselov beschritten, um die ersten einlagigen Graphenschichten zu erzeugen: Mit üblichem Klebeband zogen sie dünne Graphenschichten von reinem Graphit ab und transferierten sie auf geeignete Substrate, wo sie vermessen werden konnten [1]. Schon in den ersten Arbeiten zeigten sie die außergewöhnlichen Eigenschaften des Materials, was 2010 mit dem Physik-Nobelpreis geehrt wurde.

Diese Exfoliations-Methode wird bis heute noch im Forschungsbereich benutzt, wenn es darum geht, Flocken aus sehr reinem Graphen herzustellen. Die in den Flocken enthaltenen Bereiche mit monolagigem Graphen sind jedoch relativ klein, typischerweise kleiner als 100  $\mu\text{m}$ , und sie müssen erst noch zwischen den mehrlagigen Bereichen detektiert werden. In den Jahren 2009 – 2012 wurden an der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) aus diesem Material Hall-Bauelemente gefertigt und untersucht. Die Präzisionsmessungen lieferten sehr präzise Widerstandswerte, die mit konventionellen GaAs-Bauelementen vergleichbar waren, womit gleichzeitig der Nachweis für die Eignung von Graphen für die Quanten-Metrologie erbracht war [4,5]. Denkt man an die Herstellung größerer elektronischer Bauelemente und Schaltungen oder sogar an deren Massenproduktion, ist diese Methode allerdings ungeeignet.

Dafür eignen sich epitaktische Wachstumsmethoden von Graphen auf großflächigen Substraten. Schon 2004 wurde von Claire Berger und Walt de Heer gezeigt, dass dies mit der Sublimationsmethode möglich ist, bei der Silizium aus Siliziumkarbid ( $\text{SiC}$ )-Substraten sublimiert wird und der verbleibende Kohlenstoff sich zu

Graphen verbindet [6]. Die weitere Verbesserung dieser Wachstumsmethode durch Prozessieren in Argon ( $\text{Ar}$ )-Atmosphäre lieferte ausreichend gutes Graphen, auf dessen Basis vom *National Physics Laboratory* (NPL) in Großbritannien die ersten präzisen Widerstandsmessungen in 2010 veröffentlicht wurden [7].

Modifikationen dieser Sublimationsmethode werden auch an anderen Nationalen Metrologieinstituten zur Graphenherstellung angewendet. Am *National Institute of Standards and Technology* (NIST) in den USA wird das effektive  $\text{Ar}$ -Gasvolumen über der  $\text{SiC}$ -Oberfläche eingeschränkt, indem die Probe kopfüber auf dem Boden eines speziellen Graphitsuszeptors liegt [8]. Die Graphenproben für das französische Metrologieinstitut, das *Laboratoire National de Métrologie et d'Essais* (LNE), werden in einer Atmosphäre aus Argon-, Wasserstoff- und Propangas hergestellt [9]. Auch mit diesen beiden Methoden lassen sich hochwertige Graphen-Monolagen herstellen, die zu sehr präzisen Widerstands-Messungen geführt haben.

Eine weitere Wachstumsmethode ist die chemische Gasabscheidung (*chemical vapor deposition*, CVD), bei der aus einer Gasphase mit Kohlenwasserstoffen (z. B. Propan) der Kohlenstoff epitaktisch auf einer metallischen Oberfläche, z. B. Cu oder Ni, katalytisch abgeschieden wird. Diese Methode ist kommerziell wichtig, denn sie ermöglicht eine schnelle und großflächige Graphen-Produktion. Nachteilig ist hierbei allerdings, dass das Graphen vom elektrisch leitenden Metallsubstrat abgelöst und ebenfalls transferiert werden muss. Außerdem entstehen aufgrund der polykristallinen Metallstruktur im Graphen Korngrenzen. Für elektronische Bauelemente mit hohen qualitativen Anforderungen an das Graphen ist diese Herstellungsmethode nicht geeignet.

Aus diesen Gründen wird das Graphen für die Widerstands-Metrologie in der PTB seit 2013 durch epitaktisches Wachstum auf  $\text{SiC}$ -Substraten hergestellt. Beginnend mit der anfänglich benutzten Standard-Sublimationsmethode haben wir das Verfahren modifiziert und in eine Richtung weiterentwickelt, bei der durch ein zusätzliches Kohlenstoffangebot die Graphenqualität entscheidend verbessert werden konnte. Die Herstellungsprozedur und die wesentlichen Fortschritte sind in diesem Artikel beschrieben. Die messtechnischen Ergebnisse werden im nachfolgenden Artikel dieses Hefts dargestellt [5].

### Epitaktisches Graphen auf $\text{SiC}$

Beim epitaktischen Wachstum von Graphen auf  $\text{SiC}$ -Substraten wird der Kohlenstoff durch thermische Zersetzung des  $\text{SiC}$ -Kristalls zur Verfügung gestellt (Sublimationsmethode). Wird der Kristall

auf über 1000 °C geheizt, sublimiert zunächst das Silizium. Die verbleibenden Kohlenstoffatome diffundieren auf der Oberfläche und verbinden sich schließlich zu einer Lage Graphen. Als Substrat benutzt man einen der hexagonalen Polytypen des Siliziumkarbids, 4H- oder 6H-SiC, die sich nur durch die Höhe der jeweiligen kristallinen Einheitszelle unterscheiden, die aus vier bzw. sechs SiC-Lagen besteht. Die hexagonale Grundfläche der SiC-Einheitszellen bildet die Vorlage für die Graphenstruktur trotz der etwas unterschiedlichen Gitterkonstanten (0,308 nm für SiC und 0,246 nm für Graphit). Der unschlagbare Vorteil der Sublimations-Epitaxie ist, dass die Graphenschicht auf dem semi-isolierenden SiC-Substrat verbleiben und darauf weiter strukturiert werden kann.

Das Bild 2 zeigt die Prozesskammer der Graphenanlage, wie sie im Reinraumzentrum der PTB steht. Die heiße Zone des Ofens besteht aus einem induktiv geheizten Suszeptor aus Graphit. Im Bild 2 sind die wassergekühlten Wicklungen der Spule zu sehen, die sich außerhalb des Quarzglaszylinders befinden. Die eigentliche SiC-Probe (5 mm x 5 mm) liegt in einer Aussparung in der Unterschale des Suszeptors, umgeben von SiC-Dummies, Bild 3. Zum Wachstum von Monolagen-Graphen wird die mit Siliziumatomen terminierte Seite des SiC-Substrates (SiC(0001)) prozessiert, weil nur auf dieser Oberfläche das Graphenwachstum selbstlimitierend ist. An den Stirnflächen des Suszeptors befinden sich Öffnungen, sodass der Probenraum über dem Substrat evakuiert bzw. mit Prozessgasen gefüllt werden kann.

Für die Graphenherstellung werden die Proben auf Temperaturen von 1600 °C bis zu 1900 °C geheizt. Wir wenden dabei die Standard-Methode an, bei der oberhalb von 950 °C der Probenraum mit 1 bar Argongas geflutet wird. Andere Gruppen haben gezeigt, dass sich durch den Ar-Gegendruck sehr glatte Graphenschichten ergeben [10, 11], ganz im Gegensatz zu den ersten Wachstumsversuchen im Vakuum (bei ca. 1300 °C), bei denen sehr viele Defekte im Graphen entstanden sind. Der Gegendruck durch die Gasatmosphäre verringert die Si-Sublimation und verhindert die unkontrollierte Auflösung der SiC-Oberfläche. Dies erlaubt eine höhere Prozesstemperatur, die wiederum die Mobilität der C-Atome auf der Oberfläche vergrößert und dadurch die Qualität des Graphenkristalls erheblich verbessert. Untersuchungen an der PTB haben weiterhin ergeben, dass auch der Argon-Gasfluss einen Einfluss auf die Graphenqualität hat. Deshalb wird in der Regel, wenn überhaupt, ein sehr geringer Gasfluss eingestellt, um das Gleichgewicht zwischen Oberfläche und Gasphase so wenig wie möglich zu stören [12].

Diese Ergebnisse zeigen die wichtige Rolle der SiC-Oberfläche bei der Herstellung von qualita-

tiv hochwertigem Graphen. Deshalb haben wir den Einfluss der Oberflächenbehandlung auf die Grapheneigenschaften genauer untersucht. Stöchiometrisch ideal wäre es, genau drei SiC-Lagen aufzulösen, um genug Kohlenstoff für eine Graphenlage bereitzustellen. Dies kann aber nicht immer gewährleistet werden. Bei den sehr hohen Prozesstemperaturen bleibt es nicht aus, dass sich die SiC-Oberfläche umstrukturiert. Es kommt zur Ausbildung von breiten Terrassen, aber leider auch hohen Stufenkanten. Interessanterweise tritt dieses Phänomen der sogenannten Stufenbündelung (*step-bunching*) besonders bei sehr sauberen Probenoberflächen auf [11, 13, 14]. Reinigt man das Substrat durch leichtes Abätzen der oberen SiC-Schichten

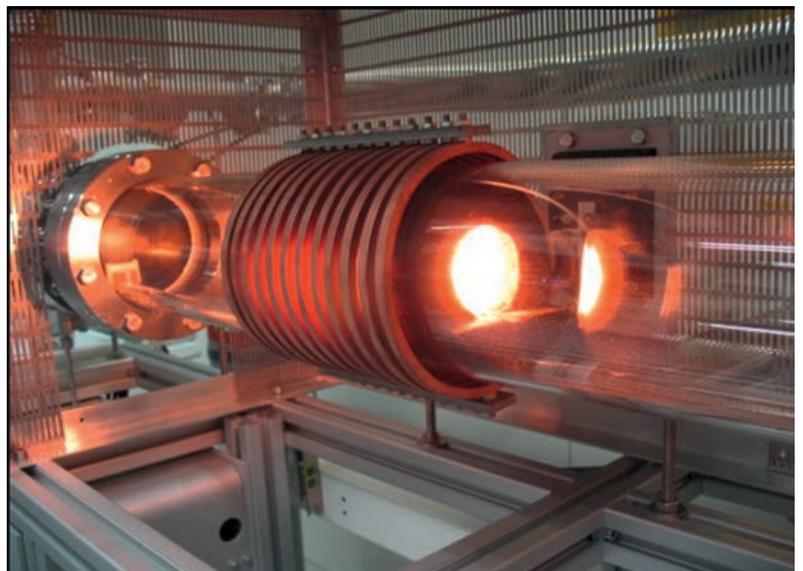


Bild 2: Quarzglas-Rezipient der Graphen-Anlage im Reinraumzentrum der PTB. Das SiC-Substrat befindet sich im Inneren eines Graphit-Suszeptors, der durch die äußere Spule induktiv auf 1900 °C geheizt wird.

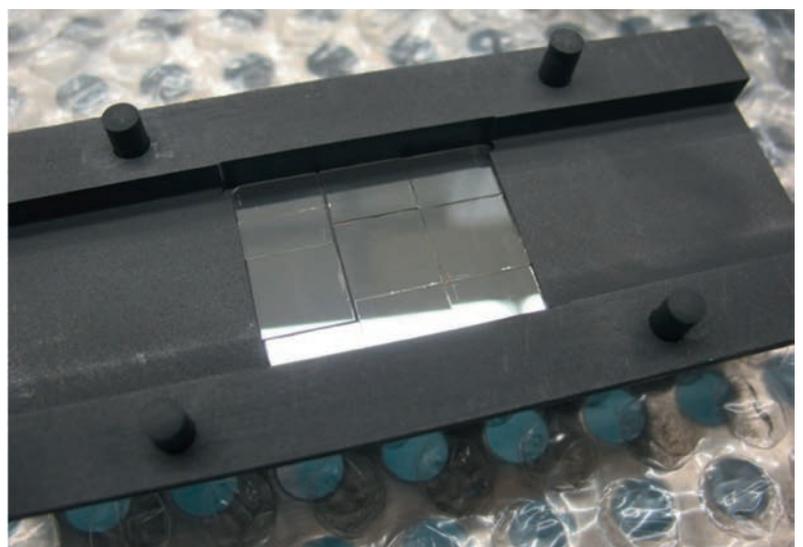


Bild 3: Das SiC-Substrat (5 mm x 5 mm) liegt in der unteren Halbschale des Graphit-Suszeptors, umgeben von SiC-Dummies.

Bild 4:  
Graphen-Wachstum bei 1900 °C auf einem durch Wasserstoff-Ätzen gereinigten SiC-Substrat.  
a) Die AFM-Aufnahme zeigt die breiten, durch step-bunching entstandenen Terrassen und die bis zu 10 nm hohen Stufenkanten.  
b) Im Raman-Mapping (Halbwertsbreite des charakteristischen 2D-Peaks) sieht man, dass an den Terrassenkanten Streifen von Bilagen-Graphen (rot-gelb, FWHM = 45–65  $\text{cm}^{-1}$ ) entstanden sind. Die Terrassen sind mit Monolagen-Graphen (blau-grün, FWHM = 30–40  $\text{cm}^{-1}$ ) bedeckt. Raman- und AFM-Messungen sind an unterschiedlichen Stellen auf derselben Probe durchgeführt worden.

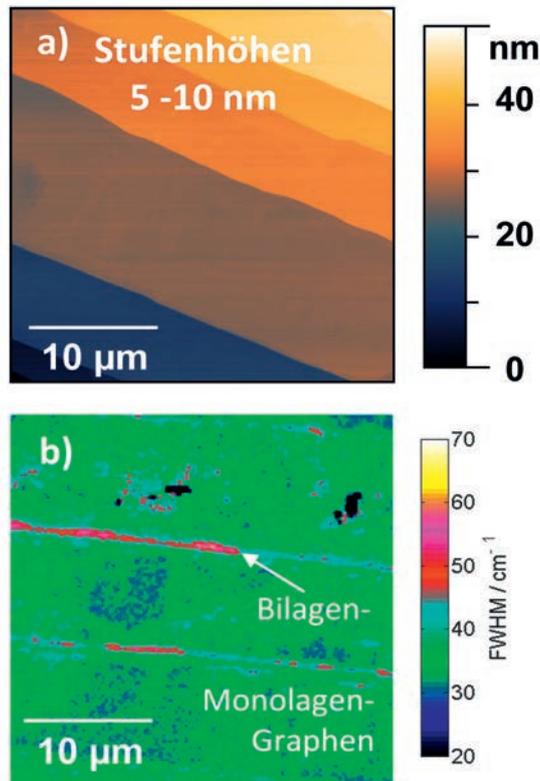
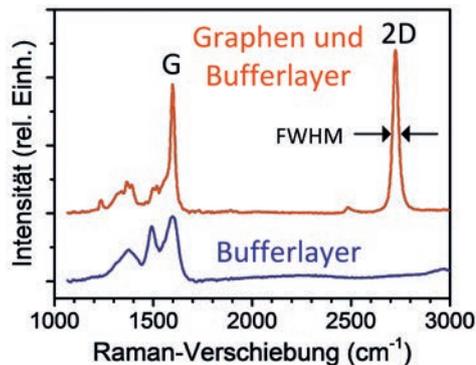


Bild 5:  
Raman-Spektrum (blau) einer Probe, die nur mit einem Bufferlayer bedeckt ist. Das Spektrum (rot) der Probe mit einer Monolage Graphen zeigt den charakteristischen 2D-Peak und einen ausgeprägten G-Peak. Auch diese Probe zeigt die charakteristischen Peaks eines darunterliegenden Bufferlayers im Bereich von 1300  $\text{cm}^{-1}$  bis 1500  $\text{cm}^{-1}$ . In beiden Spektren sind die Schwingungsanteile des Substrats durch Subtraktion von entsprechenden SiC-Referenzspektren entfernt worden.



in 5-prozentiger Wasserstoff-/Argon-Atmosphäre bei 1400 °C, entsteht zunächst eine sehr glatte und homogene Oberfläche. Nach dem Graphenwachstum verschlechtert sich die Oberflächenmorphologie jedoch merklich. Das Bild 4 a zeigt die Aufnahme einer solchen Graphenschicht mit dem Rasterkraft-Mikroskop (AFM), die für 15 min bei 1900 °C in Ar-Atmosphäre hergestellt wurde. Man erkennt gut die bis zu 10  $\mu\text{m}$  breiten Terrassen und die bis zu 10 nm hohen Stufen.

Die Qualität des Graphens auf den Terrassen kann mit Raman-Spektroskopie ermittelt werden. Das Auftreten des charakteristischen G- und 2D-Peaks im Raman-Spektrum in Bild 5 beweist: Es ist tatsächlich Graphen entstanden. Für die hohe Kristallqualität spricht die Tatsache, dass im Wellenzahlen-Bereich um 1350  $\text{cm}^{-1}$  kein ausgeprägter D-Peak auftritt, der Kristalldefekten zugeschrieben wird. Schaut man noch genauer

hin, so kann man aus der geringen Halbwertsbreite des 2D-Peaks, *full-width at half-maximum* (FWHM) = 35  $\text{cm}^{-1}$ , schließen, dass es sich um Monolagen-Graphen handelt [15]. Rastert man nun einen 30  $\mu\text{m}$  x 30  $\mu\text{m}$  großen Bereich der Probenoberfläche bei einer Mikro-Raman-Messung ab, so ergibt sich nach der Auswertung der ca. 15 000 Einzelmessungen ein Raman-Mapping-Bild der 2D-Peak-Halbwertsbreiten, wie es in Bild 4 b zu sehen ist. Auf den Terrassen erkennt man grün-blau dargestellt das Monolagen-Graphen wieder mit der geringen Halbwertsbreite von 30  $\text{cm}^{-1}$  – 40  $\text{cm}^{-1}$ . Auffällig ist aber, dass gerade an den Terrassenkanten die Halbwertsbreite des 2D-Peaks zunimmt (rot-gelb dargestellt), was zeigt, dass hier vorzugsweise mehrlagiges Graphen entstanden ist. Das lässt sich dadurch erklären, dass an den Stufenkanten die Sublimation durch seitlichen Austritt der Si-Atome erleichtert ist und somit auch tiefliegende SiC-Lagen zersetzt werden können [11].

Für den elektrischen Transport stellen die hohen Stufen zunächst keine Hürde dar, da man davon ausgehen kann, dass sich eine durchgängige Lage Graphen über die SiC-Terrassenkanten legt. Vielmehr sind die Graphen-Bilagen aufgrund ihrer höheren Ladungsträgerdichte ein Problem: Sie können die Kontakte an mikrometeregroßen, strukturierten Bauelementen einfach kurzschließen und dadurch die Quantisierung des Hall-Effekts beeinträchtigen, was in der Tat bei Messungen beobachtet worden ist [14, 16]. Bild 6 zeigt eine Quanten-Hall-Messung an einer solchen Probe mit einer gravierenden Abweichung des Hall-Widerstandes  $R_H$  beim Füllfaktor  $\nu = 2$  vom Sollwert  $R_K/2$ , was sich durch zusätzliche Strompfade und eine damit verminderte effektive Stromstärke erklären lässt. Dieses Graphen ist als Ausgangsmaterial für Widerstandsnormale denkbar ungeeignet. Auch wenn man versucht hätte, die Hall-Struktur auf den Bereich der Terrasse mit Monolagen-Graphen zu begrenzen, wäre man wieder flächenmäßig limitiert gewesen. Das Ziel war also, die Entstehung von Graphen-Bilagen grundsätzlich zu verhindern.

### Verbessertes Sublimationswachstum von Graphen

Das gezeigte Ergebnis legte den Schluss nahe, dass man die Entstehung hoher Stufenkanten vermeiden muss, wenn man das Wachstum von Graphen-Bilagen verhindern will. Eine Voraussetzung dafür ist, als Ausgangsmaterial SiC-Substrate zu verwenden, die einen sehr geringen Fehlwinkel von unter 0,1° aufweisen [17]. Liegt die Probenoberfläche nämlich nahezu parallel zur Grundfläche der SiC-Einheitszellen, ist die anfängliche Terrassierung geringer, was sich vor-

teilhaft auch auf den Umbau der Oberfläche bei hohen Temperaturen auswirkt. Doch das allein lieferte noch keine reproduzierbar guten Erfolge. In der PTB wurde deshalb ein neuer Weg eingeschlagen, der sich eine Besonderheit des epitaktischen Graphens auf SiC zunutze macht. Durch die Sublimations-Methode entstehen nämlich eigentlich zwei Lagen Graphen, wie in Bild 7 schematisch dargestellt ist, wobei die nullte Lage, der sogenannte Bufferlayer, noch  $sp^3$ -Bindungen von Kohlenstoff- zu Si-Atomen aus der obersten SiC Lage aufweist. Wegen der somit fehlenden  $\pi$ -Elektronen ist dieser Bufferlayer elektrisch inaktiv und er stört die Quanten-Hall-Messungen nicht [18]. Die starken Bindungen auch zwischen den C-Atomen im Bufferlayer sorgen dafür, dass die SiC-Oberfläche effektiv gepinnt ist. Darüber liegt die eigentliche, für den Anwender interessante, nur schwach durch van-der-Waals-Kräfte gebundene erste Lage Graphen. Beim üblichen Wachstum entstehen beide Lagen zwischen 1400 °C und 1600 °C während des Hochheizens des Substrates in vergleichsweise unkontrollierter Weise. Durch gezieltes Wachstum ist es jedoch gelungen, zunächst den Bufferlayer herzustellen, der die SiC-Oberfläche stabilisiert und den Stufenbündelungsprozess bei höheren Prozesstemperaturen unterdrückt [14]. Dazu reicht schon ein schmaler, zusammenhängender Streifen Bufferlayer auf den Terrassen, wie er sich beispielsweise nach 30-minütigem Heizen bei 1400 °C in Ar-Atmosphäre ergibt – im AFM-Phasenbild, Bild 8 a, an den helleren Streifen gut zu erkennen. Heizt man danach die Probe auf 1900 °C zur Graphenherstellung, bleibt die flache Terrassenstruktur mit Stufenhöhen von 0,75 nm im Wesentlichen erhalten, wie die AFM-Aufnahme in Bild 9 a zeigt. Wie erhofft, treten jetzt keine Graphen-Bilagen mehr an den Terrassenkanten auf und die Probe ist komplett mit einer Lage Graphen bedeckt, wie an der zusammenhängenden grün-blauen Fläche im Raman-Mapping [Bild 9 b] zu erkennen ist. Diese Graphenproben eignen sich hervorragend als Ausgangsmaterial für Widerstandsnormale, wie Quanten-Hall-Messungen gezeigt haben. Beim Stromfluss parallel zu den Stufenkanten ist eine sehr exakte Reproduktion des quantisierten Widerstandswertes  $R_K/2$  gemessen worden [14].

Allerdings kam es vereinzelt zur Bildung von Bilagen-Flecken, wie Bild 9 a und b zeigen, nämlich unter anderem genau dort, wo die Bufferlayer-Streifen nicht geschlossen waren. Für eine weitere Verbesserung war es also notwendig, eine großflächige Bufferlayer-Bedeckung auf den SiC-Terrassen herzustellen. Da bei 1400 °C die Si-Sublimation zu gering ist, um ausreichend Kohlenstoff für das Bufferlayer-Wachstum zur Verfügung zu stellen, musste Kohlenstoff aus einer

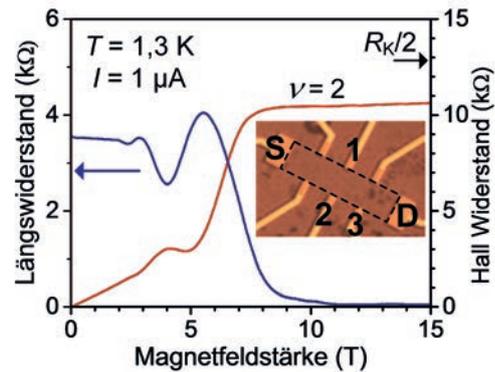


Bild 6: Quanten-Hall-Messung einer Graphenprobe, die durch Wasserstoffätzen des Substrats vorbehandelt wurde. Aufgetragen ist der Hall-Widerstand (rot), gemessen an dem Kontaktpaar (1,2) und der Längswiderstand (blau), gemessen an dem Kontaktpaar (2,3). Man erkennt, dass das Quanten-Hall-Plateau mit dem Füllfaktor  $\nu = 2$  nicht beim Widerstands-Sollwert  $R_K/2$  liegt. Vor dem Abkühlen der Probe wurde die Ladungsträgerdichte im Graphen auf  $n = 9,9 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  eingestellt. Die Mikroskopie-Aufnahme zeigt die lithografisch hergestellte Hall-Probe mit den Gold-Kontakten. Der Strom wird über die Source-Drain-Kontakte (S,D) eingespeist. Der Rand des Hall-Bars (100  $\mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$ ) ist als gestrichelte Linie dargestellt, da sowohl Graphen als auch das SiC-Substrat transparent sind.

zusätzlichen Quelle angeboten werden, was durch ein denkbar einfaches Verfahren gelang [19, 20]. Dabei wird die SiC-Oberfläche mit Adsorbaten von Kohlenstoffverbindungen belegt, die letztlich das Bufferlayer-Wachstum bei 1400°C unterstützen. Die AFM-Aufnahme in Bild 8 b zeigt, dass eine nahezu durchgängige Belegung der Terrassen mit Bufferlayer (helle Bereiche) erfolgt ist. Das ist mehr als ausreichend zur Stabilisierung der SiC-Oberfläche, um nach dem anschließenden Graphenwachstum eine sehr flache Morphologie mit Stufenhöhen von allerhöchstens 0,75 nm zu erhalten, wie das AFM-Bild 10 zeigt. Großflächige Mikro-Raman-Messungen bestätigen, dass eine durchgängige Monolage Graphen entstanden ist. Selbst an den sonst kritischen Probenrändern sind keine Bilagen mehr zu beobachten. Man kann also davon ausgehen, dass hiermit ein Verfahren zur Verfügung steht, mit dem reines Monolagen-Graphen ohne Bilagen-Einschlüsse gewachsen werden kann, und zwar auf der gesamten Probenoberfläche. Wie fast schon zu erwarten war, zeigten die Präzisionsmessungen an Hall-Proben aus diesem Graphen für Quantennormale hervorragende Eigenschaften. So konnte bereits bei einer Mess-temperatur von 4,2 K ein exakter Widerstandswert mit einer Unsicherheit von kleiner als  $10^{-10}$  gemessen werden, und das bei einem Stromfluss in der ungünstigeren Geometrie, nämlich senk-

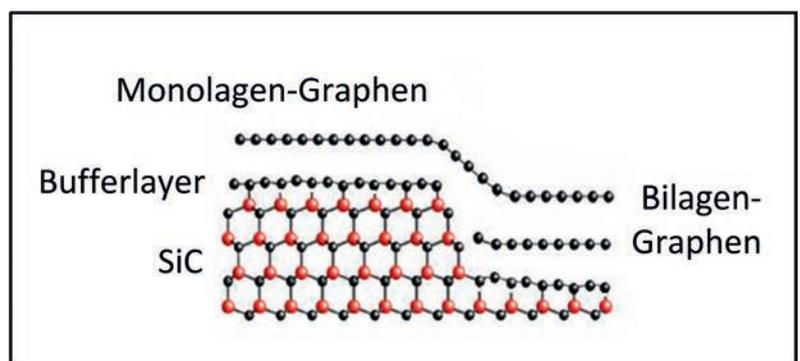
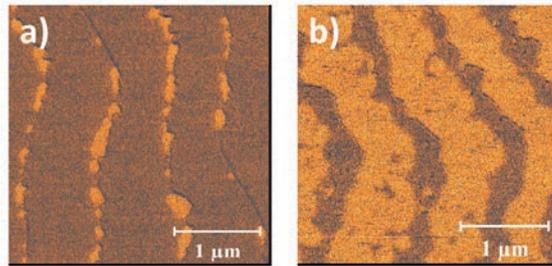


Bild 7: Schematische Darstellung von Monolagen- und Bilagen-Graphen an einer SiC-Stufenkante. Der Bufferlayer ist durch kovalente Bindungen zu Siliziumatomen an das SiC-Substrat gebunden.

Bild 8:  
AFM-Phasenbilder unterschiedlich behandelter SiC-Oberflächen, teilweise bedeckt mit Bufferlayer (hell).



a) Die unbehandelte SiC-Oberfläche wurde für 30 min in 1-bar-Ar- mosphäre bei 1400 °C geheizt. Man erkennt die schmalen Bufferlayer-Streifen (hell) an den Stufenkanten.  
b) Durch das verbesserte Sublimationsverfahren führt die gleiche Ausheizprozedur zu einer großflächigen Bedeckung mit Bu fferlayer (hell).

Bild 9:  
Graphen-Wachstum bei 1900 °C auf einem durch Ausheizen in Ar-Atmosphäre vorbehandelten SiC-Substrat. a) Die AFM-Aufnahme zeigt die schmalen Terrassen und die niedrigen 0,75 nm hohen Stufenkanten. Einzelne mikrometergroße Flecken mit Graphen-Bilagen haben sich auf den Terrassen gebildet. b) Im Raman-Mapping (Halbwertsbreite des charakteristischen 2D-peaks) sieht man, dass eine zusammenhängende Monolage Graphen (blau-grün, FWHM = 30 cm<sup>-1</sup>– 40 cm<sup>-1</sup>) entstanden ist, welche nur vereinzelte Einschlüsse von Graphen-Bilagen (rot-gelb, FWHM = 45 cm<sup>-1</sup>– 65 cm<sup>-1</sup>) aufweist. Raman- und AFM-Messungen sind an unterschiedlichen Stellen auf derselben Probe durchgeführt worden.

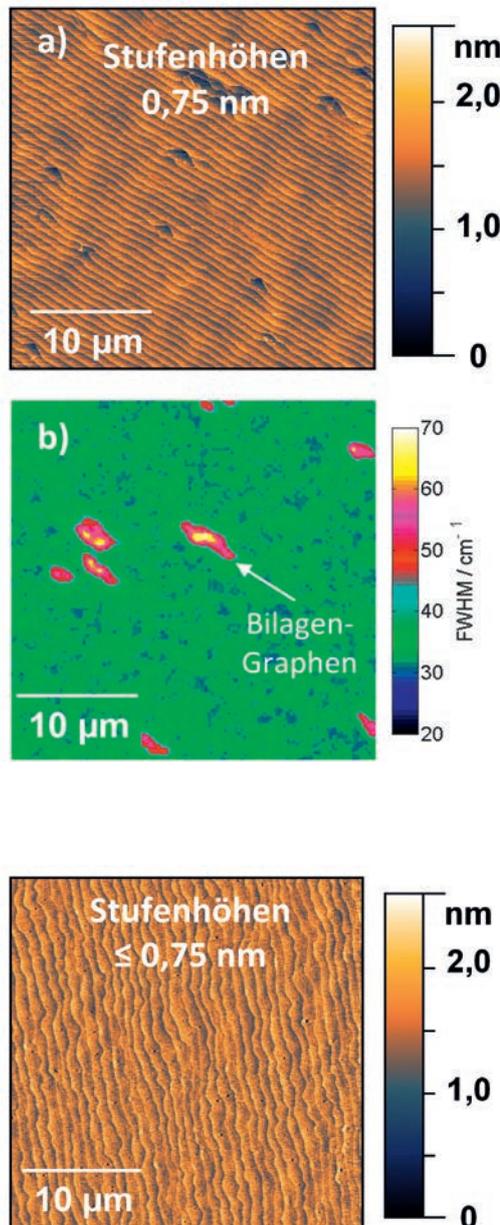


Bild 10:  
Oberfläche einer Graphen-Probe, die bei 1750 °C mit dem verbess rten Sublimationsverfahren auf einem SiC-Substrat gewachsen wurde. Die AFM-Aufnahme zeigt die schmalen Terrassen und die niedrigen 0,75-nm-hohen Stufenkanten. Es sind keine Graphen-Bilagen-Flecken mehr zu erkennen.

recht zu den Stufenkanten. Ein weiteres Abkühlen der Quanten-Hall-Probe durch Abpumpen des He-4-Bades oder die Benutzung eines He-3-Kryostaten war nicht mehr nötig.

### Elektrische Eigenschaften

Die Verbesserung der Graphenqualität zeigt sich auch in den elektrischen Daten, die aus 4-Punkt-Messungen (quadratische van-der-Pauw-Geometrie) gewonnen wurden. Wurden am Graphen auf den mit Wasserstoff geätzten Substraten noch Elektronen-Beweglichkeiten von  $\mu \approx 2700 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  gemessen (bei Temperaturen von flüssigem Helium, 4,2 K), ergab sich durch die verbesserten Wachstumsbedingungen eine Verdreifachung dieses Wertes. Die gemessenen hohen Beweglichkeitswerte zeigen, dass unser Graphen nur eine geringe Dichte von Streuzentren, sprich Kristalldefekten, enthält. Dies ist umso bemerkenswerter, da die Messungen an großen Proben (5 mm x 5 mm) durchgeführt wurden.

Auch die Elektronendichte ist um ungefähr eine Größenordnung geringer geworden und beträgt jetzt nur noch etwas weniger als  $10^{12} \text{ cm}^{-2}$ . Dies ist durchaus wichtig, denn ein kleiner Wermutstropfen blieb bislang unerwähnt. Üblicherweise liegt die Elektronendichte in epitaktischem Graphen zwischen  $10^{12} \text{ cm}^{-2}$  und  $10^{13} \text{ cm}^{-2}$  und es ist bis jetzt noch kein Weg gefunden worden, den intrinsischen Wert schon während des Wachstums gezielt zu beeinflussen. Für die Widerstandskalibrierung ist es aber unumgänglich, die Elektronendichte im Bereich unter  $10^{11} \text{ cm}^{-2}$  einzustellen, wenn man einen Arbeitspunkt bei kleinen Magnetfeldern von etwa  $B = 2 \text{ T}$  im Quanten-Hall-Plateau realisieren will. Deshalb müssen vor den Quanten-Hall-Messungen die Ladungsträgerdichten in den Graphenproben durch nachträgliche Manipulation reduziert werden. Eine Methode ist das *photochemical gating*, welches auch bei der in Bild 6 gezeigten Quanten-Hall-Messung verwendet wurde. Dabei wird eine auf der Probe aufgetragene fotoempfindliche Lackschicht vor dem Abkühlen beleuchtet und ionisiert, was dann mittels des auftretenden Feldeffekts die Ladungsträgerdichte im Graphen reduziert [21].

### Zusammenfassung und Ausblick

Es bleibt also festzuhalten, dass noch weitere spannende Forschungsarbeit am Graphen nötig ist, um die Ladungsträgerdichte zuverlässig und langfristig stabil einzustellen. Gleichwohl kann bereits jetzt festgestellt werden, dass in den zurückliegenden drei Jahren schon ein beachtlicher Fortschritt erzielt worden ist. In der PTB kann jetzt großflächiges homogenes Graphen hergestellt werden, das sehr glatt und frei von Bilagen ist. Insbesondere

belegen Präzisionsmessungen des quantisierten Hall-Widerstandes nicht nur die metrologische Brauchbarkeit des Graphens, sondern auch eine Verbesserung auf dem Weg zu höheren Messtemperaturen. Die Zuverlässigkeit und Einfachheit unserer verbesserten Sublimations-Methode macht das Herstellungsverfahren gröÙenskalierbar mit dem Potenzial zur Massenproduktion qualitativ hochwertiger einlagiger Graphenschichten.

### Danksagung

Für die hervorragenden Raman-Messungen und deren Interpretation bedanken wir uns bei Stefan Wundrack und Rainer Stosch aus der Abteilung „Chemische Physik und Explosionsschutz“ der PTB. Die hochauflösenden AFM-Aufnahmen erfolgten in Zusammenarbeit mit Thorsten Dziomba aus der Abteilung „Fertigungsmesstechnik“. Außerdem bedanken sich die Autoren für die wertvolle Unterstützung und gute Zusammenarbeit bei F. J. Ahlers, M. Götz, C.-C. Kalmbach und A. Müller aus der Abteilung „Elektrizität“, ebenfalls PTB Braunschweig. M. Kruskopf bedankt sich für die Unterstützung durch die „Braunschweig International Graduate School of Metrology“ (B-IGSM) und „NanoMet“.

### Literatur

- [1] K. S. Novoselov, A. K. Geim, S. V. Morozov, D. Jiang, Y. Zhang, S. V. Dubonos, I. V. Grigorieva und A. A. Firsov, *Electric field effect in atomically thin carbon films*, Science **306**, Heft 5696, 666–669 (2004).
- [2] K. S. Novoselov, Z. Jiang, Y. Zhang, S. V. Morozov, H. L. Stormer, U. Zeitler, J. C. Maan, G. S. Boebinger, P. Kim, A. K. Geim, *Room-temperature quantum Hall effect in graphene*, Science **315**, Heft 5817, 1379 (2007).
- [3] A. K. Geim und K. S. Novoselov, *The rise of graphene*, Nature Mat. **6**, Heft 3, 183–191 (2007).
- [4] M. Woszczyzna, M. Friedemann, M. Götz, E. Pesel, K. Pierz, T. Weimann und F. J. Ahlers, *Precision quantization of Hall resistance in transferred graphene*, Appl. Phys. Lett. **100**, Heft 16, 164106 (2012).
- [5] F. J. Ahlers und J. Schurr, *Quanten-Widerstands-normale aus Graphen*, PTB-Mitteilungen **126**, Heft 3, 49–57 (2016).
- [6] C. Berger, Z. Song, T. Li, A. Y. Ogbazghi, R. Feng, Z. Dai, A. N. Marchenkov, E. H. Conrad, P. N. First und W. A. de Herr, *Ultrathin Epitaxial Graphite: 2D Electron Gas Properties and a Route toward Graphene-based Nanoelectronics*, J. Phys. Chem. B **108**, 19912–19916 (2004).
- [7] A. Tzalenchuk, S. Lara-Avila, A. Kalaboukhov, S. Paolillo, M. Syväjärvi, R. Yakimova, O. Kazakova, T. J. B. M. Janssen, V. Fal’ko und S. A. Kubatkin, *Towards a quantum resistance standard based on epitaxial graphene*, Nat. Nanotech. **5**, Heft 3, 186–189 (2010).
- [8] M. A. Real, E. A. Lass, F.-H. Liu, T. S., G. R. Jones, J. A. Soons, D. B. Newell, A. V. Davydov und R. E. Elmquist, *Graphene Epitaxial Growth on SiC(0001) for Resistance Standards*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **62**, Heft 6, 1454–1460 (2013).
- [9] R. Ribeiro-Palau, F. Lafont, J. Brun-Picard, D. Kazazis, A. Michon, F. Cheynis, O. Couturaud, C. Consejo, B. Jouault, W. Poirier und F. Schopfer, *Quantum Hall resistance standard in graphene devices under relaxed experimental conditions*, Nat. Nanotech. **10**, Heft 11, 965–971 (2015).
- [10] C. Virojanadra, M. Syväjärvi, R. Yakimova, L. I. Johansson, A. A. Zakharov und T. Balasubramanian, *Homogeneous large-area graphene layer growth on 6H-SiC(0001)*, Phys. Rev B **78**, Heft 24, 245403–245409 (2008).
- [11] K. V. Emtsev, A. Bostwick, K. Horn, J. Jobst, G. L. Kellogg, L. Ley, J. L. McChesney, T. Ohta, S. A. Reshanov, J. Röhr, E. Rotenberg, A. K. Schmid, D. Waldmann, H. B. Weber und T. Seyller, *Nat. Mater.* **8**, Heft 3, 203–207 (2009).
- [12] D. Momeni Pakdehi, *Epitaxial graphene on 4H- and 6H- SiC: growth optimization and characterization*, Masterarbeit, Hochschule Bremen (2015).

- [13] M. Kruskopf, Masterarbeit, *Optimization of growth parameters and characterization of epitaxial graphene on 6H-SiC*, Hochschule Bremen (2013).
- [14] M. Kruskopf, K. Pierz, S. Wundrack, R. Stosch, T. Dziomba, C.-C. Kalmbach, A. Müller, J. Baringhaus, C. Tegenkamp, F. J. Ahlers und H. W. Schumacher, *Epitaxial graphene on SiC: modification of structural and electron transport properties by substrate pretreatment*, J. Phys.: Condens. Matter **27**, Heft 18, 185303 (2015).
- [15] D. S. Lee, C. Riedl, B. Krauss, K. von Klitzing, U. Starke und J. H. Smet, *Raman spectra of epitaxial graphene on SiC and of epitaxial graphene transferred to SiO<sub>2</sub>*, Nano Lett. **8**, Heft 12, 4320–4325 (2008).
- [16] T. Yager, A. Lartsev, S. Mahashabde, S. Charpentier, D. Davidovikj, A. Danilov, R. Yakimova, V. Panchal, O. Kazakova, A. Tzalenchuk, S. Lara-Avila und S. Kubatkin, *Express optical analysis of epitaxial graphene on SiC: impact of morphology on quantum transport*, Nano Lett. **13**, Heft 9, 4217–4223 (2013).
- [17] C. Virojanadara, R. Yakimova, J. R. Osiecki, M. Syväjärvi, R. I. G. Uhrberg, L. I. Johansson, A. A. Zakharov, *Substrate orientation: A way towards higher quality monolayer graphene growth on 6H-SiC(0 0 0 1)*, Surf. Sci. **603**, Heft 15, L87–L90 (2009).
- [18] C. Riedl, C. Coletti und U. Starke, *Structural and electronic properties of epitaxial graphene on SiC(000 1): a review of growth, characterization, transfer doping and hydrogen intercalation*, J. Phys. D: Appl. Phys. **43**, Heft 37, 374009–374026 (2010).
- [19] M. Kruskopf und K. Pierz, *Verfahren zum Herstellen von Graphen*, European patent EP15172720.3 – 1355 (2015).
- [20] M. Kruskopf, D. Momeni Pakdehi, K. Pierz, S. Wundrack, R. Stosch, T. Dziomba, M. Götz, J. Baringhaus, J. Aprojanz, C. Tegenkamp, J. Lidzba, T. Seyller, F. Hohls, F. J. Ahlers und H. W. Schumacher, *Comeback of epitaxial graphene for electronics: large-area growth of bilayer-free graphene on SiC*, 2D Materials **3**, Heft 4, 041002 (2016).
- [21] S. Lara-Avila, K. Moth-Poulsen, R. Yakimova, T. Bjørnholm, V. Fal'ko, A. Tzalenchuk und S. Kubatkin, *Non-volatile photochemical gating of an epitaxial graphene/polymer heterostructure*, Adv. Mater. **23**, Heft 7, 878–882 (2011).

# Quanten-Widerstandsnormale aus Graphen

Franz Josef Ahlers\*, Jürgen Schurr\*\*

## Einleitung

Der elektrische Widerstand  $R$ , das Verhältnis von angelegter Spannung und Stromstärke in einem leitfähigen Material, ist eine der wichtigsten physikalischen Messgrößen, und zwar aus fundamentalen wie auch aus praktischer Sicht.

Der *fundamentale* Grund für die Bedeutung der Größe Widerstand liegt in ihrer Rolle bei der Revision des Einheitensystems SI, die 2018 vollzogen werden soll. Wie im Folgenden erläutert, kann man einen Widerstand auf eine Kombination der Fundamentalkonstanten Planck'sches Wirkungsquantum  $h$  und Elementarladung  $e$  zurückführen. Zusammen mit der Größe der elektrischen Spannung  $U$ , die auf eine andere Kombination von  $h$  und  $e$  zurückgeführt werden kann (siehe weitere Beiträge in diesem Heft [1]), steht dann über die elektrische Leistung  $P = U^2/R$  auch eine Methode zur Verfügung, mit der die Einheit der Masse, das Kilogramm, direkt auf den Wert von  $h$  zurückgeführt werden kann [2]. Für die Konsistenz des neuen SI ist diese Verbindung zwischen mechanischen und elektrischen Einheiten eine der tragenden Säulen.

Der *praktische* Grund für die Bedeutung der Größe Widerstand liegt an der überragenden Bedeutung, die Elektronik in fast allen Bereichen von Industrie und Technik einnimmt. In elektronischen Schaltungen wird deren Funktion im Wesentlichen vom Verhältnis von Spannung und Stromstärke in den Bauelementen bestimmt, und die Kenntnis des Widerstands von Bauelementen ist unverzichtbar bei der Entwicklung jeglicher Elektronik. Ein weiterer praktischer Grund für die Bedeutung ist die starke Abhängigkeit des Widerstands von vielen Eigenschaften eines Materials und von dessen Temperatur. Widerstandsthermometer sind daher die am weitesten verbreitete Art von Thermometern, und auch die Bestimmung vieler anderer Materialeigenschaften erfolgt oft über die Messung von Widerstandswerten.

## Der Quanten-Hall-Effekt und seine Rolle in der Metrologie

Ein Strom der Stärke  $I$  durch eine dünne leitfähige Schicht in einem Magnetfeld senkrecht zu dieser Schicht ruft eine elektrische Spannung  $U_H$  senkrecht zum Strom hervor. Sie ist durch die Ablenkung bewegter Ladungsträger im Magnetfeld bedingt und sowohl senkrecht zum Strom als auch zum Magnetfeld gerichtet. Bei diesem als Hall-Effekt [3] bekannten Phänomen bezeichnet man den Quotienten aus Hall-Spannung  $U_H$  und Stromstärke  $I$  als Hall-Widerstand  $R_H$ , und seine Größe ist  $R_H = B/(-e \cdot n)$ , wobei  $-e$  der Wert der Ladung eines Elektrons ist,  $B$  die magnetische Flussdichte (Magnetfeldstärke) und  $n$  die Zahl der Elektronen pro Fläche.

Durch die Fortschritte der Halbleiter- und Nanotechnologie gelang es Ende der 1970er-Jahre, elektrisch leitende Proben quasi „unendlich dünn“ zu machen. „Unendlich dünn“ bedeutet, dass in den nur noch wenige Nanometer dicken Schichten die Elektronen aufgrund der dann dominierenden Gesetze der Quantenmechanik (und bei hinreichend tiefer Temperatur) nur noch in zwei Dimensionen beweglich sind. Solche Schichten werden auch als zweidimensionale Elektronensysteme (2DES) bezeichnet.

An derartigen Proben machte der Physiker Klaus von Klitzing 1980 die zu dem Zeitpunkt völlig überraschende Entdeckung, dass der Hall-Widerstand in bestimmten Magnetfeldbereichen konstant war, während gleichzeitig der normale Spannungsabfall entlang der Probe unmessbar klein wurde [4]. Noch überraschender war aber der Wert von  $R_H$ , den von Klitzing beobachtete. Er betrug

$$R_H = \frac{1}{i} \frac{h}{e^2}$$

und hing damit nur noch von zwei Fundamentalkonstanten ab, dem Wert der Elementarladung  $e$  und der Planck-Konstanten  $h$ . (Die ganze Zahl  $i = 1, 2, 3, \dots$  kennzeichnet die verschiedenen Magnetfeldbereiche, in denen der Effekt auftritt.)

\* Dr. Franz Josef Ahlers, Fachbereich 2.6 „Elektrische Quantenmetrologie“, E-Mail: franz-josef.ahlers@ptb.de

\*\* Dr. Jürgen Schurr, Arbeitsgruppe 2.62 „Quanten-Hall-Effekt, Widerstand“, E-Mail: juergen.schurr@ptb.de

1985 erhielt von Klitzing für seine Entdeckung des Quanten-Hall-Effekts (QHE) den Nobelpreis für Physik. Wegen der besonderen Bedeutung für die Metrologie wird der Wert  $h/e^2$  ihm zu Ehren als von-Klitzing-Konstante  $R_K$  bezeichnet. Die Relevanz für die Metrologie ist aus der obigen Gleichung unmittelbar klar:  $R_H$  hängt, anders als „normale“ Widerstandswerte, von keinerlei Materialeigenschaften oder sonstigen Randbedingungen der Messung mehr ab und stellt somit einen idealen Referenzwert dar, auf den sich alle anderen Widerstandswerte beziehen lassen. Mit dem fast ausschließlich genutzten  $i$ -Wert von 2 beträgt  $R_H$  12,9 k $\Omega$ , ein Wert mitten in dem für die Praxis wichtigsten Dekadenbereich von 1  $\Omega$  bis 100 M $\Omega$ .

Seit 1990 wird für die Kalibrierung und Weitergabe der Einheit Widerstand in allen Staatsinstituten weltweit der gleiche Wert von 25 812,807  $\Omega$  für die von-Klitzing-Konstante benutzt. Er beruht auf den damals genauesten Messungen und wird mit der Abkürzung  $R_{K-90}$  bezeichnet, um ihn vom Wert  $h/e^2$  zu unterscheiden, der im bisherigen SI noch mit Unsicherheiten behaftet ist, die zumindest 1990 noch größer waren als die Reproduzierbarkeit des QHE selbst. Mit der Festlegung der numerischen Werte für  $h$  und  $e$  im Zuge der Revision des SI wird diese Unterscheidung dann überflüssig, und statt der Bezeichnung  $R_{K-90}$  wird in den Kalibrierdokumenten nur noch  $R_K$  stehen.

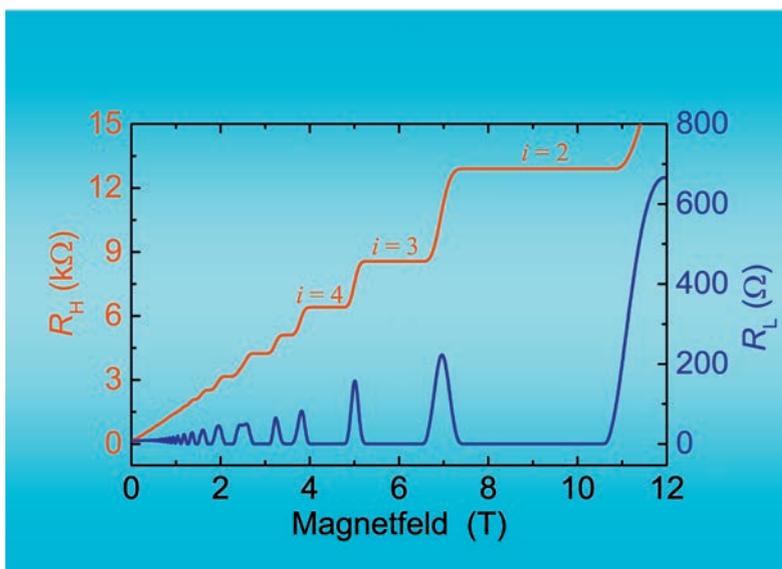


Bild 1: Hall-Widerstand  $R_H$  (linke Skala) und Längswiderstand  $R_L$  (rechte Skala) einer QHE-Probe aus GaAs im Magnetfeldbereich 0 Tesla bis 12 Tesla bei einer Temperatur von 1,4 K. Gut zu erkennen sind die Bereiche, in denen der Hallwiderstand konstant ist (Plateaus) und der Längswiderstand null. In diesen mit zunehmendem Magnetfeld breiteren Bereichen hat  $R_H$  jeweils den Wert  $h/ie^2$ ,  $i = 1, 2, 3 \dots$  (Das Plateau mit  $i = 1$  bei etwa 18 Tesla ist hier nicht sichtbar).

## Der Quanten-Hall-Effekt in Galliumarsenid

Die Entdeckung Klaus von Klitzings wurde an der „unendlich dünnen“ Grenzschicht gemacht, die sich zwischen leitendem Silizium und einer Siliziumoxid-elektrode bildet (einem Si-Feldeffekttransistor). Als besser geeignet stellte sich in der Folgezeit ein zweidimensionales Elektronensystem heraus, das sich an der Grenzfläche zwischen einem Halbleiterkristall aus Galliumarsenid (GaAs) und Aluminium-Galliumarsenid (AlGaAs) bildet [5]. Es hat den Vorteil, dass die Dichte  $n$  der Elektronen, aus der sich die Mitte  $B_0$  des genutzten Magnetfeldbereichs gemäß  $B_0 = n(h/ie)$  ergibt, durch Dotierung mit Silizium beim Wachstum des Kristalls festgelegt wird und keine Elektrode zur Einstellung der Dichte erforderlich ist. Im Bild 1 sind Messkurven des Hallwiderstands und des Widerstands  $R_L$  entlang der Probe gezeigt, wie man sie an solchen auf GaAs basierenden QHE-Proben typischerweise erhält.

Für relative Messunsicherheiten von etwa  $10^{-9}$  muss dabei die Temperatur  $T$  so niedrig sein, dass die thermische Energie  $kT$  sehr viel kleiner ist als die energetische Aufspaltung der Elektronenzustände im Magnetfeld  $B$  (die sogenannte Landau-Aufspaltung), die proportional zu  $B/m$  ist. Die optimale Wahl von  $B$  und  $T$  hängt also über die effektive Elektronenmasse  $m$  vom Material ab, anders als der Wert des Hallwiderstandes selbst. Je kleiner die effektive Masse  $m$  ist, desto kleiner darf das Magnetfeld sein und desto höher die Temperatur.

Da ein weniger aufwendig zu erzeugendes kleineres Magnetfeld eine aufwendiger zu erzeugende tiefere Temperatur erfordert und umgekehrt, muss in der Praxis ein vernünftiger Kompromiss gefunden werden. Für QHE-Proben aus GaAs/AlGaAs (siehe Bild 1) hat sich ein Magnetfeld von etwa 9 T bewährt, wozu die erforderliche Temperatur von 1,4 K durch Druckabsenkung in einem geschlossenen Heliumbad erzeugt werden muss. Diese Bedingungen sind aber immer noch deutlich aufwendiger als z. B. die für den Betrieb von Spannungsnormalen aus Josephson-Schaltungen, die ohne Magnetfeld auskommen und bei denen flüssiges Helium mit einer Normaldruck-Temperatur von 4,2 K ausreicht.

Das Ziel, einfachere Quantennormale zu entwickeln, die auch mit weniger Aufwand, etwa in Kalibrierlaboratorien oder sogar in industrieller Umgebung, ihre Stärken als absolut präzise Primärnormale ausspielen können, ist somit für das Quantennormal des elektrischen Widerstands sehr viel schwieriger zu erreichen.

## Der Quanten-Hall-Effekt in Graphen

Ein QHE-Material mit deutlich geringerer effektiver Ladungsträgermasse  $m$  wäre ein großer Schritt auf dem Weg zu einem leichter nutzbaren Quanten-Widerstandsnormal. Ein solches Mate-

rial gibt es in der Tat: Es handelt sich um Graphen, einen zweidimensionalen Kristall aus Kohlenstoffatomen, die ein hexagonales Gitter bilden. Dass man Graphen isoliert herstellen könnte, galt als extrem schwierig, ja sogar unmöglich, aufgrund der theoretischen Vorhersage, dass ein perfekt zweidimensionaler Kristall aus thermodynamischen Gründen nicht existieren könne [6]. Im Jahre 2004 gelang es dennoch zwei Forschergruppen fast gleichzeitig, durch geschicktes Abschälen (Exfolieren) einzelner Atomlagen von Graphitoberflächen kleine Graphenflocken zu präparieren, umfassend mit elektrischen und optischen Methoden zu charakterisieren und die Ergebnisse, insbesondere zum auch an Graphen beobachteten Quanten-Hall-Effekt, theoretisch zu erklären [7, 8]. Für diese Arbeiten erhielten Andre Geim und Konstantin Novoselov den Physik-Nobelpreis 2010.

Für die Anwendung als Quanten-Widerstandsnormale ist die entscheidende Eigenschaft von Graphen die praktisch verschwindende effektive Masse der Ladungsträger. Sie ist Folge der besonderen Bandstruktur, mit der sich Graphen von GaAs unterscheidet. Im Bild 2 ist dieser Unterschied schematisch dargestellt. Während es sich bei GaAs um einen Halbleiter handelt, bei dem die Energie  $E$  von Leitungs- und Valenzband quadratisch vom Impuls  $k$  abhängt, ist dieser Zusammenhang bei Graphen linear. Die effektive Masse, die der Krümmung des Leitungsbands entspricht, ist bei Graphen praktisch gleich null und die Ladungsträger verhalten sich wie extrem schnelle relativistische Teilchen. Bei der Berechnung der Landau-Aufspaltung tritt die effektive Masse dann gar nicht mehr auf. Es ergibt sich eine Landau-Aufspaltung, die proportional ist zu  $\sqrt{B}$ , mit einem Proportionalitätsfaktor, der nun die Geschwindigkeit der Teilchen enthält und der sehr viel größer ist als bei GaAs.

Um ein Zahlenbeispiel zu nennen: Bei einem QHE-Normale aus GaAs/AlGaAs ist bei 9 Tesla und 1,4 Kelvin die Landau-Aufspaltung 130-mal so groß wie die thermische Energie, während dafür bei Graphen nur 2 Tesla und 4,2 Kelvin erforderlich sind. In Bild 3 ist das dargestellt. Dieser massive Unterschied von Graphen zu GaAs führt dazu, dass die Bildung der QHE-Plateaus in Graphen bereits bei Raumtemperatur sichtbar ist, wenn auch erst in sehr hohen Magnetfeldern von 30 Tesla [9]. Für Präzisionsmessungen ist das zwar nicht brauchbar, aber es zeigt eindrucksvoll, wie sehr sich Graphen von allen bis dahin genutzten QHE-Systemen unterscheidet. Gemäß der Darstellung in Bild 3 kann man also für QHE-Widerstände aus Graphen bereits zwischen 2 Tesla und 8 Tesla bei Temperaturen zwischen 4,2 Kelvin und 10 Kelvin die gleiche Leistungsfähigkeit als Widerstandsnormale erwarten wie für GaAs-basierte QHE-Proben bei 9 Tesla und 1,4 Kelvin.

### Der Quanten-Hall-Effekt in Graphen als Widerstandsnormale bei Gleichstrom

Exfoliierte Graphenproben sind oft nur recht klein (meist weniger als 10  $\mu\text{m}$ ). Dennoch gelang es, bereits mit solchen Proben nachzuweisen, wie präzise der Hall-Widerstand von Graphen quantisiert ist. Dazu war es allerdings nötig, das übliche Trägermaterial  $\text{SiO}_2$ , auf das normalerweise die Graphenflocken übertragen werden, durch eine aufwendig hergestellte Multilagenschicht aus

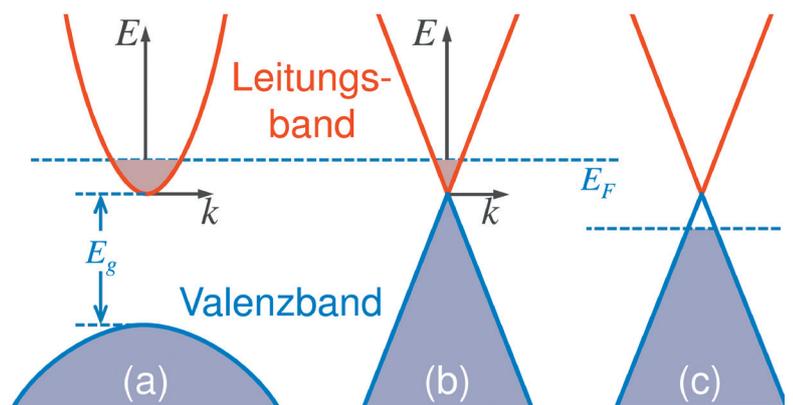


Bild 2: Das parabolische Leitungs- und Valenzband von GaAs (a) im Vergleich mit dem linearen Energieverlauf beider Bänder in Graphen (b). Die Dichte der Ladungsträger hängt vom Wert der sogenannten Fermienergie  $E_F$  ab. Ein weiterer, im Text nicht erläuteter Unterschied von Graphen zu GaAs ist die Energielücke  $E_g$  zwischen Leitungs- und Valenzband. Graphen ist ein Semimetall mit  $E_g = 0$ , was dazu führt, dass man schon mit relativ kleinen Änderungen von  $E_F$  auch Defektelektronen-Leitfähigkeit im Valenzband erreichen kann (c).

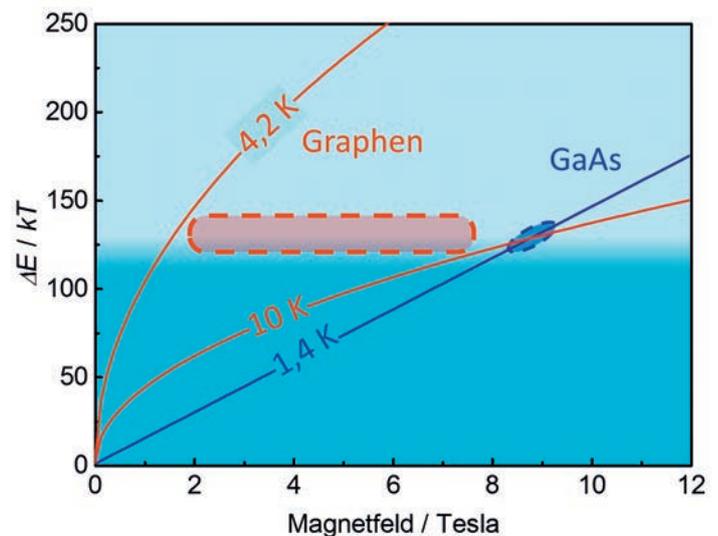


Bild 3: Das Verhältnis zwischen Landau-Energie  $\Delta E$  und thermischer Energie  $kT$  ist für QHE-Proben aus Graphen deutlich günstiger als für GaAs-basierte Proben. Oberhalb des zurzeit üblichen Arbeitspunkts von GaAs bei etwa 9 Tesla ist  $\Delta E/kT$  ausreichend hoch. Alles darüber sollte ähnlich kleine Messunsicherheiten erlauben, sodass man mit Graphen im Temperaturbereich 4,2 K bis 10 K bei Feldstärken von 2 Tesla bis 8 Tesla Messungen gleicher Präzision wie bei GaAs-Proben erwarten kann.

einem anderen Halbleitermaterial zu ersetzen [10]. Diese in der PTB durchgeführte und in Bild 4 dargestellte Messung ist bis heute die präziseste, die mit exfoliiertem Graphen durchgeführt wurde.

Wenn es um die QHE-Anwendung für die Metrologie geht, bleibt das Exfolieren einzelner Kohlenstoff-Atomlagen aber letztlich eine Sackgasse. Die Methode kann zwar Graphenkristalle sehr hoher elektronischer Qualität liefern, doch ist die Ausbeute gering. Noch schwerer wiegt die Tatsache, dass die Größe solcher Kristallstücken beschränkt ist. Es gelingt nur extrem selten, Graphen mit Abmessungen von mehr als wenigen 10  $\mu\text{m}$  zu präparieren, meist sind die Kristalle noch wesentlich kleiner.

Für die Erforschung der grundlegenden Eigenschaften von Graphen stellt dies kein Hindernis dar, denn solche Dimensionen sind für die moderne Nanotechnologie immer noch riesig. Beim QHE wird jedoch bei zu schmalen Proben die Hallspannung zwischen gegenüberliegenden Probenkanten so groß, dass es zum elektrischen Durchbruch kommt und die Präzision der Messung nicht mehr gewährleistet ist. Zwar ist Graphen auch hierbei dem bisherigen Standardmaterial überlegen, wie in detaillierten Untersuchungen [11] zum Zusammenbruch des QHE bei hohen Stromstärken gezeigt wurde, doch sind auf jeden Fall größere Proben erforderlich, als sie sich mit der Exfoliation routinemäßig herstellen lassen.

Um die geschilderten Vorteile von Graphen im praktischen Einsatz nutzen zu können, war daher die Entwicklung neuer Herstellungsverfahren notwendig. Ein Durchbruch wurde mit dem Wachstum von Graphenkristallen hoher Qualität auf Siliziumkarbidsubstraten (SiC) erzielt. Obwohl man schon vor der Entdeckung der Exfoliationsmethode umfangreiche Erfahrung mit der Herstellung kristalliner Kohlenstoffschichten durch

Sublimation von Si aus SiC gesammelt hatte [12], hatten diese Schichten nicht die Eigenschaften von Graphen. Erst nachdem man die für extrem reine Kristalle vermeintlich unverzichtbaren Hochvakuumbedingungen zugunsten einer Argon-Atmosphäre mit Normaldruck aufgegeben hatte [13], gelang es, auf SiC Graphenkristalle mit hinreichend guter kristalliner Struktur zu wachsen.

Allerdings ist die Ladungsträgerdichte solcher SiC-Graphen-Kristalle so hoch, dass das eigentliche Ziel, bei kleinen Magnetfeldern auf einfachere Art zu messen, nicht gleich erreicht wurde. Wichtig war daher auch die Entwicklung von Methoden [14,15], mit der die Ladungsträgerdichte von SiC-Graphen reduziert werden kann. Aus der oben genannten Beziehung  $B_0 = n(h/e)$  für die zur Messung benötigte Feldstärke  $B_0$  folgt nämlich, dass  $n$  kleiner als ca.  $2 \dots 3 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$  sein sollte, wenn man bei Feldern unterhalb 5 Tesla messen möchte. Die Dichte ist aber unter den üblichen Wachstumsbedingungen bis zu 50-mal höher und muss vor einem Einsatz als Widerstandsnormale auf einen geringeren Wert eingestellt werden.

Mit derartigen QHE-Proben aus SiC-Graphen wurde 2012 ein besonders genauer direkter Vergleich der Übereinstimmung des Quanten-Hall-Widerstands von Graphen und von GaAs durchgeführt [16]. Das britische Metrologieinstitut NPL (*National Physical Laboratory*) und das BIPM (*Bureau International des Poids et Mesures*) fanden zwischen beiden Materialien eine Übereinstimmung mit einer Messunsicherheit von weniger als  $9 \cdot 10^{-11}$ , eine bis heute unerreichte präzise Bestätigung der Materialunabhängigkeit des QHE.

Zwar wurde dieser Wert nur unter den günstigen Randbedingungen besonders niedriger Temperatur (0,3 K), hoher Magnetfelder (>12 T) und langer Messzeit erzielt, dennoch ist ein solcher Universalitätstest wichtig, das Vertrauen in die Präzision des QHE, für den auch mehr als 35 Jahre nach seiner Entdeckung eine wirklich vollständige, alle Aspekte erklärende Theorie noch nicht vorliegt, zu untermauern.

Um das im Bild 3 illustrierte Ziel eines einfachen, bei etwa 5 T und oberhalb von 4 K betriebenen Quanten-Widerstandsnormals zu erreichen, arbeiten weltweit viele metrologische Institute daran, insbesondere die Einstellung der erwünschten geringen Ladungsträgerdichte zu verbessern [17, 18, 19]. Bei allen Vorteilen, die Graphen zweifellos gegenüber GaAs-basierten QHE-Normalen hat, ist die Anforderung, jeweils vor einer Messung die richtige Ladungsträgerdichte zu überprüfen und gegebenenfalls neu einstellen zu müssen, ein praktischer Nachteil, den es zu vermeiden gilt. Ideal wäre es, schon die Wachstumsverfahren selbst so zu optimieren, dass nicht nur die primär angestrebte hohe Kristallinität und Homogenität des Materials erreicht, sondern auch der intrin-

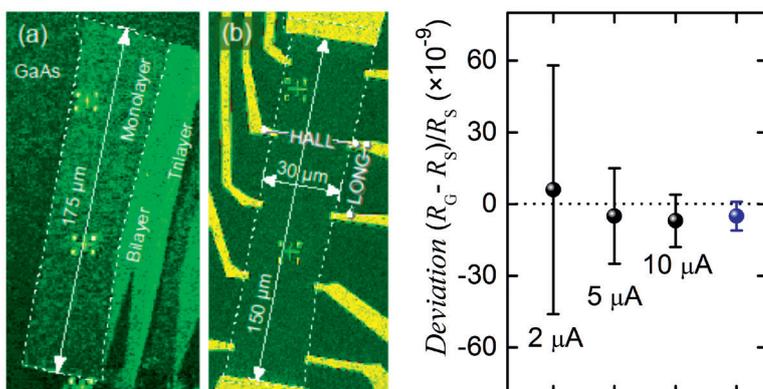


Bild 4: Eine  $30 \mu\text{m} \times 150 \mu\text{m}$  große Hall-Probe aus exfoliiertem Graphen auf einem GaAs-Substrat. Aus der unregelmäßig geformten Flocke aus Mono- und Doppellagen-Graphen in Bild a) wurde lithografisch eine Hall-Probe mit zwei großen Stromkontakten und mit seitlich jeweils fünf kleineren Spannungsabgriffen (gelb) hergestellt. Die Grafik rechts zeigt die relative Abweichung von drei mit zunehmender Stromstärke gemessenen Hallwiderstandswerten vom Referenzwert  $h/2e^2$  und (in Blau) den gewichteten Mittelwert.

sische Dotiereffekt minimiert wird, der zu den unerwünscht hohen Ladungsträgerdichten führt.

Ein interessanter Ansatz auf diesem Weg wird am französischen CNRS-CRHEA verfolgt. Bei der dort entwickelten Variante der etablierten SiC-Methode bildet sich das Graphen nicht ausschließlich durch Sublimation der Si-Atome aus dem zurückbleibenden Kohlenstoff des SiC-Kristalls, sondern auch das Zuführen von Kohlenstoff in Form von Methan scheint eine Rolle zu spielen. An derartig hergestelltem Graphen wurden bei 5 Tesla und 5 Kelvin präzise QHE-Messungen mit einer Stromstärke von 50  $\mu\text{A}$  durchgeführt [20], ohne vorher die Ladungsträgerdichte gezielt eingestellt zu haben.

Eine weitere sehr wichtige Voraussetzung, SiC-Graphen herzustellen, das für die Metrologie nutzbar ist, liegt darin, das Wachstum so zu steuern, dass dabei keine Graphen-Doppellagen entstehen. Doppellagen können wie ein elektrischer Kurzschluss für die Monolagen wirken und damit die Präzision des QHE zunichtemachen. Sie wachsen vorzugsweise entlang der Stufenkanten auf der niemals perfekt flachen SiC-Oberfläche. Mit der in der PTB entwickelten und im vorhergehenden Artikel dieses Hefts [21] beschriebenen Methode wird das Wachstum von Doppellagen praktisch vollständig vermieden. Das Ergebnis der QHE-Messung an Proben aus solchem Material (Bilder 6, 7) unterstreicht dessen Qualität eindrucksvoll.

Dem Routineeinsatz von Graphen als einfacherem Quantennormal des elektrischen Widerstands bei Gleichstrom steht also nach den Arbeiten an verschiedenen nationalen Metrologieinstituten nur noch wenig im Wege. Lediglich das Problem, die Ladungsträgerdichte vor einem Kalibriereinsatz mindestens überprüfen und meist sogar neu einstellen zu müssen, harret hier noch einer endgültigen Lösung.

### Der Quanten-Hall-Effekt in Graphen als Impedanznormal

Neben der Anwendung bei Gleichstrom kann man ein QHE-Normal auch als Referenznormal für eine Impedanz einsetzen, indem man es mit Wechselstrom misst und damit die physikalische Größe Kapazität (mit der Einheit F, Farad) auf Fundamentalkonstanten zurückführt.

Wie die Größe Widerstand ist auch die Kapazität in der täglichen Kalibrierpraxis eminent wichtig. Bei sehr vielen Messungen, auch nicht-elektrischer Größen, werden nämlich kapazitive Messverfahren und Sensoren eingesetzt. Die praktische Relevanz der Rückführung liegt also auf der Hand.

Vielleicht noch wichtiger ist aber die fundamentale Bedeutung der Rückführung der Kapazitätseinheit auf die Fundamentalkonstanten: Im bisherigen SI ist die Kapazität die am präzisesten

realisierbare elektrische Größe, da sie auf rein geometrischen Maßen und der im alten SI maßgebenden elektrischen Konstante  $\epsilon_0$  beruht. Der 1990 per Konvention festgelegte Zahlenwert von  $R_{K-90}$  beruht auf solchen Messungen, und auch bei der endgültigen Festlegung von  $R_K$  (d. h. der Zahlenwerte von  $h$  und  $e$ ) für die Neudefinition 2018 spielt der Beitrag genau solcher Messungen eine große Rolle. Die Verbindung zwischen Kapazität und (QHE-)Widerstand war und ist somit das

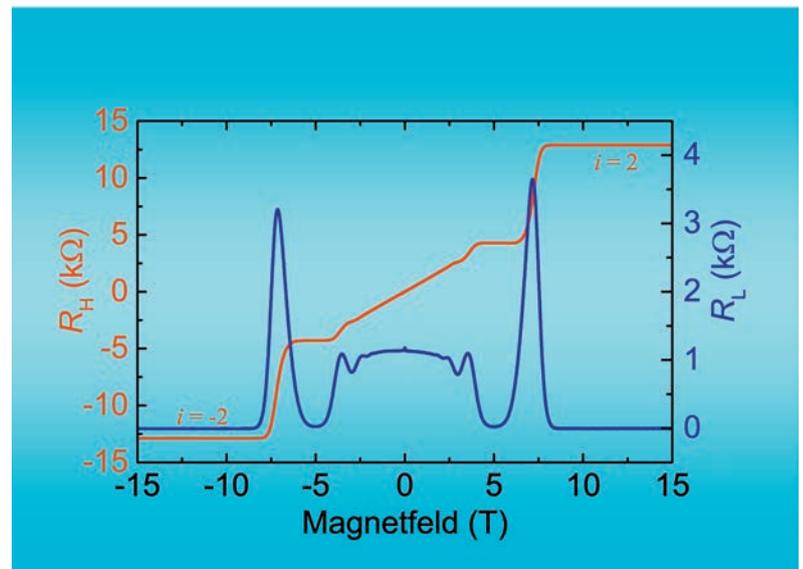


Bild 5: Hall-Widerstand  $R_H$  (linke Skala) und Längswiderstand  $R_L$  (rechte Skala) einer QHE-Probe aus Graphen im Magnetfeldbereich von  $-15$  Tesla bis  $+15$  Tesla. Anders als bei GaAs treten die Plateaus hier bei Werten  $i = 2, 6, 10 \dots$  auf. Der bisher präziseste Vergleich zwischen einer Graphen- und einer GaAs-basierten QHE-Probe [16] wurde an einer Probe durchgeführt, die der hier benutzten sehr ähnlich war.

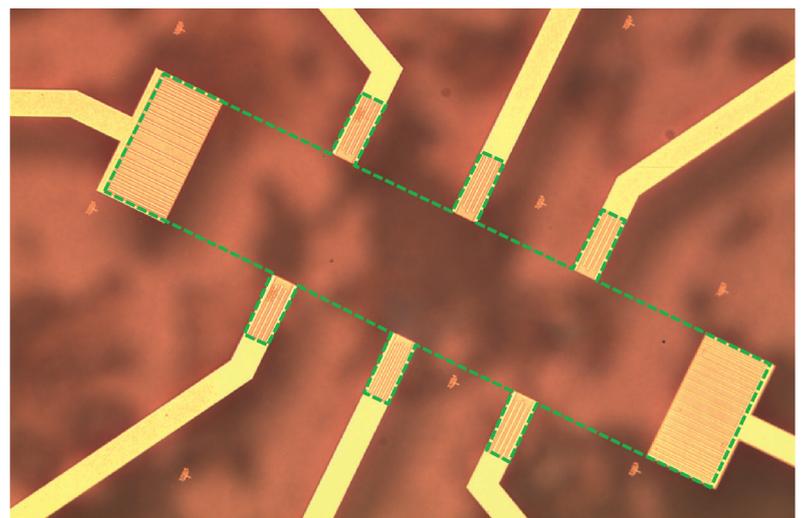


Bild 6: Foto einer  $200 \mu\text{m} \times 800 \mu\text{m}$  großen QHE-Probe aus SiC-Graphen. Da sowohl die ultradünne Graphenschicht als auch das SiC-Substrat transparent sind, erkennt man außer der unscharf abgebildeten SiC-Rückseite nur die acht Goldkontakte zur rechteckigen QHE-Probe. Zwei breite Kontakte für den Probenstrom an den Schmalseiten des Rechtecks und jeweils drei schmalere Kontakte für Spannungsmessungen an den Längsseiten sind sichtbar. Die gestrichelte grüne Linie markiert die Ausdehnung des Graphenfilms

entscheidende Bindeglied, die Kontinuität zwischen altem und neuem SI mit höchster Präzision sicherzustellen.

Aufgrund dieser Bedeutung des QHE für die Messgröße Impedanz und der dabei erwünschten möglichst geringen Messunsicherheit sollte die Messkette beim Vergleich eines Gleichstromwiderstands mit einem Kapazitätswert so kurz wie möglich sein. Der kürzeste Weg besteht darin, den QHE-Widerstand  $R_H$  in einer koaxialen Wechselstrom-Messbrücke direkt mit einem Kondensator  $C$  zu vergleichen. Bild 8 zeigt schematisch

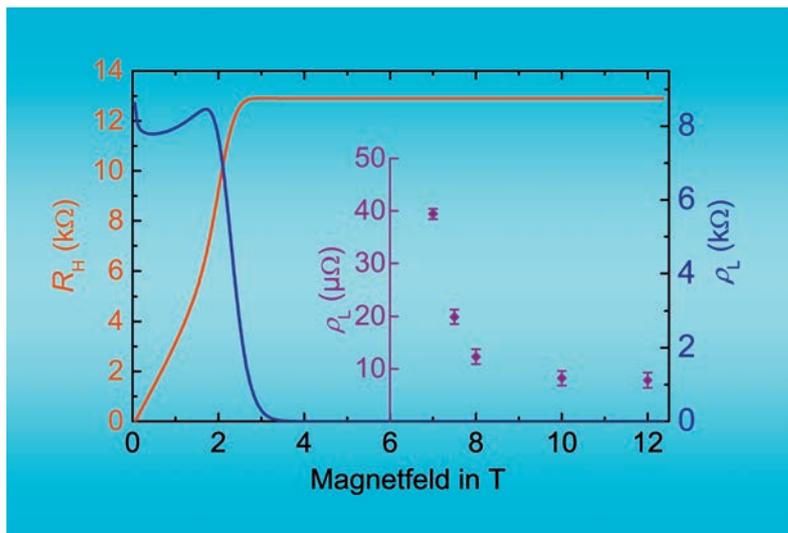


Bild 7: Hall-Widerstand und spezifischer Längswiderstand  $\rho_L$  einer Graphenprobe, die mit der an der PTB entwickelten Methode [21] hergestellt wurde. Das Hall-Widerstandsplateau bei 12,9 k $\Omega$  ist deutlich breiter als bei einer GaAs-Probe (siehe Bild 2). Der bei einer Präzisionsmessung wichtigste Kennwert Längswiderstand  $\rho_L$  (mit vergrößerter Skala im eingeschobenen Diagramm dargestellt) ist bei 4,2 K und 39  $\mu$ A Messstrom oberhalb 8,5 T kleiner als 10  $\mu\Omega$ . Das ist der kleinste je für Graphen bei derartigen Bedingungen gemessene Wert.

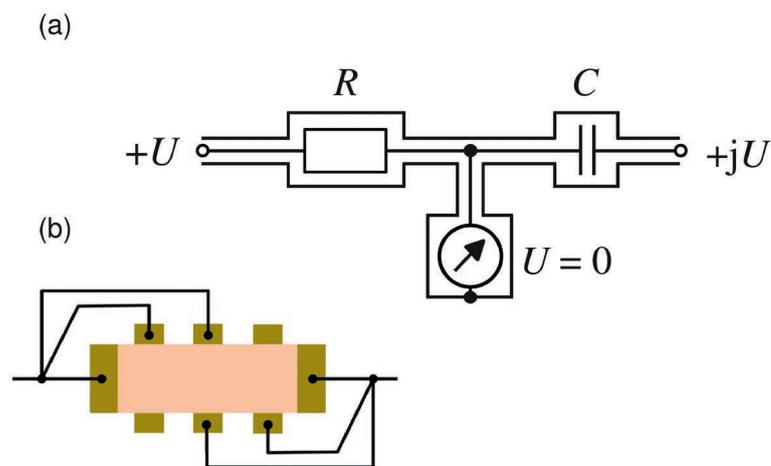


Bild 8: (a) Schema einer koaxialen Quadraturbrücke für den Vergleich eines Widerstands  $R$  mit einem Kondensator  $C$ . Bei der Messfrequenz  $\omega$  ist die Brücke abgeglichen ( $U = 0$ ), wenn  $\omega RC = 1$  ist. Der normalerweise nur mit einer 4-Punktmessung zugängliche quantisierte Hall-Widerstand kann mit einer besonderen Art der Beschaltung (b) als effektiver 2-Punkt Widerstand eingesetzt werden. Beim vorgegebenen Wert von 12,9 k $\Omega$  für  $R$  wählt man als typische Werte für  $\omega$  und  $C$  1233 Hz und 10 nF.

den Aufbau einer solchen als Quadratur-Brücke bezeichneten Messanordnung in ihrer einfachsten Ausführung.

Bei der direkten Rückführung sind relative Messunsicherheiten von deutlich unter  $10^{-8}$  möglich. Dabei muss man vermeiden, dass parasitäre Kapazitäten des QHE-Bauteils und die dazugehörigen dielektrischen Verluste den Wechselstromwert des Quanten-Hall-Widerstandes verfälschen. Dies würde zu einer unerwünschten Abweichung vom quantisierten DC-Wert führen, die in der Regel mit zunehmender Frequenz größer wird.

Mit QHE-Proben aus GaAs/AlGaAs gelang es bereits früher, die parasitären Wechselströme durch eine besondere Schirmung der QHE-Probe so zu führen, dass sie sich nicht mehr auf die Messung auswirkten [22]. Diese direkte Methode wird zurzeit nur von der PTB beherrscht und erfolgreich für die Rückführung der Kapazitätseinheit eingesetzt.

Für Graphen ist nicht von vornherein klar, ob seine vorteilhaften Eigenschaften bei Gleichstrom auch in einer Wechselstromumgebung zum Tragen kommen. Sowohl das Substratmaterial SiC als auch die für die Einstellung der Ladungsträgerdichte [15] erforderlichen UV-sensitiven Lackschichten können das Verhalten parasitärer Kapazitäten einer Hall-Probe beeinflussen. Im Rahmen des EU-Projekts *GraphOhm* wurde dies ausführlich untersucht.

Das wesentliche Ergebnis dieser Untersuchungen [23] ist im Bild 9 dargestellt. Es zeigt die relative Abweichung  $\Delta r$  des Hall-Widerstandes von dem exakt quantisierten Wert für verschiedene Frequenzen und über einen großen Magnetfeldbereich sowohl für eine Graphen- als auch für eine GaAs-basierte Probe. In beiden Fällen sind die QHE-Bauelemente noch freiliegend ohne die erwähnte spezielle Schirmung. Da beide Proben unterschiedliche Ladungsträgerdichten  $n$  hatten, wurden die Magnetfeldachsen beider Messungen im Teil (c) der Graphik für eine bessere Vergleichbarkeit so umgerechnet, dass der Wert  $i = 2$ , bei dem eine Präzisionsmessung durchgeführt wird, für beide Kurvenscharen übereinstimmt.

Dieses Ergebnis ist in mehrerer Hinsicht bemerkenswert. Zunächst einmal erkennt man vor allem in der unteren Darstellung, dass der im Vergleich zu GaAs extrem breite Bereich, in dem hohe Präzision möglich ist, auch bei Wechselstrommessungen nutzbar ist. Weiterhin bemerkenswert ist die im Vergleich zur GaAs-QHE Probe deutlich geringere Frequenzabhängigkeit der Graphenprobe. Auch der bei GaAs auftretende nachteilige Effekt, dass außerhalb der Bereichsmittle bei Füllfaktor 2 die Frequenzabhängigkeit nochmals stark zunimmt, tritt bei Graphen nicht auf.

Der wichtigste Unterschied ist aber die Tatsache,

dass bei Graphen die Frequenzabhängigkeit negativ ist. Das Verständnis und die Erklärung dieses Effekts zeigen, dass und warum eine Graphen-QHE-Probe gerade auch für die Wechselstromanwendung als Impedanznormal das vorteilhaftere System ist.

Dazu sind in Bild 10 schematisch die wesentlichen kapazitiven Strompfade angedeutet, die bei einer Wechselstrommessung wie in Bild 8 eine Rolle spielen. Durch den blau dargestellten kapazitiven Strompfad fließt ein Messstrom durch die Hallprobe, ohne zur Hallspannung beigetragen zu haben. Das resultiert in einem negativen (und mit steigender Frequenz zunehmenden) Frequenzgang. Umgekehrt kann ein kapazitiver Strom, der die gelbe Linie zwischen den Kontakten für den Spannungsabgriff passiert und damit zur Hallspannung beigetragen hat, durch den rot dargestellten Strompfad fließen, ohne von der Messung erfasst zu werden, was zu einer positiven Frequenzabhängigkeit führt.

Verkleinert man nun eine Hallprobe bei unverändertem Verhältnis von Länge zu Breite, werden alle „blauen“ Kapazitäten größer und alle „roten“ kleiner. Der Frequenzgang sollte dann irgendwann negativ werden. Genau das ist bei der genutzten Graphenprobe der Fall. Mit Abmessungen von ca.  $200\ \mu\text{m} \times 800\ \mu\text{m}$  war sie deutlich kleiner als die ca.  $0,8\ \text{mm} \times 2,6\ \text{mm}$  große GaAs-Probe. Und genau hierin liegt der entscheidende Vorteil von Graphen: Nur aufgrund seiner Eigenschaft, auch hohe Messstromstärken beim QHE zu tolerieren [11], können die Proben um eine Größenordnung kleiner sein als GaAs-basierte Proben. Das führt zu einem betragsmäßig kleineren Frequenzgang.

Das Hauptaugenmerk liegt momentan darauf, die einzelnen physikalischen Beiträge zu den kapazitiven Verlusten von Graphenproben, die in der stark vereinfachten Darstellung von Bild 8 nicht zum Ausdruck kommen, zu analysieren und zu verstehen und ein Probendesign mit vernachlässigbarem Frequenzgang zu entwickeln. Bereits jetzt wurde an größeren Graphen-Proben gezeigt, dass die bei GaAs so erfolgreiche Schirmungstechnik auch hier die verbliebene Frequenzabhängigkeit vollständig eliminieren kann. Somit kann auch mit Graphen ein Widerstand realisiert werden, der mit Gleich- und Wechselstrom denselben quantisierten Wert besitzt, der aber unter den einfacheren Randbedingungen kleinerer Magnetfelder und höherer Temperatur einsetzbar ist.

### Zusammenfassung und Ausblick

Das zweidimensionale Elektronensystem von Graphen zeichnet sich durch Besonderheiten aus, die es dem bisher in der Widerstandsmetrologie genutzten Material auf Basis von GaAs/AlGaAs überlegen erscheinen lassen. Vor allem ist dies die im Vergleich riesige Energieaufspaltung im Magnetfeld, die es ermöglicht, bereits bei ca. 5 Tesla und

4 Kelvin Messungen mit einer Präzision durchzuführen, für die bei herkömmlichen Proben wesentlich aufwendiger zu erzeugende 9 Tesla und 1,4 Kelvin erforderlich sind. Wenn es gelingt, auch die Methoden zur Einstellung der Ladungsträgerdichte zuverlässiger zu machen oder ganz zu vermeiden, ist zu erwarten, dass bereits in absehbarer Zeit einfachere primäre Widerstandsnormale auf Basis von Fundamentalkonstanten verfügbar werden, die auch außerhalb von Metrologieinstituten genutzt werden können.

Auch die Anwendung mit Wechselstrom als

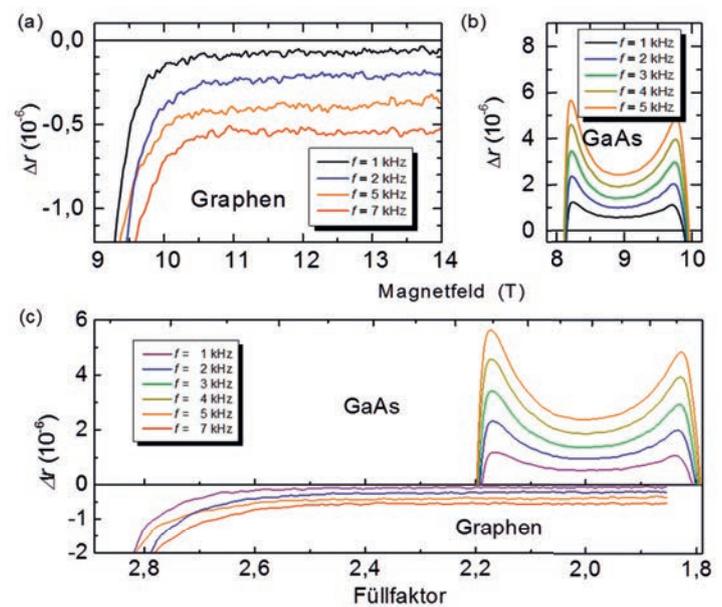


Bild 9: Vergleich des Frequenzgangs von Wechselstrom-QHE-Messungen von Graphen- und GaAs-basierten Proben. Aufgetragen ist im oberen Teil die relative Abweichung vom quantisierten Wert über dem Magnetfeld  $B$  für Frequenzen im Bereich 1 kHz bis 7 kHz. Wegen der unterschiedlichen Ladungsträgerdichten  $n$  beider Proben sind im unteren Teil die gleichen Kurven als Funktion von  $(h/e)(n/B)$  aufgetragen. Diese als Füllfaktor bezeichnete Größe entspricht dem Index  $i$  in der Gleichung für die Hallspannung  $R_H = h/ie^2$ .

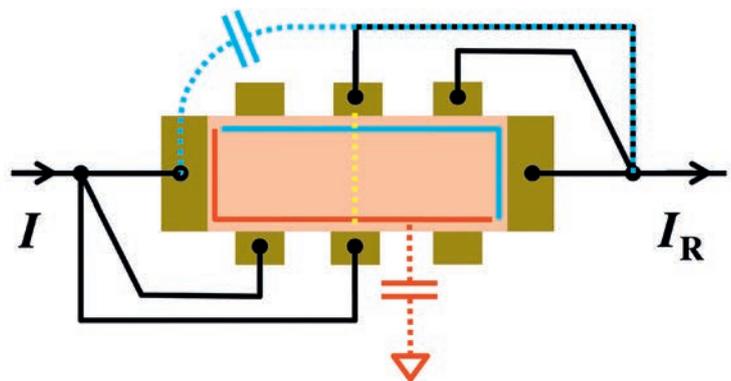


Bild 10: Ströme durch parasitäre verlustbehaftete Kapazitäten führen dazu, dass der gemessene Strom von dem Strom abweicht, der die Hallspannung hervorruft. Der unterschiedliche Beitrag der „blauen“ und der „roten“ Streukapazitäten ist im Text erläutert. Die blauen und roten Linien am Innenrand der Hallprobe kennzeichnen die Probenkanten mit hohem (rot) und niedrigem Potenzial (blau).

Quantennormal der Impedanz wird von den besonderen Eigenschaften von Graphen profitieren. Neben den bereits bei Gleichstrom bestehenden Vorteilen höherer Betriebstemperatur und geringerer Magnetfelder wird die aufgrund der besseren Toleranz gegenüber hohen Messstromstärken mögliche Verringerung der Probengröße das Problem der Frequenzabhängigkeit lösen oder zumindest entspannen.

Das Widerstands- und Impedanznormal der Zukunft könnte dann ein von der Versorgung mit flüssigem Helium unabhängiges System sein, mit dem sich sowohl die Widerstandseinheit Ohm als auch die Kapazitätseinheit Farad auf die Fundamentalkonstanten  $h$  und  $e$  zurückführen ließen.

### Danksagung

Die Autoren danken M. Götz, C.-C. Kalmbach, M. Kruskopf, A. Müller, E. Pesel und K. Pierz aus der Abteilung „Elektrizität“ der PTB Braunschweig für wertvolle Unterstützung und Zusammenarbeit. Teile der hier vorgestellten Arbeit wurden finanziell gefördert im Rahmen des Europäischen Joint Research Project „GraphOhm: Quantum resistance metrology based on graphene (JRP SIB51)“.

### Literatur

- [1] J. Kohlmann und O. Kieler, *Fertigungstechnologie für praxistaugliche Josephson-Spannungsnormale*; R. Behr und B. Smandek, *AC-Quantenvoltmeter für die Industrie*; O. Kieler, *Das pulsgetriebene Josephson-Spannungsnormale*, PTB-Mitteilungen **126**(3) (2016).
- [2] B. P. Kibble, I. A. Robinson und J. H. Belliss, *A Realization of the SI Watt by the NPL Moving-coil Balance*, *Metrologia*, **27**, 173–192 (1990).
- [3] E. Hall, *On a New Action of a Magnet on Electric Currents*, *American Journal of Mathematics* **2**, 287–292 (1879).
- [4] K. von Klitzing, G. Dorda und M. Pepper, *New Method for High-Accuracy Determination of the Fine-Structure Constant Based on Quantized Hall Resistance*, *Phys. Rev. Lett.* **45**, 494–497 (1980).
- [5] G. Weimann, und W. Schlapp, *Molecular Beam Epitaxy of GaAs and AlGaAs for Optoelectronic Devices and Modulation Doped Heterostructures*, Springer Berlin Heidelberg, S. 88–99 (1984).
- [6] P. C. Hohenberg, *Existence of Long-Range Order in One and Two Dimensions*, *Phys. Rev.* **158**, 383–386 (1967).
- [7] K. S. Novoselov, A. Geim, S. V. Morozov, D. Jiang, M. I. Katsnelson, I. V. Grigorieva, S. V. Dubonos, und A. A. Firsov, *Two-dimensional gas of massless Dirac fermions in graphene*, *Nature* **438**, 197–200 (2005).
- [8] Y. Zhang, Y.-W. Tan, H. L. Stormer und P. Kim, *Experimental observation of the quantum Hall effect and Berry's phase in graphene*, *Nature* **438**, 201–204 (2005).
- [9] K. S. Novoselov, Z. Jiang, Y. Zhang, S. V. Morozov, H. L. Stormer, U. Zeitler, J. C. Maan, G. S. Boebinger, P. Kim und A. K. Geim, *Room-Temperature Quantum Hall Effect in Graphene*, *Science* **315**, 1379 (2007).
- [10] M. Woszczyzna, M. Friedemann, M. Götz, E. Pesel, K. Pierz, T. Weimann und F. J. Ahlers, *Precision quantization of Hall resistance in transferred graphene*, *Appl. Phys. Lett.* **100**, 164106 (2012).
- [11] J. A. Alexander-Webber, A. M. R. Baker, T. J. B. M. Janssen, A. Tzalenchuk, S. Lara-Avila, S. Kubatkin, R. Yakimova, B. A. Piot, D. K. Maude und R. J. Nicholas, *Phase Space for the Breakdown of the Quantum Hall Effect in Epitaxial Graphene*, *Phys. Rev. Lett.* **111**, 096601 (2013).
- [12] C. Berger, Z. Song, T. Li, X. Li, A. Y. Ogbazghi, R. Feng, Z. Dai, A. N. Marchenkov, E. H. Conrad, P. N. First und W. deHeer, *Ultrathin epitaxial graphite: 2D electron gas properties and a route toward graphene-based nanoelectronics*, *Journal of Physical Chemistry B* **108**, 19912–19916 (2004).

- [13] C. Riedl, C. Coletti und U. Starke, *Structural and electronic properties of epitaxial graphene on SiC(0 0 0 1): a review of growth, characterization, transfer doping and hydrogen intercalation*, J. Phys. D: Appl. Phys. **43**, 374009 (2010).
- [14] J. Jobst, D. Waldmann, F. Speck, R. Hirner, D. K. Maude, T. Seyller und H. B. Weber, *Quantum oscillations and quantum Hall effect in epitaxial graphene*, Phys. Rev. B **81**, 195434 (2010).
- [15] S. Lara-Avila, K. Moth-Poulsen, R. Yakimova, T. Bjørnholm, V. Fal'ko, A. Tzalenchuk und S. Kubatkin, *Non-Volatile Photochemical Gating of an Epitaxial Graphene/Polymer Heterostructure*, Advanced Materials **23**, 03993 (2011).
- [16] T. J. B. M. Janssen, J. M. Williams, N. E. Fletcher, R. Goebel, A. Tzalenchuk, R. Yakimova und V. I. Fal'ko, *Precision comparison of the quantum Hall effect in graphene and gallium arsenide*, Metrologia **49**(3), 294–306 (2012).
- [17] A. Lartsev, T. Yager, T. Bergsten, A. Tzalenchuk, T. J. B. M. Janssen, R. Yakimova, S. Lara-Avila und S. Kubatkin, *Tuning carrier density across Dirac point in epitaxial graphene on SiC by corona discharge*, Appl. Phys. Lett. **105**, 063106 (2014).
- [18] Y. Yang, L.-I. Huang, Y. Fukuyama, F.-H. Liu, M. Real, P. Barbara, C.-T. Liang, D. B. Newell und R. E. Elmquist, *Low Carrier Density Epitaxial Graphene Devices On SiC*, Small **11**(1), 90–95 (2015).
- [19] N. Fletcher, P. Gournay, B. Rolland, M. Götz, S. Novikov, N. Lebedeva und A. Satrapinski, *Carrier Concentration Adjustment in Epitaxial Graphene QHR Devices Using Photochemical and Chemical Treatment*, Conference on Precision Electromagnetic Measurements, CPEM 2016
- [20] F. Lafont, R. Ribeiro-Palau, D. Kazazis, A. Michon, O. Couturaud, C. Consejo, T. Chassagne, M. Zielinski, M. Portail, B. Jouault, F. Schopfer und W. Poirier, *Quantum Hall resistance standards from graphene grown by chemical vapour deposition on silicon carbide*, Nature Communications **6**, 6806 (2015).
- [21] K. Pierz und M. Kruskopf, *Herstellung von Graphen für die Metrologie*, PTB-Mitteilungen **126**(3), (2016).
- [22] B. P. Kibble und J. Schurr, *A novel double-shielding technique for ac quantum Hall measurement*, Metrologia **45**, L25–L27 (2008).
- [23] C.-C. Kalmbach, J. Schurr, F. J. Ahlers, A. Müller, S. Novikov, N. Lebedeva und A. Satrapinski, *Towards a graphene-based quantum impedance standard*, Appl. Phys. Lett. **105**, 073511 (2014).



# Quantenbasierte Messung und Erzeugung kleiner Stromstärken

Hansjörg Scherer\*, Dietmar Drung\*\*

## 1. Einleitung

Die elektrische Stromstärke (Größensymbol  $I$ ) hat eine metrologische Sonderstellung unter den elektrischen Größen, da ihre Einheit Ampere (Einheitensymbol A) die elektrische Basiseinheit im internationalen Einheitensystem (SI) ist. Die direkte Darstellung des Ampere entsprechend seiner noch gültigen SI-Definition beruht auf der Kraftwirkung zwischen zwei stromdurchflossenen Leitern. Entsprechende experimentelle Realisierungen durch elektromechanische Apparaturen sind allerdings sowohl kompliziert als auch in ihrer Genauigkeit limitiert, sodass darauf beruhende Methoden in der Metrologie praktisch keine Rolle spielen [1]. Praktikable Methoden zur hochgenauen Stromstärkemessung und zur Stromerzeugung beruhen fast immer auf indirekten Verfahren. Meist macht man sich dabei zunutze, dass die Stromstärke mit den elektrischen Größen Spannung und Widerstand über das Ohm'sche Gesetz verknüpft ist und führt die Stromstärke auf diese beiden Größen zurück. Von besonderem Vorteil ist, dass für diese Größen bereits elektrische Quantennormale zur Verfügung stehen, welche die Reproduzierung der entsprechenden Größen unter Rückführung auf die Fundamentalkonstanten  $h$  (Planck'sches Wirkungsquantum) und  $e$  (Elementarladung) mit unübertroffener Genauigkeit erlauben. Auf diese beiden bereits metrologisch etablierten Quantennormale – das Quanten-Spannungsnormale beruhend auf dem Josephson-Effekt und das Quanten-Widerstandsnormale beruhend auf dem Quanten-Hall-Effekt – wird in anderen Artikeln dieses Hefts ausführlich eingegangen.

Der vorliegende Beitrag konzentriert sich auf ein neuartiges Instrument, welches die rückgeführte Messung und Erzeugung von Stromstärken bis hinauf zu  $5 \mu\text{A}$  mit bislang unerreichter Genauigkeit erlaubt. Der damit abgedeckte Bereich kleiner elektrischer Stromstärken (beziehungsweise hochgenauer Messungen und Kalibrierungen in diesem Bereich) ist von wachsender Bedeutung: Neben der Forschung auf dem Gebiet elektrischer Nanostrukturen inklusive Einzelelektronentransport-Schaltungen [2] besteht Bedarf in

der Medizinmesstechnik (beispielweise in Dosimetrie und Brachytherapie), in der Umweltmesstechnik (etwa für Staubkonzentrations- oder Immissionsmessungen), aber auch in der modernen Halbleiterindustrie (Mikro- und Nanoelektronik) oder in der modernen Leuchtmittelindustrie. Die vorgestellten Methoden beruhen auf einem neuartigen handlichen Instrument, einem ultrastabilen rauscharmen Stromverstärker (engl. *Ultrastable Low-noise Current Amplifier*, abgekürzt ULCA), welcher als Strom-Spannungswandler mit überraschenden Eigenschaften ohne den direkten Einsatz von Tieftemperaturmethoden eingesetzt wird [3, 4]. Sein hochstabiler Transferkoeffizient wird dazu rückgeführt auf den Quanten-Hall-Effekt „quantengenau“ kalibriert, und das Spannungssignal wird mit einem auf das Josephson-Spannungsnormale rückgeführten Voltmeter gemessen.

Prinzipiell eröffnet die für die nahe Zukunft geplante Revision des SI mit der Festlegung eines exakten Werts für die Elementarladung  $e$  die Möglichkeit, auf die Frequenz  $f$  rückgeführte Stromstärken gemäß der Beziehung  $I = e \cdot f$  darzustellen [1]. Die dazu notwendigen, in der Entwicklung befindlichen Einzelelektronenpumpen sind jedoch aufgrund der sehr hohen Komplexität bezüglich Fertigungstechnologie und Betrieb noch nicht für den praktischen metrologischen Einsatz ausgereift [5–8]. Die rückgeführte Erzeugung von sub-Nanoampere-Strömen wurde an Metrologieinstituten bislang vorzugsweise mit einem Verfahren durchgeführt, welches auf Kondensatoraufladung mittels einer Spannungsrampe beruht [9–11]. Dabei wurden relative Unsicherheiten von bestenfalls etwa  $10 \mu\text{A}/\text{A}$  erreicht [12], wobei die Genauigkeit durch den Unsicherheitsbeitrag der Frequenzabhängigkeit der Kondensatorkapazität limitiert ist [13]. Das ULCA-Konzept vermeidet diese prinzipielle Begrenzung. Neben weiteren substanziellen praktischen Vorteilen ermöglicht der ULCA die Erzeugung und Messung kleiner Stromstärken mit Unsicherheiten, die um bis zu etwa zwei Größenordnungen kleiner sind als die herkömmlicher Verfahren. Konzept, Charakteristika, Einsatzmöglichkeiten und Ergebnisse erster Anwendungen des ULCA werden im Fol-

\* Dr. Hansjörg Scherer, Arbeitsgruppe 2.61 „SET, Stromstärke und Ladung“, E-Mail: hansjoerg.scherer@ptb.de

\*\* Dr. Dietmar Drung, Fachbereich 7.2 „Kryophysik und Spektrometrie“, E-Mail: dietmar.drung@ptb.de

genden vorgestellt. Alle in diesem Artikel genannten Spezifikationen und Kennzahlen beziehen sich auf die sogenannte „Standardversion“ des ULCA, welche seit Sommer 2016 unter Lizenzvergabe durch die Magnicon GmbH hergestellt und vertrieben wird [14].

## 2. ULCA-Konzept

Der ULCA wurde entwickelt im Rahmen des im Jahr 2015 abgeschlossenen europäischen Metrologieforschungsprojektes „Quantum Ampere“ zum Thema Einzelelektronen-Stromquellen [2]. Ursprünglicher Einsatzzweck des ULCA war die hochgenaue rückgeführte Verstärkung und Messung von elektrischen Stromstärken der Größenordnung 100 pA. Das Prinzip beruht

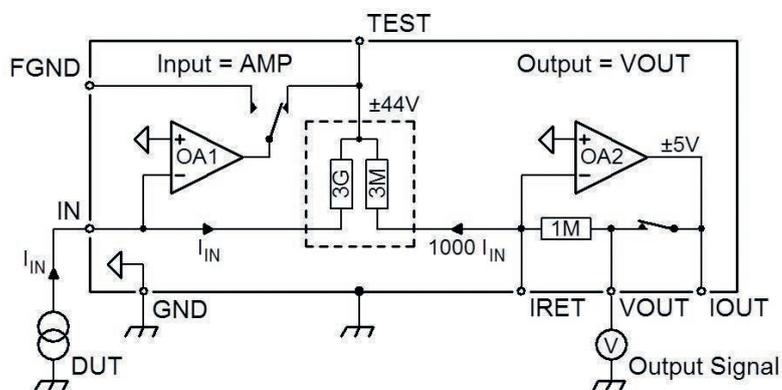


Bild 1: Grundschemata des ULCA für den Betrieb im Elektrometermodus mit Strom-Spannungswandlung im Stromstärkebereich bis 5 nA. Der Eingangsstrom  $I_{IN}$  wird mittels des 3-GΩ/3-MΩ-Widerstandsnetzwerks und OA1 1000-fach verstärkt. Die Ausgangsstufe wandelt den verstärkten Strom über einen internen 1-MΩ-Referenzwiderstand und OA2 in eine Ausgangsspannung um (*Output Signal*). Ausgangsspannungsbereiche sind  $\pm 44$  V für OA1 und  $\pm 5$  V für OA2. Das interne Referenzpotential (offene Dreiecke) ist mit dem Gehäusepotential des ULCA über einen Kurzschlussstecker am GND-Anschluss verbunden. Das Spannungs-Ausgangssignal *Output Signal* ist gleich  $I_{IN} \cdot A_{TR}$ .

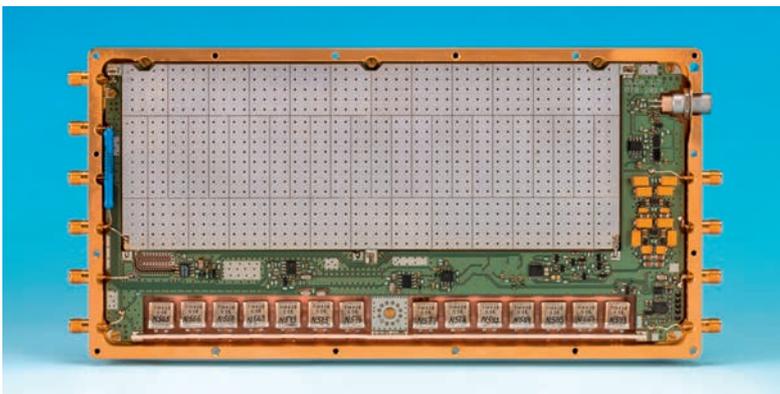


Bild 2: Blick in das geöffnete Kupfergehäuse eines ULCA-Prototyps mit 3-GΩ/3-MΩ-Widerstandsnetzwerk in der Eingangsstufe und 1-MΩ-Widerstand in der Ausgangsstufe (also entsprechend der ULCA-Standardversion) aus dem Jahr 2014. Das Widerstandsnetzwerk der Eingangsstufe (nicht sichtbar) befindet sich unterhalb der silbernen Guardplatine. Der 1-MΩ-Widerstand der Ausgangsstufe ist aufgebaut aus 14 Metallfolienwiderständen, die im Bild oberhalb des unteren Gehäuseendes sichtbar sind. Anschlüsse für die Ein- und Ausgänge des ULCA sind die SMA-Konnektoren (im Bild an der linken und rechten Gehäusesseite).

auf einer Verstärkung des Eingangsstromes mit nachgeschalteter Strom-Spannungswandlung [3]. In Verbindung mit einer externen Spannungsquelle ist der ULCA ebenfalls für die rückgeführte Generierung elektrischer Ströme geeignet. Der bei Stromstärkemessung und -erzeugung jeweils abgedeckte Bereich ist  $\pm 5 \mu\text{A}$ . Der Aufbau des als Transresistenz-Stromverstärker konzipierten Instruments folgt einem zweistufigen Konzept, wobei die erste Stufe (Eingangsstufe) die Verstärkung des Eingangsstromes um einen Faktor  $G_I = 1000$  bewirkt und durch die zweite Stufe (Ausgangsstufe) die Strom-Spannungswandlung über einen Widerstand des Nennwertes  $R_{IV} = 1 \text{ M}\Omega$  erfolgt. Folglich ist die gesamte effektive ULCA-Transresistenz  $A_{TR} = G_I \cdot R_{IV}$  und beträgt nominell 1 GΩ.

Das Grundschemata des ULCA in der Konfiguration für den Betrieb im Elektrometermodus ist in Bild 1 gezeigt. Schlüsselkomponente des ULCA ist das spezielle 3-GΩ/3-MΩ-Widerstandsnetzwerk der Eingangsstufe, bestehend aus etwa 3000 einzelnen NiCr-Dünnschicht-Chipwiderständen mit je 2 MΩ, welches in Verbindung mit Operationsverstärker OA1 den Eingangsstrom  $I_{IN}$  1000-fach verstärkt. Die Ausgangsstufe zur Strom-Spannungswandlung umfasst einen 1-MΩ-Referenzwiderstand, aufgebaut aus mehreren gekapselten Präzisions-Metallfolienwiderständen in Verbindung mit OA2. OA1 und OA2 sind speziell entwickelte Schaltkreise bestehend aus mehreren monolithischen Operationsverstärkern. Sie zeichnen sich aus durch niedriges Eingangsrauschen, sehr hohe Leerlaufverstärkung von deutlich höher als  $10^9$  und Eingangswiderstände  $< 1 \Omega$ .

Bild 2 zeigt das Foto eines ULCA-Prototyps. Zur Gewährleistung hoher Temperaturstabilität ist das Gehäuse aus massivem Kupfer gefertigt. Das 3-GΩ/3-MΩ-Widerstandsnetzwerk ist beidseitig durch Guardplatinen abgedeckt. Der interne 1-MΩ-Referenzwiderstand besteht aus einer vom Hersteller selektierten Auswahl von 14 einzelnen, hermetisch gekapselten Metallfolienwiderständen, im Bild sichtbar oberhalb des unteren Gehäuseendes. Das modulare Platinendesign gestattet eine einfache separate Umrüstung des ULCA mit Widerstandsnetzwerken oder Referenzwiderständen.

Die Spannungsversorgung erfolgt über eine separate Batteriebox. Diese enthält zwei 12-V-Akkus, welche automatisch intermittierend zwischen Lade- und Versorgungszustand geschaltet werden und damit einen unterbrechungsfreien und gleichzeitig vom Versorgungsnetz galvanisch entkoppelten Betrieb über praktisch unbegrenzt lange Zeiträume ermöglichen. Der maximale Betriebsstrom des ULCA beträgt nur 11 mA. Die entsprechend niedrige Verlustleistung bewirkt eine nur geringfügige Erwärmung der ULCA-Elektronik gegenüber der Umgebung. Neben der Minimierung der Eigen-

erwärmung wurde beim ULCA-Design besonders auf Konstanz der Verlustleistung, d. h. insbesondere auf Unabhängigkeit von der Signalstärke geachtet, um Nichtlinearitäten durch thermisches Übersprechen zwischen Eingangs- und Ausgangsstufe zu vermeiden. Dadurch wurde sichergestellt, dass die durch die Verstärkerstufen OA1 und OA2 separat erreichten hohen Verstärkungen auch im praktischen Betrieb mit dem vollständig assemblierten Gerät realisiert werden [15].

Im Normalbetrieb, also im Einsatz als Elektrometer, fungiert der ULCA effektiv als Strom-Spannungswandler eines Eingangstroms  $I_{IN}$ . Im *Voltage-Output-Modus*, gezeigt in Bild 1, wird der interne 1-M $\Omega$ -Widerstand im Rückkoppelkreis der zweiten Verstärkerstufe OA2 genutzt (Output = VOUT), also mit der effektiven totalen Transresistenz  $A_{TR} = 1 \text{ G}\Omega$ . Das mit einem Voltmeter gemessene Spannungs-Ausgangssignal (*Output Signal*) ist  $I_{IN} \cdot A_{TR}$ . Im *Current-Output-Modus* (Output = IOUT), gezeigt in Bild 3, wird dagegen zur Strom-Spannungswandlung ein externer Normalwiderstand  $R_{ext}$  genutzt.

Das Design des Standard-ULCA erlaubt die Wahl des Widerstandes  $R_{ext}$  im Bereich zwischen praktisch null und 100 M $\Omega$ . Auf diese Weise lassen sich effektive Transresistenzen bis hinauf zu 100 G $\Omega$  realisieren. Außerdem kann durch Einsatz eines externen Normalwiderstands, der dem eingebauten 1-M $\Omega$ -Metallfolienwiderstand qualitativ überlegen ist, die Messperformance weiter verbessert werden. Die Umschaltung zwischen den unterschiedlichen Betriebsmodi (Output = VOUT oder IOUT) erfolgt mittels ULCA-interner Schalter, die über Kippschalter an der Batteriebox geschaltet werden.

Der ULCA steht in ein- oder zweikanaliger Ausführung zur Verfügung, wobei die beiden identischen Kanäle der letzteren Variante komplett unabhängig voneinander sind und mit separaten Batterieboxen betrieben werden. Zur Verfolgung der internen Gerätetemperatur ist jeder ULCA-Kanal mit einem Temperatursensor (mit analogem Spannungsausgang *proportional to absolute temperature*, PTAT) ausgestattet. Der typische Transferkoeffizient des Sensors beträgt 1,9 mV/K und wird bei der Initialkalibrierung des ULCA bestimmt. Bei Anwendungen mit besonders hohen Genauigkeitsanforderungen kann damit eine Korrektur von Temperatureffekten über den zuvor kalibrierten Temperaturkoeffizienten von  $A_{TR}$  durchgeführt werden. Weitere Details zum ULCA-Konzept und -Design sind beschrieben in [3].

Fotos der ausentwickelten und kommerzialisierten Version eines zweikanaligen Standard-ULCA mit leitfähig beschichtetem Kupfergehäuse und einer Batteriebox zeigt Bild 4. Der Transportkoffer mit ULCA-Grundgerät und zugehörigem Equipment ist auf dem Foto in Bild 5 abgebildet.

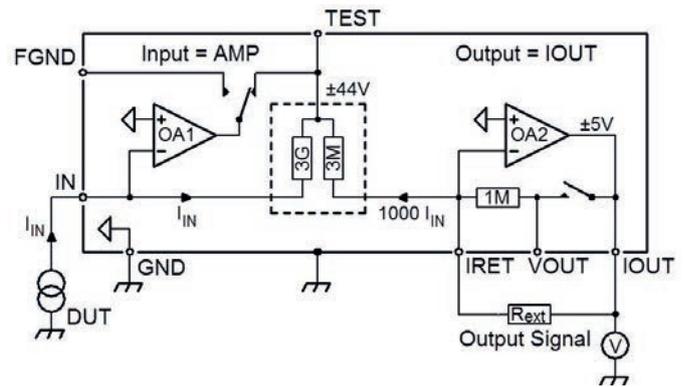


Bild 3: Schema des ULCA-Betriebs im Elektrometermodus mit Strom-Spannungswandlung über einen externen Rückkoppelwiderstand  $R_{ext}$ . (zum Vergleich siehe Bild 1)



Bild 4: Links: Fotos eines zweikanaligen Standard-ULCA mit leitfähig beschichtetem Kupfergehäuse (Vorder- und Rückseite mit SMA-Konnektoren). Rechts: Zugehörige Batteriebox (BatBox) zur unterbrechungsfreien elektrischen Versorgung eines ULCA-Kanals und zur Konfigurierung der Betriebsmodi über zwei Kippschalter. Bezugsquelle: Magnicon GmbH (Hamburg) [14].



Bild 5: ULCA mit Zubehör in Lieferverpackung (Bezugsquelle: Magnicon GmbH (Hamburg) [14]). In der als Transportkoffer gestalteten Box enthalten sind ULCA-Grundgerät (ein- oder zweikanalig), Batteriebox(en) und zugehörige Netzteil(e), Verbindungskabel inklusive rauscharme Anschlusskabel für den ULCA-Stromeingang, Tiefpass und Spannungsteiler in SUCO-Boxen, Temperatur-Datenlogger, Box mit weiterem Zubehör (inklusive SMA-BNC-Adaptoren) sowie eine Bedienungsanleitung.

Tabelle 1:  
Die wichtigsten ULCA-Kennzahlen und -Spezifikationen auf einen Blick. Messunsicherheiten sind Standardunsicherheiten ( $k = 1$ ). Auf die unterschiedlichen Eingangsbereichsbereiche beziehungsweise die Betriebsmodi *normal mode* und *extended mode* wird in Abschnitt 5 eingegangen.

ULCA-Spezifikationen (Standardversion)	
Effektive Transresistenz $A_{TR}$	1 G $\Omega$ (1000 $\times$ 1 M $\Omega$ )
Temperaturkoeffizient von $A_{TR}$	0,2 $\mu\Omega/\Omega$ pro Kelvin (typisch)
Langzeitstabilität von $A_{TR}$	besser als 5 $\mu\Omega/\Omega$ pro Jahr
Kurzzeitfluktuationen von $A_{TR}$	0,1 $\mu\Omega/\Omega$ über eine Woche (typisch)
Eingangsbereich $I_{IN}$	$\pm 5$ nA ( <i>normal mode</i> ), $\pm 5$ $\mu$ A ( <i>extended mode</i> )
Eingangsimpedanz	$< 1$ $\Omega$ ( <i>normal mode</i> ), $< 1$ m $\Omega$ ( <i>extended mode</i> )
Eingangsrauschen ( $f < 1$ Hz)	2,4 fA/ $\sqrt{\text{Hz}}$
1/f-Eckfrequenz	$< 1$ mHz
Einschwingverhalten	Abweichung vom Endwert $< 0,1$ $\mu$ A/A nach etwa 3 s
Kalibrierunsicherheit von $A_{TR}$	$< 0,1$ $\mu\Omega/\Omega$ (bei Kalibrierung mit PTB-CCCs)

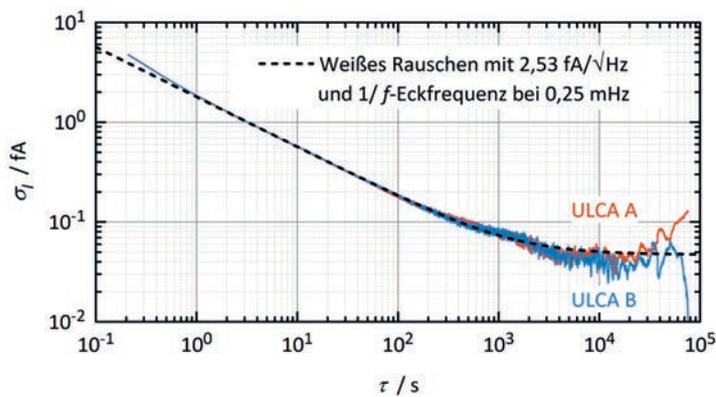


Bild 6: Allan deviation-Plot des Eingangsbereichsrauschens von zwei Standard-ULCAs. Die gestrichelte Linie entspricht weißem Rauschen mit 2,53 fA/ $\sqrt{\text{Hz}}$  (Rauschbeiträge von ULCA und Voltmeter) und einer 1/f-Eckfrequenz bei 0,25 mHz (entsprechend  $\tau = 4000$  s).

Tabelle 2:  
Auflistung der erreichbaren Messunsicherheiten des Standard-ULCA im Elektrometereinsatz gemäß Bild 3 in Abhängigkeit von der Eingangsbereichsstärke und der Messzeit. Die berechneten Werte für die Messzeiten beruhen auf dem effektiven Eingangsbereichsrauschen von 2,4 fA/ $\sqrt{\text{Hz}}$ , wobei wegen zu verwerfender Transienten (z. B. nach Stromumpolungen) von einer 80-prozentigen Datennutzung ausgegangen wurde. Messunsicherheiten sind Standardunsicherheiten ( $k = 1$ ). Die angegebenen Ausgangsspannungen entsprechen dem spannungsgewandelten ULCA-Ausgangssignal (*Output Signal* in Bild 3).

Stromstärke $I_{IN}$	Relative (absolute) Messunsicherheit	Gesamtmesszeit für „ $I_{IN} \pm$ “ („ $I_{IN}$ an/aus“)	Ausgangsspannung
1 nA	1 $\mu$ A/A (1 fA)	$< 1$ min	1 V
	0,1 $\mu$ A/A (100 aA)	6 min (24 min)	
100 pA	1 $\mu$ A/A (100 aA)	6 min (24 min)	100 mV
	0,1 $\mu$ A/A (10 aA)	10 h (40 h)	
10 pA	10 $\mu$ A/A (100 aA)	6 min (24 min)	10 mV
	1 $\mu$ A/A (10 aA)	10 h (40 h)	
1 pA	10 $\mu$ A/A (10 aA)	10 h (40 h)	1 mV

### 3. ULCA-Kennzahlen und Charakteristika

Besonders wichtige Kennzeichen des ULCA sind – entsprechend der Reihung im Namen – zum einen höchste Stabilität der über den gesamten Aussteuerbereich praktisch konstanten Transresistenz [16] und zum anderen ein niedriger Rauschpegel. Darüber hinaus besitzt der ULCA noch zahlreiche andere hervorragende Eigenschaften und Alleinstellungsmerkmale, die hier in kurzer Form resümiert sind (siehe auch Tabelle 1). Alle im Folgenden genannten Messunsicherheiten sind Standardunsicherheiten ( $k = 1$ ). Weitere Details und Informationen sind in ausführlicher Form dargestellt in [3].

Wie im folgenden Abschnitt 4 näher diskutiert wird, beträgt die Änderung der effektiven totalen Transresistenz  $A_{TR}$  des Standard-ULCA über den Zeitraum eines Jahres typischerweise nur wenige  $\mu\Omega/\Omega$ . Damit ist der ULCA kommerziell erhältlichen *state-of-the-art*-Kleinstrominstrumenten (Quellen oder Meter) um rund zwei Größenordnungen überlegen. Kurzzeitfluktuationen von  $A_{TR}$  über den Zeitraum von einer Woche sind typischerweise kleiner als 0,1  $\mu\Omega/\Omega$ . Der Temperaturkoeffizient von  $A_{TR}$  liegt deutlich unterhalb von 1  $\mu\Omega/\Omega$  pro Kelvin, und die Eingangsimpedanz des ULCA ist kleiner als 1  $\Omega$  [15]. Das effektive Eingangsbereichsrauschen im Frequenzbereich unterhalb von  $f = 1$  Hz beträgt 2,4 fA/ $\sqrt{\text{Hz}}$ , und die 1/f-Eckfrequenz ist mit  $< 1$  mHz extrem niedrig (Bild 6).

Der Eingangsbereich des Standard-ULCA beträgt  $\pm 5$  nA im sogenannten *normal mode* und  $\pm 5$   $\mu$ A im *extended mode*; auf diese beiden unterschiedlichen Betriebsmodi wird in Abschnitt 5 näher eingegangen. Das Einschwingverhalten des ULCA ist hervorragend: Nach nur etwa 3 s ist die relative Abweichung vom Endwert kleiner 0,1  $\mu$ A/A [3]. Die Kalibrierung der Transresistenz  $A_{TR}$  kann, wie in Abschnitt 4 dieses Artikels dargestellt, in der PTB innerhalb eines Tages mit einer kombinierten Unsicherheit von deutlich weniger als 0,1  $\mu\Omega/\Omega$  durchgeführt werden.

Tabelle 2 beleuchtet die Elektrometereigenschaften des ULCA in dem für viele praktische Zwecke interessanten Stromstärkebereich von 1 pA bis 1 nA. Aufgelistet sind in Abhängigkeit von der Messzeit erreichbare Messunsicherheiten. Die beiden unter „Messzeit“ jeweils angegebenen Werte beziehen sich dabei auf zwei unterschiedliche Methoden, die bei Strommessungen zur Unterdrückung von Offsetstrom beziehungsweise -drift angewendet werden: Der erste Wert entspricht jeweils einer Messung, bei der der Eingangsbereichsstrom  $I_{in}$  wiederholt umgepolt wird ( $I_{in} \pm$ ), der zweite dagegen einer Messung, bei der der Eingangsbereichsstrom  $I_{in}$  wiederholt an- und ausgeschaltet wird ( $I_{in}$  an/aus). Zu verwerfende

Transienten, die gegebenenfalls durch Signalumschaltungen auftreten, sind dabei durch eine Verringerung der in der Gesamtmesszeit akquirierten Daten berücksichtigt: In Tabelle 2 wird von einer 80-prozentigen Datennutzung (also 20 % verworfenen Messdaten) ausgegangen. Die angegebenen Ausgangsspannungen entsprechen dem spannungsgewandelten ULCA-Ausgangssignal (*Output Signal* in Bild 3).

Die exzellenten Elektrometereigenschaften spiegeln sich in den geringen Messunsicherheiten beziehungsweise kurzen Messzeiten wider: Beispielsweise ist die hervorragend kleine Messunsicherheit von nur  $1 \mu\text{A/A}$  bei  $100 \text{ pA}$  Eingangsstrom (vgl. dazu [12]) auch bei ungünstigen Messbedingungen ( $I_{\text{in}}$  an/aus) innerhalb von weniger als einer halben Stunde Gesamtmesszeit erzielbar. In diesem Zeitraum spielen Änderungen der ULCA-Transresistenz durch Kurzzeitfluktuationen oder Drift praktisch keine Rolle.

#### 4. Kalibrierung des ULCA mittels Kryostromkomparator

Kalibrierungen des ULCA werden in der PTB auf höchstem Präzisionsniveau mit einem eigens für diesen Zweck entwickelten Kryostromkomparator-System durchgeführt [4], welches in Bild 7 gezeigt ist. Das Prinzip des Kryostromkomparators (engl. *cryogenic current comparator*, abgekürzt CCC) ermöglicht die Darstellung von Stromstärkeverhältnissen mit fundamentaler Genauigkeit und damit auch die hochgenaue Rückführung von Widerständen auf Normalwiderstände beziehungsweise auf den Quanten-Hall-Widerstand. Der an der PTB für die ULCA-Kalibrierung entwickelte und routinemäßig eingesetzte 14-bit-Komparator besitzt insgesamt mehr als 18 000 Windungen, die in Spulenpakete mit binärer Windungszahl aufgeteilt sind.

Eingangs- und Ausgangsstufe eines ULCA werden separat in zwei Schritten kalibriert, so wie in Bild 8 schematisch gezeigt. Bei der Kalibrierung der stromverstärkenden Eingangsstufe wird der Verstärkungsfaktor  $G_I$  mit dem Nominalwert 1000 mit einem Windungszahlverhältnis des Stromkomparators von  $N_1:N_2 = 16\,000:16$  bei entsprechenden Stromstärken  $I_1:I_2 \approx N_2:N_1 \approx 13 \text{ nA}:13 \mu\text{A}$  kalibriert. Die Kalibrierung der Ausgangsstufen-Transresistenz  $R_{IV}$  mit dem Nominalwert  $1 \text{ M}\Omega$  erfolgt durch Vergleich mit einem Normalwiderstand  $R_1$ , der auf den Quanten-Hall-Widerstand rückgeführt ist. Beide Kalibrierschritte können mit dem 14-bit-CCC innerhalb eines Tages durchgeführt werden.

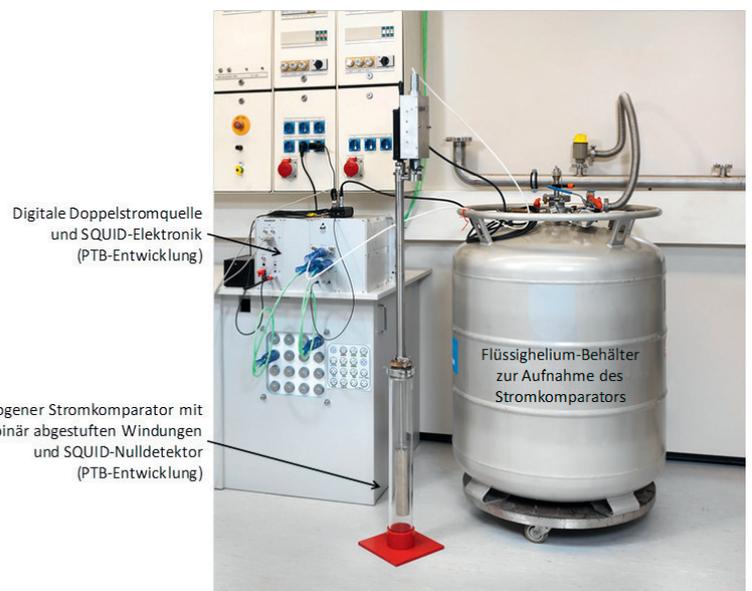
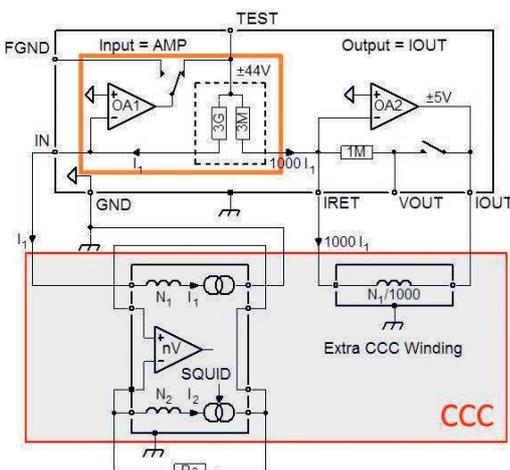


Bild 7: Elemente des CCC-Systems zur Kalibrierung des ULCA mit höchster Genauigkeit. Die zentralen Elektronikkomponenten, also die digitale Doppelstromquelle sowie das als Nulldetektor eingesetzte SQUID-System (SQUID = *superconducting quantum interference device*), sind PTB-Entwicklungen, ebenso wie der Komparator mit mehr als 18 000 binär aufgeteilten Windungen.

Kalibrierung der ULCA-Eingangsstufe:



Kalibrierung der ULCA-Ausgangsstufe:

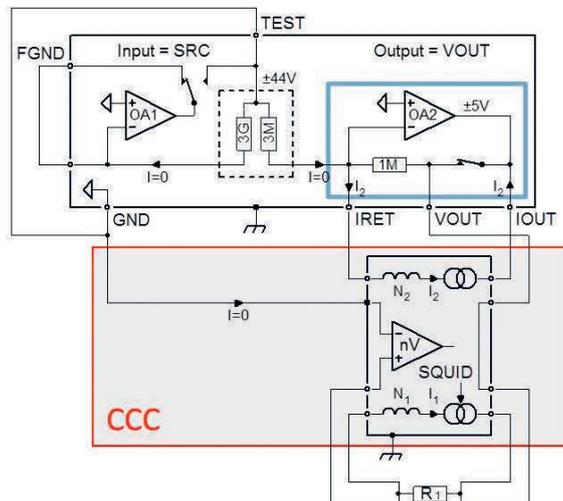


Bild 8: Verfahrensschema zur Kalibrierung von Eingangs- (links) und Ausgangsstufe (rechts) eines ULCA mittels Kryostromkomparator (CCC) in zwei separaten Schritten.

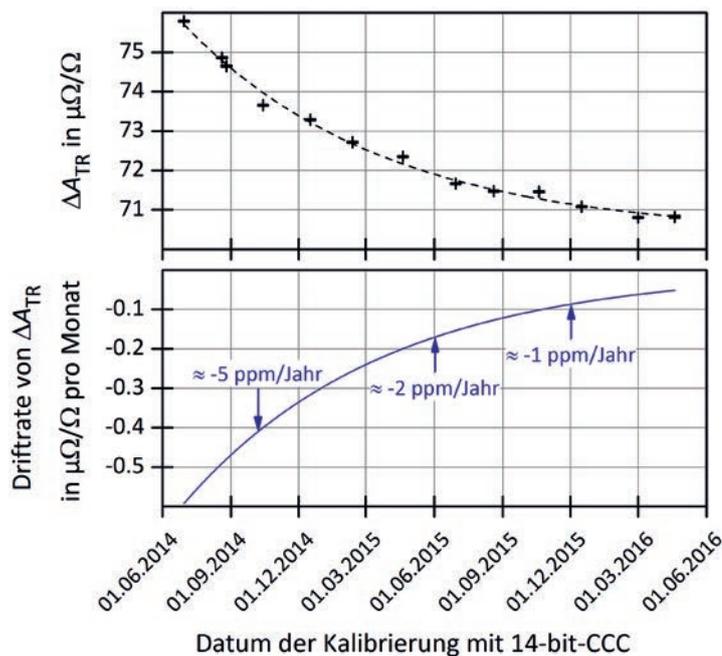


Bild 9: Historie der Kalibrierergebnisse für die totale effektive Transresistenz eines Standard-ULCA, oben dargestellt als Abweichungen vom Nominalwert ( $\Delta A_{TR} = A_{TR}/1 \text{ G}\Omega - 1$ ). Der Verlauf der Kalibrierwerte über etwa zwei Jahre zeigt das typische exponentielle Einlaufverhalten (gestrichelt eingezeichnet). Das untere Panel zeigt den daraus abgeleiteten zeitlichen Verlauf der Driftrate für  $\Delta A_{TR}$ .

Die kombinierte Kalibrierunsicherheit für die effektive Transresistenz  $A_{TR} = G_I \cdot R_{IV}$  des ULCA beträgt dabei typischerweise  $0,02 \mu\Omega/\Omega$ . Weitere Details zur Kalibrierung mit dem 14-bit-CCC sind in der Literatur dargestellt [3, 4].

Die Historie der Kalibrierergebnisse für einen Standard-ULCA über einen Zeitraum von etwa zwei Jahren ist in Bild 9 dargestellt.

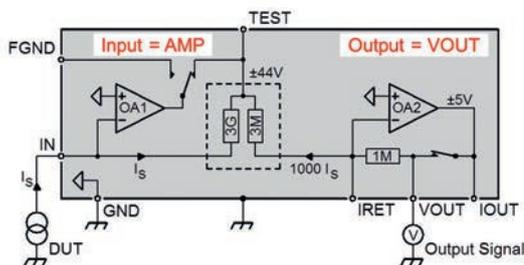
Das erkennbare exponentielle Einlaufverhalten der Transresistenz  $A_{TR}$  kann auf der Grundlage von Langzeituntersuchungen an bislang insgesamt 6 ULCA-Kanälen als typisch angesehen werden. Dieses Verhalten spiegelt möglicherweise „Erholungsprozesse“ in den Widerständen der Eingangs- und Ausgangsstufe nach thermischen Belastungen in deren Herstellungsprozess und der Platinenassemblierung wider. Wie das untere Panel in Bild 9 zeigt, betrug der Wert der zeitlich abklingenden Driftrate von  $A_{TR}$  etwa ein Jahr nach der Assemblierung des ULCA weniger als  $2 \mu\Omega/\Omega$  pro Jahr und war nach 18 Monaten auf etwa  $1 \mu\Omega/\Omega$  pro Jahr abgefallen. Gestützt auf die Beobachtungen an dem gesamten bislang verfügbaren Geräteensemble kann generalisierend und sehr konservativ davon ausgegangen werden, dass die Langzeitstabilität der Transresistenz  $A_{TR}$  eines Standard-ULCA ein Jahr nach Assemblierung betragsmäßig einer Driftrate von weniger als  $5 \mu\Omega/\Omega$  pro Jahr entspricht und nach zwei Jahren auf weniger als  $2 \mu\Omega/\Omega$  pro Jahr abfällt. Diesbezüglich ist der ULCA den besten bislang kommerziell verfügbaren Pikoamperemetern um rund eine Größenordnung überlegen [11].

Das typischerweise sehr kleine und zudem monoton abfallende Driftverhalten von  $A_{TR}$  zeichnet den ULCA in besonderer Weise aus, da es die Anforderungen an notwendige Nachkalibrierungen im praktischen Einsatz wesentlich entspannt. Die Länge von Kalibrierintervallen wird durch die Genauigkeit bestimmt, die durch die jeweilige Anwendung gefordert ist. Die hohe Stabilität der Transresistenz  $A_{TR}$  bezüglich Temperaturzyklen und mechanische Erschütterungen zeigte sich bereits im Einsatz des ULCA als Transfernromal, worauf in [15] und in Abschnitt 6.3 dieses Artikels noch näher eingegangen wird.

### 5. Einsatz- und Betriebsmodi des ULCA

Das ULCA-Konzept zeichnet sich in der Praxis besonders durch erhebliche Flexibilität bezüglich möglicher Einsatzzwecke und -bereiche aus. Wie bereits erwähnt, kann der Standard-ULCA sowohl als Kleinstrommeter als auch als Kleinstromquelle eingesetzt werden, und dies jeweils in zwei Stromstärkebereichen. Diese insgesamt vier unterschiedlichen Modi erfordern jeweils unterschiedliche Konfigurationen und Beschaltungen des ULCA, die in diesem Abschnitt erläutert werden. Weitere Details sind nachlesbar in [3], [16] und [17].

ULCA im Elektrometerbetrieb ( $I \leq 5 \text{ nA}$ ):



ULCA im Stromquellenbetrieb ( $I \leq 5 \text{ nA}$ ):

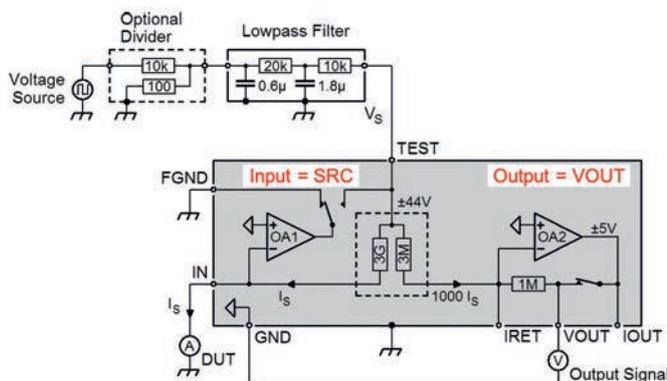


Bild 10: Standard-ULCA zur Strommessung (oben) und Stromerzeugung (unten) im Stromstärkebereich bis  $\pm 5 \text{ nA}$  unter Ausnutzung der Transresistenz  $A_{TR} = 1 \text{ G}\Omega$  (normal mode). Die roten Beschriftungen beziehen sich auf die jeweilige Konfiguration der Eingangs- und Ausgangsstufe, die über Schalter an der Batteriebox gewählt werden. Im Betrieb als Stromgenerator (unten) wird das IN-Potential (hier: Stromausgang) über OA1 virtuell auf GND gelegt, sodass eine eventuelle Bürdenspannung des DUT keinen Effekt auf den erzeugten Strom  $I_s$  hat. Weitere Erläuterungen siehe Text.

### 5.1. ULCA im *normal mode* für Stromstärken im Bereich $\pm 5$ nA

Im Stromstärkebereich bis 5 nA wird der Standard-ULCA unter Ausnutzung seiner vollen Transresistenz  $A_{TR} = 1$  G $\Omega$  betrieben, bezeichnet als *normal mode*. Der Betrieb im Elektrometermodus mit Strom-Spannungswandlung (originärer Einsatzzweck des ULCA, erfolgt in der in Bild 10 (oben) gezeigten Konfiguration. Der ULCA wandelt den aus einer Stromquelle (DUT = *device under test*) gespeisten Eingangsstrom  $I_S$  in die ULCA-Ausgangsspannung *Output Signal* =  $I_S \cdot A_{TR}$ . Die Ausgangsspannung wird mit einem hochauflösenden Voltmeter rückgeführt gemessen.

Der Betrieb des ULCA als Kleinstromquelle (in Bild 10 unten gezeigt) erfordert zusätzlich eine Spannungsquelle „*Voltage Source*“, die über einen Tiefpass und gegebenenfalls zusätzlich über einen Spannungsteiler an den „TEST“-Anschluss des ULCA angeschlossen wird. Die effektiv über der Transresistenz  $A_{TR}$  abfallende Spannung *Output Signal* wird mit einem Voltmeter differentiell zwischen den Anschlüssen VOUT und GND abgegriffen. Der ULCA generiert am Stromausgang (Anschluss IN) einen Strom der Stärke  $I_S = \text{Output Signal} / A_{TR}$ , der mit einem Elektrometer (DUT) gemessen werden kann.

### 5.2. ULCA im *extended mode* für Stromstärken zwischen 5 nA und 5 $\mu$ A

Im Stromstärkebereich zwischen  $\pm 5$  nA und  $\pm 5$   $\mu$ A wird nur die Transresistenz der Ausgangsstufe ( $R_{IV} = 1$  M $\Omega$  beim Standard-ULCA) genutzt. Dieser Betriebsmodus wird als *extended mode* bezeichnet.

Der Betrieb im Elektrometermodus ohne Verwendung der stromverstärkenden Eingangsstufe ist in Bild 11 (oben) gezeigt. Der ULCA wandelt den aus einer Stromquelle (DUT) gespeisten Eingangsstrom  $I_S$  in die ULCA-Ausgangsspannung  $-I_S \cdot R_{IV}$ , die mit einem hochauflösenden Voltmeter rückgeführt gemessen wird.

Der Betrieb des ULCA als Kleinstromquelle im *extended mode* erfolgt gemäß dem in Bild 11 (unten) gezeigten Schema. Der ULCA generiert einen Strom der Stärke  $I_S$  entsprechend der effektiv über  $R_{IV}$  abfallenden Spannung, welche mit dem Voltmeter differentiell zwischen den Anschlüssen VOUT und GND abgegriffen wird.

## 6. Anwendungen des ULCA: erste Beispiele aus der Praxis

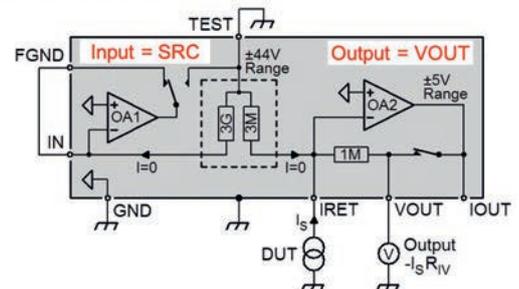
Die zahlreichen Einsatzmöglichkeiten und Vorzüge des ULCA werden exemplarisch anhand einiger Anwendungsbeispiele aus der Praxis vorgestellt. Auf entsprechende Originalpublikationen wird im Text verwiesen.

### 6.1. Messung von Einzelelektronen-Strömen

Jüngste Fortschritte auf dem Gebiet der Einzelelektronen-Schaltungen (*Single Electron Transport* = SET) erlauben die Erzeugung von Stromstärken in der Größenordnung von 100 pA mit Unsicherheiten entsprechend 1  $\mu$ A/A und besser [5, 6]. Damit sind sogenannte SET-Pumpen Kandidaten für die Realisierung eines zukünftigen Quanten-Stromnormals [1, 5, 8].

In der PTB ist mittels Einsatz des ULCA als Pikoamperemeter kürzlich ein messtechnischer Durchbruch in der SET-Forschung gelungen – die Quantisierung des von einer SET-Pumpe gelieferten Stromes wurde mit bislang unerreichter Exaktheit nachgewiesen: Innerhalb der relativen Messunsicherheit von nur 0,2  $\mu$ A/A stimmte die Stromstärke von etwa 87 pA mit dem erwarteten quantisierten Wert  $e \cdot f$  überein [18]. Dies bedeutet eine Verbesserung der Unsicherheit um etwa einen Faktor fünf gegenüber zuvor erzielten Ergebnissen weltweit. Außerdem übertraf die erreichte Genauigkeit des erzeugten „Quanten-Stromes“ erstmals nachweislich die der „klassischen“ Ampere-Realisierung im SI-Einheitensystem [1].

ULCA im Elektrometerbetrieb ( $5$  nA  $\leq I \leq 1$   $\mu$ A):



ULCA im Stromquellenbetrieb ( $5$  nA  $\leq I \leq 1$   $\mu$ A):

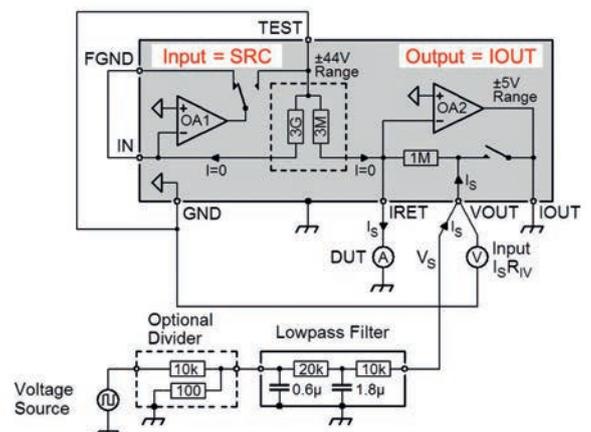


Bild 11: Standard-ULCA zur Strommessung (oben) und Stromerzeugung (unten) im Stromstärkebereich  $\pm 5$  nA bis  $\pm 5$   $\mu$ A unter Ausnutzung der Transresistenz der Ausgangsstufe  $R_{IV} = 1$  M $\Omega$  (*extended mode*), also ohne Verwendung der stromverstärkenden Eingangsstufe. Die roten Beschriftungen beziehen sich auf die jeweilige Konfiguration der Eingangs- und Ausgangsstufe, die über Schalter an der Batteriebox gewählt werden. Weitere Erläuterungen siehe Text.

## 6.2. Kalibrator für Kleinstrommessgeräte und -quellen

Wie bereits in der Einleitung erwähnt, sind Kalibrierungen von Kleinstrominstrumenten neben dem forschungsnahen Einsatz auch von wachsender Bedeutung für zahlreiche industrie- und anwendungsnahe Felder. Von besonderer Bedeutung sind dabei stabile und praktikable rückführbare Methoden, die insbesondere ohne den Einsatz von Kryotechnik auskommen. Neben den einleitend bereits genannten Beispielen gilt dies auch für biotechnologische Anwendungen, so unter anderem für Pikoampere-Messtechnik, welche in DNA-Sequenzern oder für die Untersuchung von Ionenleitungsprozessen in organischen Substanzen verwendet wird [19]. In der Umweltmesstechnik beruht beispielsweise die Gassensorik auf fA-Stromstärkesmesstechnik, ebenso wie die Konzentrationsmessung von Aerosol-Nanopartikeln. Zur Kalibrierung von Kondensationspartikelzählern haben einige führende Nationale Metrologieinstitute (NMIs) bereits nationale Normale eingeführt, die auf sogenannten *Faraday-Cup-Aerosol-Elektrometern* beruhen [20]. Schlüsselkomponente hierbei sind fA-Elektrometer, deren Kalibrierunsicherheit bislang typischerweise auf einige Teile in 1000 begrenzt ist. Quantitative Verbesserungen der Elektrometrie haben somit auch direkte Auswirkungen auf Bereiche der Umweltmesstechnik, die zugunsten des Umweltschutzes mit ständig steigenden Anforderungen, entsprechenden gesetzlichen Regulierungen und internationalen Harmonisierungen verbunden sind.

Ein Beispiel für einen typischen Messaufbau, bei dem der ULCA als Stromgenerator für die Kali-

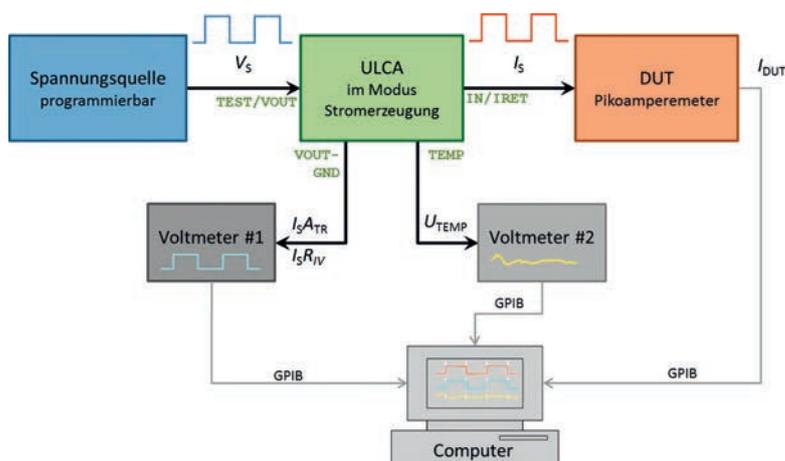


Bild 12: Schematischer Aufbau zur Kalibrierung von Elektrometern. Der ULCA wird als Kalibrator im Stromquellenbetrieb eingesetzt. Voltmeter #1 misst die über der ULCA-Transresistenz abfallende Spannung  $I_S \cdot A_{TR}$  (bzw.  $I_S \cdot R_{IV}$  im *extended mode*). Voltmeter #2 liest die Spannung am internen ULCA-Temperatursensor aus, was die Korrektur von Temperatureffekten bei Kalibrierungen mit höchsten Genauigkeitsanforderungen erlaubt. Die Versuchssteuerung und Datenaufnahme erfolgt computergestützt. Die Auswertung der Kalibrierung erfolgt durch Vergleich der Kalibrierstromstärke  $I_S$  mit der vom DUT angezeigten Stromstärke  $I_{DU}$

brierung eines Elektrometers (Pikoamperemeters) eingesetzt wird, ist in Bild 12 gezeigt.

Wie in [17] gezeigt wird, ermöglicht der Einsatz des ULCA als Kalibratorstromquelle oder -meter eine Steigerung der Kalibriergenauigkeiten im Bereich von Kleinstrominstrumenten, welche bislang verwendete Verfahren um bis zu etwa zwei Größenordnungen übertrifft [12]. Gepaart mit seiner hohen Flexibilität, Praktikabilität und Stabilität macht dies den ULCA besonders interessant für Kalibrierdienstleister und industrielle Kalibrierlaboratorien.

Neben der rückführbaren Messung und Erzeugung kleiner Ströme erlaubt der ULCA auch die Kalibrierung hochohmiger Widerstände im M $\Omega$ - und G $\Omega$ -Bereich auf höchstem Genauigkeitsniveau, so wie im folgenden Abschnitt 6.3 kurz diskutiert. Nähere Details sind in [3] und [15] beschrieben.

## 6.3. Transfornormal für kleine Stromstärken und hohe Widerstände

Im Rahmen des kürzlich abgeschlossenen europäischen Metrologieforschungsprojektes „*Quantum Ampere*“ [2] wurde der Prototyp eines zweikanaligen Standard-ULCA für unterschiedliche Vergleichsmessungen an zwei Instituten außerhalb der PTB erfolgreich als Transfornormal für kleine Stromstärken eingesetzt, wobei beide Kanäle jeweils vorher und nachher in der PTB mittels 14-bit-CCC kalibriert wurden. Die Ergebnisse dieser Vergleiche sind hier kurz zusammengefasst und im Detail veröffentlicht in [15].

Nach vorbereitenden Kalibrierungen an der PTB wurde der ULCA per Luftfracht zum *National Physical Laboratory* (NPL, das NMI des Vereinigten Königreichs) gesandt. Dort wurde er zur Messung unterschiedlicher Hochohm-Widerstände eingesetzt, welche zuvor mit dem CCC-System des NPL kalibriert worden waren. Die Ergebnisse dieses Vergleichs sind in Bild 13 (links) dargestellt, wobei die roten und blauen Symbole mit kleinen Unsicherheitsbalken die ULCA-Kalibrierungen in der PTB darstellen. Man erkennt eine gute Übereinstimmung im Rahmen der durch die Hochohm-Kalibriereinrichtung des NPL bedingten Standardunsicherheiten (braune Symbole). Einige Wochen später wurde derselbe ULCA auf dem Landweg zum französischen Metrologieinstitut *Laboratoire national de métrologie et d'essais* (LNE) gesandt. Hier wurde er zur Erzeugung von Referenzströmen eingesetzt, die mit dem CCC-basierten Stromverstärker des LNE gemessen wurden. Auch die Ergebnisse dieses Vergleichs, in Bild 13 (rechts) dargestellt, stimmten im Rahmen der Messunsicherheit des CCC-Stromverstärkers (graue Symbole) sehr gut überein.

Die erzielten Ergebnisse, beruhend auf Stromstärkemessungen im Bereich zwischen 0,16 nA und 13 nA [15], waren bezüglich der Messunsicherheiten von etwa 1  $\mu\text{A}/\text{A}$  rund eine Größenordnung besser als alle jemals zuvor durchgeführten internationalen Vergleiche im Bereich kleiner Stromstärken [11]. Dies ist eine Folge der überlegenen Stabilitätseigenschaften des ULCA, die ihn insbesondere als Transfornormal ausgezeichnet geeignet machen. In diesem Zusammenhang sei darauf hingewiesen, dass der ULCA während des Lufttransports zwischen PTB und NPL deutlichen Temperaturänderungen zwischen 23 °C und 8 °C ausgesetzt war, welche jedoch nur kleine Änderungen der totalen Transresistenzen beider Kanäle von jeweils weniger als  $\pm 0,5 \mu\Omega/\Omega$  bewirkten (vergleiche in Bild 13 die PTB-Kalibrierungen in den Wochen 1 und 3 vor und nach den NPL-Messungen). Wie Bild 13 ebenfalls zeigt, war unter schonenderen Transportbedingungen wie im Falle des Transports zwischen PTB und LNE (bei Normaltemperatur zwischen den Wochen 8 und 12) keinerlei Beeinträchtigung der zeitlichen Stabilität außerhalb der in Abschnitt 3 genannten Spezifikationen erkennbar.

Die ausgezeichnete Stabilität des ULCA als Transfornormal wurde zwischenzeitlich in weiteren Luftfrachttransporten zwischen der PTB und dem finnischen Metrologieinstitut VTT/MIKES bestätigt – die beobachteten Änderungen der Transresistenz betragen hier weniger als 0,1  $\mu\Omega/\Omega$ .

## 7. Zusammenfassung und Ausblick

Der in diesem Artikel vorgestellte *Ultrastable Low-noise Current Amplifier* (ULCA) ist ein extrem leistungsfähiges Instrument für die hochgenaue rückgeführte Messung und Erzeugung von kleinen elektrischen Stromstärken. Seine herausragenden Eigenschaften machen ihn überlegen gegenüber bisher in der Kleinstrommetrologie verwendeten Referenzmethoden und -instrumenten [9, 11]. Der ULCA als Transresistenzverstärker (Strom-Spannungswandler) zeichnet sich besonders durch höchste Konstanz und Stabilität des Transferkoeffizienten aus, der zudem mittels eines Kryostromkomparators extrem genau auf das Quanten-Widerstandsnormal zurückgeführt werden kann [3, 4]. In Verbindung mit einem auf das Quanten-Spannungsnormal rückgeführten Voltmeter ermöglicht er daher „quantengenaue“ Metrologie im Bereich kleiner Ströme. In zahlreichen Anwendungsfeldern, besonders im Bereich der Kalibrierung von Elektrometern, Pikoamperemetern und Kleinstromquellen, werden durch den ULCA signifikante und substanzielle Verbesserungen möglich, die sich in einer Genauigkeitssteigerung von bis zu etwa zwei Größenordnungen auswirken [11, 12]. Beispielsweise ermöglicht der ULCA im

Elektrometerbetrieb die Messung einer Stromstärke von 100 pA mit einer relativen Gesamtunsicherheit von 0,1  $\mu\text{A}/\text{A}$  innerhalb akzeptabler Mittelungszeiten von weniger als einem Tag. Neben seiner herausragenden Präzision und Genauigkeit bietet der ULCA zudem die Vorteile hoher Flexibilität, leichter Bedienbarkeit und Stabilität im praktischen Einsatz.

Auch für zahlreiche neue und zukünftige Anwendungen bietet der ULCA großes Potenzial, so zum Beispiel durch die Möglichkeit der Erzeugung zeitlich modulierter Stromstärken. Auf dem hochaktuellen Feld der Einzelelektronenphysik beziehungsweise der Entwicklung von Einzelelektronenpumpen stellt der ULCA bereits jetzt das herausragende *state-of-the-art*-Messinstrument dar [18]. In Kombination mit einer selbstreferenzierter Einzelelektronenpumpe [7, 8] bietet der ULCA die vielversprechende Möglichkeit zur Realisierung des „Quantenmetrologischen Dreiecks“ [21] mit verbesserter Genauigkeit [4]. Dieses Experiment stellt einen fundamentalen Universalitätstest der elektrischen Quantennormale dar – eine Verringerung der experimentellen Unsicherheit auf einen Teil in zehn Millionen oder besser würde einen wertvollen Beitrag zur Absicherung der Grundlagen der elektrischen Quantenmetrologie liefern.

Im Sinne der Wirtschaftsförderung durch die PTB wurde die Kommerzialisierung des ULCA bereits im Jahr 2015 eingeleitet. Nach erfolgreichem Technologietransfer wird das Instrument mittlerweile durch ein deutsches mittelständisches Unternehmen unter PTB-Lizenz hergestellt und vertrieben [14]. Neben der in diesem Beitrag

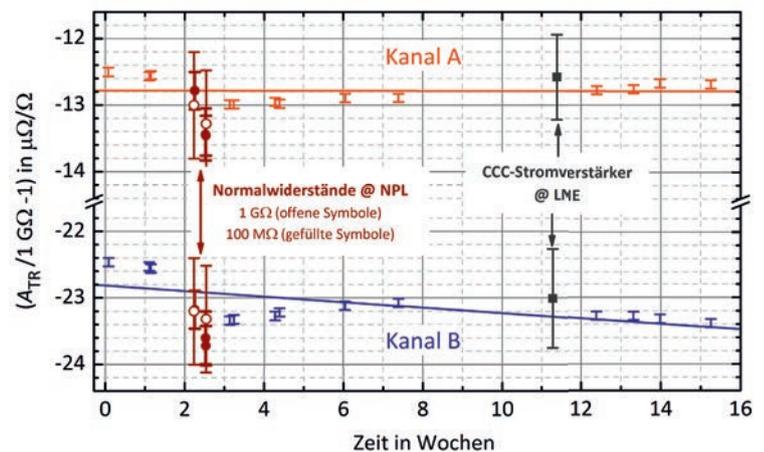


Bild 13: Ergebnisse von Kalibrierungen der totalen Transresistenz  $A_{TR}$  zweier Kanäle (A und B) eines ULCA, durchgeführt an drei verschiedenen Standorten (PTB, NPL und LNE). Dargestellt ist die relative Abweichung vom Nennwert 1 G $\Omega$  über der Zeit. Die Fehlerbalken zeigen Gesamtstandardunsicherheiten. Unmittelbar vor und nach jedem Transport wurde der ULCA mit dem 14-bit-CCC in der PTB kalibriert (rote und blaue Symbole mit kleinen Unsicherheiten). Messungen von 100-M $\Omega$ - und 1-G $\Omega$ -Normalwiderständen des/am NPL wurden zwischen den Wochen 2 und 3 durchgeführt. Messungen mit dem CCC-basierten Stromverstärker des/am LNE erfolgten zwischen den Wochen 11 und 12. Durchgezogene Linien entsprechen linearen Anpassungen an die PTB-Kalibrierungen.

vorgestellten Standardversion des ULCA mit  $1\text{ G}\Omega$  Transresistanz und  $2,4\text{ fA}/\sqrt{\text{Hz}}$  Eingangstromrauschen werden für zukünftige spezielle Einsatzzwecke weitere ULCA-Varianten entwickelt [16, 22], so zum Beispiel ein Instrument mit einem weiter reduzierten Eingangstromrauschen von nur  $1,2\text{ fA}/\sqrt{\text{Hz}}$ .

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass der ULCA ein Meilenstein im Bereich der Kleinstrommetrologie ist, der neue Maßstäbe in zahlreichen Mess- und Kalibrieranwendungen setzt. Als extrem stabiles Transfornormal eingesetzt, ermöglicht er zudem Vergleiche der Kalibrier- und Messmöglichkeiten zwischen Laboratorien mit höchster Genauigkeit.

### Danksagung

Die Autoren danken F. J. Ahlers, U. Becker, R. Behr, M. Götz, C. Krause, G. Muchow, E. Pesel und U. Siegner aus der Abteilung Elektrizität der PTB Braunschweig sowie M. Klemm, M. Luther und M. Piepenhagen aus dem Fachbereich 7.2 „Kryophysik und Spektrometrie“ der PTB Berlin für wertvolle Unterstützung und Zusammenarbeit. Teile der hier vorgestellten Arbeit wurden finanziell unterstützt durch Förderung im Rahmen des Europäischen *Joint Research Project „Quantum ampere: Realisation of the new SI ampere“* (JRP SIB07).

### Literatur

- [1] H. Scherer und U. Siegner, *Elektronen zählen, um Strom zu messen*, PTB-Mitteilungen **126**, Heft 2, 23–31 (2016).
- [2] European Joint Research Project *Quantum ampere: Realisation of the new SI ampere* (JRP SIB07), <http://goo.gl/SmfEji> (Letzter Zugriff am 17.10.2016).
- [3] D. Drung, C. Krause, U. Becker, H. Scherer und F. J. Ahlers, *Ultrastable low-noise current amplifier: a novel device for measuring small electric currents with high accuracy*, Rev. Sci. Instrum. **86**, Heft 2, 024703 (2015).
- [4] D. Drung, M. Götz, E. Pesel und H. Scherer, *Improving the traceable measurement and generation of small direct currents*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **64**, Heft 11, 3021–3030 (2015).
- [5] J. P. Pekola, O.-P. Saira, V. F. Maisi, A. Kemppinen, M. Möttönen, Y. Pashkin und D. V. Averin, *Single-electron current sources: toward a refined definition of the ampere*, Rev. Mod. Phys. **85**, Heft 4, 1421 (2013).
- [6] B. Kästner und V. Kashcheyevs, *Non-adiabatic quantized charge pumping with tunable-barrier quantum dots: a review of current progress*, Rep. Prog. Phys. **78**, Heft 10, 103901 (2015).
- [7] L. Fricke, M. Wulf, B. Kaestner, F. Hohls, P. Mirovsky, B. Mackrodt, R. Dolata, T. Weimann, K. Pierz, U. Siegner und H.-W. Schumacher, *Self-referenced single-electron quantized current source*, Phys. Rev. Lett. **112**, Heft 22, 226803 (2014).
- [8] L. Fricke, R. Dolata, B. Kästner, F. Hohls und H.-W. Schumacher, *Die Kunst des Elektronenzählens*, Physik in unserer Zeit **46**, Heft 2, 70–76 (2015).
- [9] G.-D. Willenberg, H. N. Tauscher und P. Warnecke, *A traceable precision current source for currents between 100 nA and 10 pA*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **52**, Heft 2, 436–439 (2003).
- [10] G.-D. Willenberg und H. N. Tauscher, *Novel digital voltage ramp generator for picoammeter calibrations*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **58**, Heft 4, 756–760 (2009).
- [11] G.-D. Willenberg, *EUROMET.EM-S24: Supplementary comparison of small current sources*, Metrologia **50**, Heft 1A, 01002 (2013).
- [12] BIPM (2014), *Calibration and Measurement Capabilities Electricity and Magnetism*, [http://kcdb.bipm.org/AppendixC/country\\_list.asp?Sservice=EM/DC.3.2](http://kcdb.bipm.org/AppendixC/country_list.asp?Sservice=EM/DC.3.2) (Letzter Zugriff am 17.10.2016).
- [13] S. P. Giblin, G.-D. Willenberg und N. E. Fletcher, *Frequency dependence of gas-dielectric capacitors used in sub-nA reference current generators*, CPEM 2010 Conference Digest, 318–319 (2010).
- [14] Magnicon GmbH, Barkhausenweg 11, 22339 Hamburg, Germany, <http://www.magnicon.com/metrology/> (Letzter Zugriff am 17.10.2016).
- [15] D. Drung, C. Krause, S. P. Giblin, S. Djordjevic, F. Piquemal, O. Séron, F. Rengnez, M. Götz, E. Pesel und H. Scherer, *Validation of the ultrastable low-noise current amplifier as travelling standard for small direct currents*, Metrologia **52**, Heft 6, 756–763, (2015).
- [16] D. Drung und C. Krause, *Ultrastable low-noise current amplifiers with extended range and improved accuracy*, IEEE Trans. Instrum. Meas., online (2016), doi: 10.1109/TIM.2016.2611298.
- [17] H. Scherer, D. Drung und C. Krause, *Improved calibration of instruments for small direct currents*, CPEM 2016 Conference Digest (2016).
- [18] F. Stein, D. Drung, L. Fricke, H. Scherer, F. Hohls, C. Leicht, M. Götz, Ch. Krause, R. Behr, E. Pesel, K. Pierz, U. Siegner, F. J. Ahlers und H. W. Schumacher, *Validation of a quantized-current source with 0.2 ppm uncertainty*, Appl. Phys. Lett. **107**, Heft 10, 103501 (2015).
- [19] N.-H. Kaneko, S. Nakamura und Y. Okazaki, *A review of the quantum current standard*, Meas. Sci. Technol. **27**, Heft 3, 032001 (2016).
- [20] H. Sakurai und K. Ehara, *Evaluation of uncertainties in femtoampere current measurement for the number concentration standard of aerosol nanoparticles*, Meas. Sci. Technol. **22**, Heft 2, 024009 (2011).

- [21] H. Scherer und B. Camarota, *Quantum metrology triangle experiments: a status review*, Meas. Sci. Technol. **23**, Heft 12, 124010 (2012).
- [22] C. Krause, H. Scherer und D. Drung, *Cable noise investigations for high-accuracy measurements of small direct currents*, CPEM 2016 Conference Digest (2016).



## Methode zur Kalibrierung vektorieller Netzwerkanalysatoren mit konektorfremden Kalibrierstandards

Vektorielle Netzwerkanalysatoren (VNA) werden in der Hochfrequenztechnik zur breitbandigen Vermessung der Übertragungscharakteristik von passiven und aktiven Bauelementen im Frequenzbereich der Mikrowellen und Millimeterwellen eingesetzt. Durch die neue PTB-Methode wird die Kompatibilität verschiedener Konnektorsysteme geschickt ausgenutzt, auftretende Diskontinuitätseffekte werden kompensiert.

### Technische Beschreibung

Dabei erfolgt die Verbindung zwischen VNA und Messobjekt in der Regel über koaxiale Messkabel, an deren Enden sich zum Messobjekt passende, koaxiale Konnektoren befinden. Hierfür gibt es für verschiedene Frequenzbereiche unterschiedliche Bauformen, von denen jeweils zwei Systeme mechanisch miteinander kompatibel sind (PC 3,5 mm und PC 2,92 mm sowie PC 2,4 mm und PC 1,85 mm).

Bei der vor jeder Messung durchzuführenden Kalibrierung eines Netzwerkanalysators werden mehrere Kalibrierstandards angeschlossen (z. B. OPEN, SHORT, MATCH) und vom VNA vermessen.

Während bisher die Kalibrierung grundsätzlich mit Kalibrierstandards des im Vergleich zum Kabelende identischen Konnektorsystems durchgeführt wurde, nutzt die vorliegende Methode die mechanische Kompatibilität der o. g. Systeme aus und kompensiert die dabei auftretenden Felddiskontinuitätseffekte, indem diese bei der Modellierung der Kalibrierstandards berücksichtigt werden.

### Wirtschaftliche Bedeutung

Durch die Anwendung der Kalibriermethode halbiert sich die Anzahl der notwendigen Kalibrierkits, um Messungen in den mechanisch zueinander kompatiblen Konnektorsystemen durchzuführen.

Die Kalibriermethode ist überall dort anwendbar, wo die Kalibrierung von Messtoren mit unterschiedlichen, mechanisch kompatiblen, koaxialen Wellenleitersystemen durchgeführt wird.

### Entwicklungsstand

Die Kalibriermethode wurde ausführlich auf Laborebene getestet und ergab im Vergleich zur Kalibrierung mit Kalibrierkits des jeweiligen koaxialen Wellenleitersystems vergleichbare Messergebnisse. Lizenzen für die Nutzung dieser neuen Methode sind verfügbar.



Koaxiale Kalibrierstandards zur Kalibrierung vektorieller Netzwerkanalysatoren

### Vorteile:

- nur jeweils ein Kalibrierkit für mechanisch kompatible Konnektorsysteme erforderlich
- auftretende Felddiskontinuitätseffekte werden kompensiert

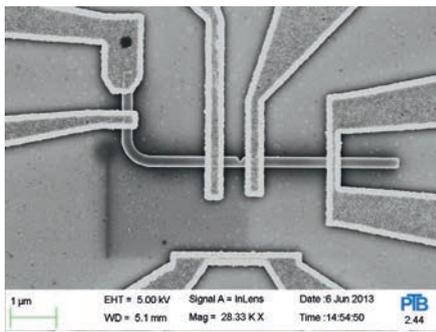
### Ansprechpartner:

Dr. Bernhard Smandek  
 Technologietransfer  
 Telefon: +49 531 592-8303  
 Telefax: +49 531 592-69-8303  
 E-Mail: [technologietransfer@ptb.de](mailto:technologietransfer@ptb.de)

Dr.-Ing. Rolf Judaschke  
 Arbeitsgruppe  
 Hochfrequenzmesstechnik

[www.technologietransfer.ptb.de](http://www.technologietransfer.ptb.de)

PTB-Nummer 0335



Elektronenmikroskopische Aufnahme des gebogenen Nanodrahtes (Breite 235 nm) mit Kerbe als künstlicher Fehlstelle

#### Vorteile:

- Temperaturmessung an beliebigem Ort
- Test kritischer Parameter
- Reduzierung des Ausfallrisikos

#### Ansprechpartner:

Dr. Bernhard Smandek  
 Technologietransfer  
 Telefon: +49 531 592-8303  
 Telefax: +49 531 592-69-8303  
 E-Mail: [technologietransfer@ptb.de](mailto:technologietransfer@ptb.de)

Dr. Hans Werner Schumacher  
 Arbeitsgruppe Nanomagnetismus

[www.technologietransfer.ptb.de](http://www.technologietransfer.ptb.de)

PTB-Nummer 0370

## Thermosensor mit Nanotechnologie

Die thermische Belastung ist eine kritische Größe für kompakte elektronische Schaltkreise. Jetzt kann in einem Nanodraht an einem beliebigen und variablen Ort eine Temperaturmessung erfolgen. Bei der Entwicklung von Schaltkreisen kann so die Temperatur in situ vermessen werden.

### Technische Beschreibung

Die Temperatur an einem bestimmten Punkt lässt sich bequem mit einem Thermoelement messen. Dazu bringt man zwei Metalle an diesem Punkt in Kontakt und misst die durch den Seebeck-Effekt hervorgerufene Thermospaltung.

Dieses Prinzip lässt sich erweitern, indem ein Thermoelement auf eine feine Spitze montiert wird und diese über die Oberfläche einer Probe geführt wird. Eine solche Rastersonden-Methode erfordert allerdings eine völlig frei zugängliche Oberfläche.

Der hier vorgestellte Ansatz basiert auf einem einzigen ferromagnetischen Nanodraht, der jedoch zwei unterschiedlich magnetisierte Bereiche aufweist. Die Grenze zwischen diesen Bereichen, genannt Domänenwand, übernimmt nun die Rolle der Kontaktfläche zweier Metalle im klassischen Thermoelement. Der Vorteil: Eine Domänenwand ist frei beweglich. Ein Strompuls genügt, um die Domänenwand ein Stückchen zu verschieben. So kann die Temperatur an jedem Ort entlang des Nanodrahtes vermessen werden, ohne dass mechanisch bewegte Teile notwendig sind. Mehr noch, der Thermosensor lässt sich vollständig in einen mikroelektronischen Schaltkreis integrieren und der Betrieb „on the fly“ überwachen

### Wirtschaftliche Bedeutung

Das System ist zum Test kritischer Parameter bei der Schaltkreis- und Platinenentwicklung mit hoher Packungsdichte interessant.

Durch die Ortsauflösung ermöglicht die PTB-Erfindung einen in-situ-Zugriff auf das Bauelement. Kritische Betriebssituationen können so identifiziert und Ausfälle vermieden werden.

### Entwicklungsstand

Das System wird gegenwärtig entwickelt. Ein deutsches Patent wurde unter DE 10 2014 201 415 B3 erteilt. Für eine praktische Umsetzung wird ein Industriepartner gesucht. Lizenzen für das Patent sind verfügbar.

## Integrität elektronischer Messwerte für die Industrie 4.0

Zusätzlich zur Darstellung eines Messwertes mit geringer Messunsicherheit wird dessen unverfälschte Weiterleitung unter hohen Sicherheitsstandards immer bedeutender. Im Rahmen des gesetzlichen Messwesens ist dies zwingend vorgeschrieben, bei industriellen Cloud-Anwendungen stellt es eine naheliegende Maßnahme zur betrieblichen Sicherheit dar. Die von der PTB entwickelte Systemarchitektur gewährleistet die Kapselung der Kontrollmodule in einem dem elektronischen Sensor zugeordneten Mikrokernel. Gleichzeitig kann die Vielseitigkeit und Benutzerfreundlichkeit von Standard-Betriebssystemen für die reine Darstellung der Messwerte weiterhin genutzt werden.

### Technische Beschreibung

Das Software-Herzstück eines Betriebssystems ist der Kern (engl. *Kernel*). Er besitzt die meisten Privilegien im System und stellt den Applikationen die nötigen Mechanismen zum korrekten Ablauf bereit. Ein Kernel, der nur die nötigsten Mechanismen anbietet, um die Kapselungen der einzelnen Applikationen und deren abgesicherte Kommunikation untereinander zu gewährleisten, nennt sich Mikrokernel. Er ist um mehrere Größenordnungen kleiner als die Kerne bekannter Betriebssysteme und deshalb fehlerresistenter. Mit diesen Mikrokerneln kann Softwaresicherheit im Sinne von Manipulationserkennung und Systemstabilität erreicht werden. Die nötigen Algorithmen, um richtiges Messen bzw. Rechnen zu gewährleisten, laufen somit in einer sicheren Umgebung, müssen aber immer noch auf Korrektheit geprüft werden.

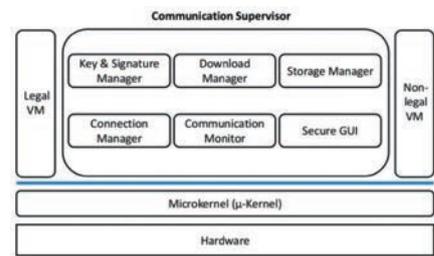
Die neue, konfigurierbare Software-Systemarchitektur kapselt die eigentlichen Betriebssysteme in Module, virtuelle Maschinen (VM) genannt. Der Clou: Die Betriebssysteme können weiterhin ihre üblichen Programme und Treiber laden, jedoch nur über den Mikrokernel miteinander kommunizieren und auf Hardware zugreifen. Auf diese Weise kann die gut verifizierbare, weil relativ kleine Software des Mikrokerneln eine Manipulation der Daten, die ursprünglich aus dem dem Mikrokernel zugeordneten Sensor stammen, in der Cloud erkennen.

### Wirtschaftliche Bedeutung

Die Systemarchitektur basiert auf einem modularen Design, bei dem die einzelnen virtuellen Maschinen Forderungen der Messgeräte-Richtlinie der Europäischen Union (MID) und des *WELMEC 7.2 Software Guides* berücksichtigen. Sie ist für alle verteilten Sensoren mit Mikrokernel von Interesse, deren Daten über das Internet weitergeleitet werden müssen und auf Servern vorgehalten oder weiterverarbeitet werden müssen. Unterliegen die Messgeräte dem gesetzlichen Messwesen, so können mittels des Konzeptes rechtlich relevante von rechtlich nicht-relevanten Software-Bereichen getrennt werden.

### Entwicklungsstand

Das Konzept ist in der PTB im stetigen Test und wird in Kollaboration mit der TU Berlin weiterentwickelt. Eine deutsche Patentanmeldung ist anhängig. Industrielle Kooperationspartner oder Lizenznehmer werden gesucht.



Systemkonzept – die Datenverifikation erfolgt über den Mikrokernel

#### Vorteile:

- Sensornaher Mikrokernel-Struktur
- Zertifizierbare Software mittels Mikrokernel
- Integritätsüberwachung der Messdaten bei Cloud-Diensten

#### Ansprechpartner:

Dr. Bernhard Smandek  
Technologietransfer  
Telefon: +49 531 592-8303  
Telefax: +49 531 592-69-8303  
E-Mail: [technologietransfer@ptb.de](mailto:technologietransfer@ptb.de)

Daniel Peters  
Arbeitsgruppe  
Metrologische IKT-Systeme

[www.technologietransfer.ptb.de](http://www.technologietransfer.ptb.de)

PTB-Nummer 0424

## Impressum

Die PTB-Mitteilungen sind metrologisches Fachjournal der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin. Als Fachjournal veröffentlichen die PTB-Mitteilungen wissenschaftliche Fachaufsätze zu metrologischen Themen aus den Arbeitsgebieten der PTB. Die PTB-Mitteilungen stehen in einer langen Tradition, die bis zu den Anfängen der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt (gegründet 1887) zurückreicht.

### Verlag

Fachverlag NW in der  
Carl Schünemann Verlag GmbH  
Zweite Schlachtpforte 7  
28195 Bremen  
Internet: [www.schuenemann.de](http://www.schuenemann.de)  
E-Mail: [info@schuenemann-verlag.de](mailto:info@schuenemann-verlag.de)

### Herausgeber

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB)  
ISNI: 0000 0001 2186 1887  
Postanschrift:  
Postfach 33 45,  
38023 Braunschweig  
Lieferanschrift:  
Bundesallee 100,  
38116 Braunschweig

### Redaktion/Layout

Presse- und Öffentlichkeitsarbeit, PTB  
Sabine Siems  
Dr. Dr. Jens Simon (verantwortlich)  
Dr. Johannes Kohlmann  
(wissenschaftlicher Redakteur)  
Telefon: (05 31) 592-82 02  
Telefax: (05 31) 592-30 08  
E-Mail: [sabine.siems@ptb.de](mailto:sabine.siems@ptb.de)

### Leser- und Abonnement-Service

Karin Drewes  
Telefon (0421) 369 03-56  
Telefax (0421) 369 03-63  
E-Mail: [drewes@schuenemann-verlag.de](mailto:drewes@schuenemann-verlag.de)

### Anzeigenservice

Karin Drewes  
Telefon (0421) 369 03-56  
Telefax (0421) 369 03-63  
E-Mail: [drewes@schuenemann-verlag.de](mailto:drewes@schuenemann-verlag.de)

### Erscheinungsweise und Bezugspreise

Die PTB-Mitteilungen erscheinen viermal jährlich. Das Jahresabonnement kostet 39,00 Euro, das Einzelheft 12,00 Euro, jeweils zzgl. Versandkosten. Bezug über den Buchhandel oder den Verlag. Abbestellungen müssen spätestens drei Monate vor Ende eines Kalenderjahres schriftlich beim Verlag erfolgen.

Alle Rechte vorbehalten. Kein Teil dieser Zeitschrift darf ohne schriftliche Genehmigung des Verlages vervielfältigt oder verbreitet werden. Unter dieses Verbot fällt insbesondere die gewerbliche Vervielfältigung per Kopie, die Aufnahme in elektronische Datenbanken und die Vervielfältigung auf CD-ROM und in allen anderen elektronischen Datenträgern.

Printed in Germany ISSN 0030-834X

Die fachlichen Aufsätze aus dieser Ausgabe der PTB-Mitteilungen sind auch online verfügbar unter:  
**doi: 10.7795/310.20160399**



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

Die Physikalisch-Technische Bundesanstalt, das nationale Metrologieinstitut, ist eine wissenschaftlich-technische Bundesoberbehörde im Geschäftsbereich des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie.



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

Die Physikalisch-Technische Bundesanstalt, das nationale Metrologieinstitut, ist eine wissenschaftlich-technische Bundesoberbehörde im Geschäftsbereich des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie.



**Physikalisch-Technische Bundesanstalt**  
**Braunschweig und Berlin**  
Nationales Metrologieinstitut

Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

Presse- und Öffentlichkeitsarbeit

Telefon: 0531 592-3006  
Fax: 0531 592-3008  
E-Mail: [presse@ptb.de](mailto:presse@ptb.de)  
[www.ptb.de](http://www.ptb.de)