

UNIVERSIDADE DE LISBOA  
FACULDADE DE CIÊNCIAS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA



**IMPLEMENTAÇÃO DE UM SISTEMA EXPERIMENTAL E  
APLICAÇÃO METROLÓGICA PARA A MATERIALIZAÇÃO  
DO OHM E CALIBRAÇÃO DE RESISTÊNCIAS-PADRÃO**

**Maria Isabel de Araújo Godinho**

DOUTORAMENTO EM FÍSICA

2010



UNIVERSIDADE DE LISBOA  
FACULDADE DE CIÊNCIAS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA



**IMPLEMENTAÇÃO DE UM SISTEMA EXPERIMENTAL E  
APLICAÇÃO METROLÓGICA PARA A MATERIALIZAÇÃO  
DO OHM E CALIBRAÇÃO DE RESISTÊNCIAS-PADRÃO**

**Maria Isabel de Araújo Godinho**

DOUTORAMENTO EM FÍSICA

Tese orientada por: Professor Doutor João Sousa Lopes  
Eng.º Mário Costanzo Nunes

**2010**





## Agradecimentos

Tendo este trabalho sido iniciado no Laboratório de Medidas Eléctricas – LME do Instituto Nacional de Engenharia e Tecnologia Industrial (INETI) e concluído no Instituto Português da Qualidade (IPQ), agradeço a estes dois Institutos por me terem facultado os meios necessários para a sua realização.

Expresso o meu sincero agradecimento ao Professor Doutor João Sousa Lopes pela sua preciosa e inestimável contribuição para o conteúdo deste trabalho, bem como pelo seu sentido crítico e disponibilidade para a partilha e reflexão dos seus conhecimentos pessoais.

Ao Engenheiro Mário Costanzo Nunes o meu profundo e especial agradecimento pelo seu indispensável e constante estímulo, incentivo e apoio, não só a nível técnico-científico como também a nível pessoal, ao longo de todo o meu percurso profissional.

Agradeço ao Sr. Luís Ribeiro pela sua disponibilidade e colaboração constantes, bem como pela partilha de comentários e sugestões, na vertente laboratorial e computacional, contribuindo para a consolidação de algumas matérias que se reflectem directa ou indirectamente no conteúdo deste trabalho.

Ao Dr. Vítor Oliveira agradeço o apoio e a ajuda para a realização prática das condições associadas à operacionalidade, manuseamento e controlo experimental.

À Eng.<sup>a</sup> Eduarda Filipe, Directora do Laboratório Central de Metrologia do IPQ, pelo seu apoio e colaboração durante a concretização deste trabalho.

Ao Doutor Álvaro Ribeiro pela sua disponibilidade, experiência e partilha de conhecimentos no domínio da estatística e da simulação numérica de Monte Carlo.

O meu agradecimento ao Professor Doutor José Manuel Rebordão pelo seu incentivo e *empurrão* inicial, que viriam a conduzir à realização deste trabalho.

Aos meus pais a quem devo tudo o que sou, ao Carlos e ao Miguel a compreensão, o estímulo e a tolerância às minhas *ausências*.



## Resumo

O tema deste trabalho insere-se no domínio da Metrologia Eléctrica a nível primário, consistindo na especificação, implementação e optimização de um sistema experimental de Efeito Hall Quântico (EHQ) e sua aplicação metrológica à calibração absoluta de resistências-padrão. Integra-se na actividade de um Laboratório Primário de Electricidade, que tem como principais objectivos a manutenção de padrões e o desenvolvimento de novas capacidades, garantindo e assegurando a rastreabilidade nacional.

Sendo, até ao momento, a rastreabilidade nacional no domínio da resistência DC assegurada pela calibração de artefactos efectuada no *Bureau International des Poids et Mesures*, foi considerada para a calibração absoluta de padrões convencionais, a definição de um padrão quântico nacional, através do Efeito de Hall Quântico e a implementação de um Sistema Potenciométrico, tendo como base um padrão quântico de tensão de Josephson. Isto permite a materialização da unidade ohm, com incertezas típicas da ordem de algumas partes em  $10^8$ .

O Efeito Hall Quântico é um padrão intrínseco que proporciona a obtenção de uma referência imutável de resistência DC relacionando-a com constantes fundamentais. É actualmente utilizado pela maioria dos NMI para manter, disseminar e definir a unidade nacional de resistência, permitindo ainda ultrapassar as questões da não uniformidade da rastreabilidade internacional. A reprodutibilidade actualmente alcançada é aproximadamente de duas ordens de grandeza superior à incerteza da determinação do ohm no Sistema Internacional de Unidades (SI).

A descoberta do EHQ, em 1980, veio permitir basear a representação do ohm em constantes fundamentais, e, assim, a materialização de um padrão primário de resistência eléctrica através de um padrão quântico. O EHQ é observado em amostras de semicondutores, nas quais os electrões portadores de corrente eléctrica se encontram confinados no interior de uma camada gasosa bidimensional (2DEG), quando submetidas a campos magnéticos intensos (alguns tesla) e arrefecidas a temperaturas da ordem de 1 K. Nestas condições e representando graficamente a variação com o campo magnético das diferenças de potencial, medidas longitudinal e transversalmente numa amostra de Hall, percorrida longitudinalmente por uma corrente constante, verifica-se que em determinados intervalos de campo magnético, a primeira se reduz a valores próximos de zero, enquanto a segunda se mantém constante. Nestes intervalos, em que o valor da resistência de Hall,

dado pelo quociente entre a diferença de potencial transversal à amostra e a corrente, se mantém constante, designados por patamares de Hall, observa-se a seguinte relação:

$$R_H(i) = \frac{R_K}{i} = \frac{h}{ie^2}$$

sendo  $R_K$  a constante de *von Klitzing*,  $i$  um número inteiro característico da identificação do patamar,  $h$  a constante de *Planck* e  $e$  a carga elementar. Da relação anterior, obtém-se que  $R_K$  é igual ao valor da resistência quantificada, correspondente ao patamar  $i = 1$ ,  $R_H(1) = h / e^2$ .

De acordo com a 6ª Resolução da 18ª Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM) e das Recomendações 1 e 2 do Comité Internacional dos Pesos e Medidas (CIPM), a partir de 1 de Janeiro de 1990 a representação do ohm passou a basear-se no valor convencionalmente adoptado para a constante  $R_{K-90}$  igual a  $(25\,812,807 \pm 0,005) \Omega$ .

O método implementado neste trabalho para a transferência de valores óhmicos de amostras de Hall quantificadas para resistências-padrão convencionais baseia-se na utilização de um padrão quântico de tensão DC, obtido através do Efeito Josephson (EJ), para a medição de quedas de potencial no método potenciométrico.

O efeito Josephson, descoberto em 1962 é observado quando dois eléctrodos supercondutores, separados por uma camada isoladora de pequena espessura, junção de Josephson, são arrefecidos abaixo da sua temperatura de transição ( $T \cong 4,2$  K). Quando uma junção de Josephson é exposta a radiação de microondas de frequência  $f$  ( $\cong$  GHz) e se varia o valor da corrente de polarização, a sua curva característica tensão/corrente apresenta uma série de degraus de tensão. Em cada um destes degraus o valor da tensão de Josephson,  $V_J$ , é dado por:

$$V_J(n) = \frac{n f h}{2e}$$

sendo  $n$  (inteiro) identificativo do número de degraus. O valor da tensão quantificada de Josephson é função da frequência, cuja medição é efectuada actualmente com valores de exactidão da ordem de  $10^{-13}$ .

À semelhança da unidade ohm, a partir de 1 de Janeiro de 1990 a representação do volt passou a basear-se no valor convencionalmente adoptado para a constante de Josephson  $K_{J-90}$  igual a  $483\,597,9 \text{ GHz} \cdot \text{V}^{-1}$ .

Para a implementação dos sistemas experimentais referidos, bem como para a obtenção de um padrão primário quântico de resistência DC que melhor se adequasse ao desempenho e às características pretendidas foi necessário:

- Especificar os parâmetros técnicos para a implementação do sistema de EHQ;
- Efectuar a montagem, integração e teste dos equipamentos *de per si* e do sistema global;
- Realizar estudos comportamentais e de caracterização de heteroestruturas de GaAs/AlGaAs, utilizadas neste trabalho como amostras de Hall, avaliando os seguintes parâmetros: corrente crítica, resistência de contactos, temperatura, campo magnético e exactidão do valor quantificado do patamar;
- Implementar o método potenciométrico de Josephson, permitindo efectuar a calibração absoluta de resistências-padrão e a sua disseminação para os restantes valores óhmicos;
- Desenvolver e implementar uma fonte de corrente contínua de elevada estabilidade ( $\approx 10^{-8}$ ), recorrendo a pilhas de mercúrio e referências electrónicas de tensão (tipo zener);
- Desenvolver algoritmos para a implementação de módulos aplicativos para a completa automatização e controlo dos referidos sistemas, com vista à execução da aquisição, processamento, análise e gestão de dados;
- Definir modelos matemáticos para a determinação de incertezas associadas aos sistemas considerados, avaliando as diversas componentes presentes no respectivo balanço de incertezas de acordo com os princípios e os requisitos estabelecidos quer pela metodologia expressa no documento *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* – GUM quer considerando o método probabilístico de simulação numérica de Monte Carlo.

O desenvolvimento deste trabalho contou, numa fase inicial, com os recursos laboratoriais que o Laboratório de Medidas Eléctricas (LME) do INETI obteve através do financiamento proporcionado pelo projecto POE 3/00200, Medida 3.1, Acção B2 – “Modernização do Laboratório de Medidas Eléctricas”.

A conclusão do trabalho, nomeadamente, a implementação do sistema experimental relativo ao potenciómetro de Josephson, para a calibração absoluta de resistências-padrão convencionais, tendo como referência o valor quantificado de uma amostra de Hall, e para a realização da comparação de padrões permitindo a sua disseminação, beneficiou da

instalação de duas câmaras blindadas nas novas instalações do Laboratório de Electricidade, operacionais desde Janeiro de 2009, no Instituto Português da Qualidade (IPQ).

A realização deste trabalho tornou possível a definição nacional da unidade de resistência eléctrica através de constantes fundamentais, assegurando, a nível primário, a sua rastreabilidade, materializada por um padrão intrínseco e *universal*, e permite a calibração de resistências-padrão convencionais e a disseminação da unidade com valores de incerteza da ordem de  $10^{-8}$ .

A dissertação está organizada em sete capítulos:

Capítulo 1 – descreve a actual situação metrológica, os objectivos considerados e as opções adoptadas.

Capítulo 2 – efectua um enquadramento histórico do SI, da evolução das unidades no domínio eléctrico, da sua definição e representação.

Capítulo 3 – apresenta alguns dos aspectos teóricos relativos aos efeitos quânticos de Josephson e Hall, bem como as respectivas aplicações metrológicas.

Capítulo 4 – descreve os sistemas experimentais implementados e o seu controlo e automatização.

Capítulo 5 – introduz as duas abordagens consideradas para a determinação da incerteza da medição associada aos sistemas implementados, exemplificando a sua aplicação aos modelos matemáticos definidos.

Capítulo 6 – sintetiza e analisa os resultados obtidos.

Capítulo 7 – apresenta as conclusões, salientando possíveis opções de desenvolvimento futuro, nomeadamente para a obtenção de melhores incertezas associadas à representação nacional da unidade de resistência eléctrica.

### **Palavras-chave:**

- Metrologia Eléctrica
- Efeito Josephson
- Efeito de Hall Quântico
- Resistência-Padrão
- Calibração
- Rastreabilidade

## Abstract

This work focuses on Electrical Metrology as developed at the National Laboratory, consisting of specifying, implementing and optimizing an experimental system based on the Quantum Hall Effect (QHE) and its application to the absolute calibration of standard resistors. Integrating the pursuit of the Laboratory's main objectives: the development and maintenance of the capabilities ensuring the national traceability.

Up to now, the national traceability in the DC resistance field was provided by the calibration of the artefacts at the *Bureau International des Poids et Mesures*. The definition of a quantum national standard through the QHE was hence established. This was achieved through the implementation of a Potentiometric System for the absolute measurement of conventional standards, based on the Josephson voltage standard, allowing the realization of the ohm unit, with typical uncertainties of the order of a few parts in  $10^8$ .

The 1985 Nobel prize in Physics was given to Klaus von Klitzing for his discovery in 1980 of the QHE. This effect provides an intrinsic standard for DC resistance relating it to fundamental constants.

The QHE is observed in a quasi two-dimensional electron gas (2DEG) established at the semiconductor-semiconductor or semiconductor-isolator interfaces in a variety of devices exposed to intense magnetic fields (a few tesla), perpendicular to the sample's surface, and cooled to temperatures around 1 K. Under these conditions, if a small electric current (few  $\mu\text{A}$ ) crosses the Hall sample from one end to the other, it is possible to measure two voltage differences: one parallel to the current and the other perpendicular to this direction. The ratio of the voltage drop along the sample to the current is just the ordinary electrical resistance of the sample; the ratio of the voltage drop across the sample to the current flowing along it is the Hall resistance. If we represent these two resistance values in order of the magnetic field, there are some magnetic field ranges within which the Hall resistance exhibits a series of plateaus and the electrical resistance vanishes to zero.

In these Hall plateaus the resistance given provides an intrinsic standard for DC resistance reference relating it to the fundamental constants with worldwide uniformity with the following relationship:

$$R_H(i) = \frac{R_K}{i} = \frac{h}{ie^2}$$

where  $R_K$  is the von Klitzing constant,  $h$  the Planck constant,  $e$  the electron charge and  $i$  an integer quantum number. The reproducibility reached today is approximately two orders of magnitude greater than the uncertainty of the determination of the ohm in the International System of Units (SI).

According to the 6th resolution of the 18th General Conference of Weights and Measures (CGPM) and the Recommendations 1 and 2 of the International Committee of Weights and Measures (CIPM), from 1 January 1990 the representation of the ohm is based on the conventionally adopted value for the constant  $R_{K-90} = (25\,812,807 \pm 0,005) \, \Omega$ .

In this work, the adopted and implemented method to transfer ohmic values from the quantified Hall samples to the conventional resistance standards used a DC voltage quantum standard (the Josephson effect) for the measurement of voltage drops in a potentiometric method.

The Josephson effect was discovered in 1962 by Brian Josephson, who won the Nobel prize in Physics in 1973. This effect is observed when two superconducting electrodes separated by an insulating layer, called Josephson junction, are cooled below its transition temperature ( $T \cong 4,2$  K). When a Josephson junction is exposed to the microwave frequency  $f$  ( $\cong$  GHz) and a bias current fed, its characteristic voltage / current relation presents a number of voltage steps. In these steps the Josephson voltage,  $V_J$ , is given by:

$$V_J(n) = \frac{n f h}{2e}$$

with  $n$  (integer) identifying the number of steps. The Josephson voltage value is a function of the frequency which is actually measured with accuracy of the order of  $10^{-13}$ .

As for the ohm unit from 1 January 1990 the representation of the volt came to rely on the conventionally adopted value for the Josephson constant,  $K_{J-90}$ , equal to  $483\,597,9 \text{ GHz} \cdot \text{V}^{-1}$ .

For the implementation of these experimental systems, and in order to obtain a primary DC resistance quantum standard, the steps below were followed:

- Specifying the technical parameters for the QHE system implementation;
- Assembling, integrating and testing the equipment itself and the global system;
- Characterization of GaAs / AlGaAs heterostructures, as QHE samples, with the critical current, contact resistance and dependence with temperature, magnetic field and quantization accuracy of the plateau;
- Implementation of the Josephson potentiometric method for the absolute standard resistors calibration;



- Development and implementation of a high stability current source of ( $\approx 10^{-8}$ ) using mercury batteries and electronic voltage references (zener type);
- Implementation of algorithms for instrumentation control and acquisition, processing, analysis and data management;
- Definition of the mathematical models to the uncertainties estimation, evaluation of its components in accordance with the GUM and Monte Carlo simulation methods requirements.

The implementation of the Josephson potentiometer system allows a national definition of the electrical resistance unit through fundamental constants, assuring the traceability in the primary level by an intrinsic and *universal* standard based on the von Klitzing constant, measurement of the standard resistors and the dissemination of the *ohm* with an uncertainty of the order of  $10^{-8}$ .

### **Keywords**

- Electrical Metrology
- Josephson Effect
- Quantum Hall Effect
- Standard-Resistor
- Calibration
- Traceability



# Índice

<b>1. Situação Actual, Objectivos e Opções Consideradas .....</b>	<b>1</b>
1.1. Introdução .....	1
1.2. Situação Actual e Opções Consideradas.....	4
<b>2. Sistema Internacional, Grandezas, Unidades e Padrões .....</b>	<b>9</b>
2.1. Introdução .....	9
2.2. Perspectiva Histórica .....	13
2.3. Grandezas e Unidades .....	15
2.4. Evolução Metrológica das Unidades Eléctricas.....	18
2.4.1. Padrões Materiais e Unidade .....	18
2.4.2. Representação Laboratorial e Relações de Definição do Ampere, Volt e Ohm.....	23
2.4.2.1. Unidade de Corrente Eléctrica.....	24
2.4.2.2. Unidade de Diferença de Potencial .....	25
2.4.2.3. Unidade de Resistência Eléctrica .....	27
2.5. Triângulo Quântico Metrológico .....	31
2.6. Balança de Watt e Redefinição do SI .....	36
<b>3. Efeitos Quânticos e Aplicações Metrológicas .....</b>	<b>43</b>
3.1. Efeito de Josephson .....	43
3.1.1. Descrição Física .....	44
3.1.2. Matrizes de Junções de Josephson .....	46
3.2. Efeito Hall Quântico Inteiro .....	50
3.2.1. Introdução.....	50
3.2.2. Descrição Física .....	53
3.2.3. Amostras de Hall.....	58
3.2.3.1. Gás Bidimensional de Electrões – 2DEG.....	59
3.2.3.2. Si – MOSFET .....	61
3.2.3.3. Heteroestruturas de GaAs / AlGaAs.....	62
3.2.3.4. Conjuntos de Amostras de Hall.....	63
3.2.3.5. Contactos Óhmicos de um 2DEG.....	64
3.2.4. Parâmetros de Influência .....	66
3.2.4.1. Dependência com a Temperatura .....	66

3.2.4.2. Dependência com a Corrente.....	67
3.2.4.3. Condições de Quantificação .....	70
3.3. Efeito de Hall Quântico Fracionário .....	71
3.4. Transferência de Valores Ôhmicos.....	74
3.4.1. Introdução.....	74
3.4.2. Resistências-Padrão Convencionais .....	75
3.4.2.1. Resistência-padrão de Valor Nominal 1 $\Omega$ .....	76
3.4.2.2. Resistência-padrão de Valor Nominal 10 k $\Omega$ .....	77
3.4.2.3. Padrões de Transferência Tipo Hamon .....	78
3.4.2.4. Limitações e Características das Resistências-Padrão.....	80
3.4.3. Técnicas DC para a Medição de Resistências .....	81
3.4.3.1. Pontes de Medida e Comparadores de Corrente Contínua .....	82
3.4.3.2. Comparadores de Corrente Criogénicos.....	86
3.4.3.3. Método Potenciométrico .....	89
<b>4. Sistemas Experimentais e Módulos Aplicacionais Implementados no LME.....</b>	<b>91</b>
4.1. Efeito Josephson .....	91
4.2. Efeito Hall Quântico.....	94
4.2.1. Sistema de Criogenia.....	95
4.2.2. Sistema de Controlo e Medição.....	98
4.2.2.1. Controlador de Temperatura.....	99
4.2.2.2. Fonte de Alimentação do Magneto Supercondutor .....	99
4.2.2.3. Fonte de Corrente Contínua.....	99
4.2.2.4. Voltímetros Digitais de Elevada Exactidão.....	105
4.2.3. Sistema de Alto Vácuo .....	109
4.3. Rastreabilidade e Disseminação de Valores Ôhmicos.....	109
4.3.1. Introdução.....	109
4.3.2. Potenciómetro de Josephson .....	110
4.3.2.1. Introdução.....	110
4.3.2.2. Comparação Potenciométrica entre dois Padrões Convencionais ou entre um Padrão Convencional e a Resistência Quântica de Hall.....	111
4.3.2.3. Determinação dos Erros de Ganho, de Linearidade e de Zero do Nanovoltímetro .....	116
4.3.2.4. Determinação do Erro da Frequência .....	118

4.3.2.5. Correntes de Fuga.....	118
4.4. Módulos Aplicacionais .....	119
4.4.1. Efeito Hall Quântico.....	120
4.4.1.1. Controlo e Parametrização de Instrumentação, Aquisição e Processamento de Dados .....	120
4.4.1.2. Estudos Comportamentais, Caracterização e Selecção de Amostras de Hall.....	121
4.4.1.3. Gestão de Dados de Estudos Comportamentais, Caracterização e Selecção de Amostras de Hall .....	123
4.4.2. Potenciómetro de Josephson .....	125
4.4.3. Gestão de Dados de Resistências-Padrão.....	127
4.5. Conclusões.....	129
<b>5. Determinação de Incertezas Associadas aos Métodos de Medição</b>	
<b>Considerados .....</b>	<b>131</b>
5.1. Introdução.....	131
5.2. Metodologia GUM .....	134
5.3. Método de Monte Carlo.....	140
5.4. Método Clássicos de Comparação.....	143
5.4.1. Modelos Matemáticos, Identificação e Avaliação das Componentes e Número de Graus de Liberdade Associados .....	144
5.4.2. Balanços de Incerteza de Medição Considerando a Metodologia GUM..	146
5.4.3. Balanços de Incerteza de Medição Considerando a Metodologia MMC..	149
5.4.4. Comparação de Resultados .....	154
5.5. Potenciómetro de Josephson.....	155
5.5.1. Modelos Matemáticos, Identificação e Avaliação das componentes e Número de Graus de Liberdade Associados .....	155
5.5.2. Balanços de Incerteza de Medição Considerando a Metodologia GUM..	160
5.5.3. Balanços de Incerteza de Medição Considerando a Metodologia MMC..	163
5.5.4. Comparação de Resultados .....	165
5.6. Conclusões.....	166

<b>6. Análise e Discussão de Resultados Experimentais .....</b>	<b>169</b>
6.1. Introdução.....	169
6.2. Caracterização de Amostras de Hall.....	170
6.2.1. Resistência de Contactos .....	171
6.2.2. Condições de Quantificação.....	172
6.2.2.1. Exactidão e Estabilidade dos Patamares 2 e 4.....	173
6.2.2.2. Avaliação da Resistividade Longitudinal Residual .....	175
6.2.2.3. Dependência da Temperatura .....	176
6.2.2.4. Dependência da Corrente .....	179
6.3. Calibração de Resistências-Padrão .....	181
6.3.1. Comparação Potenciométrica de Padrões Convencionais.....	182
6.3.2. Comparação Potenciométrica entre uma Amostra de Hall e uma Resistência-Padrão .....	188
6.3.3. Comparação entre o Método Potenciométrico de Josephson e Métodos Clássicos de Medição .....	193
6.4. Conclusões.....	194
<b>7. Conclusões e Desenvolvimento Futuro.....</b>	<b>197</b>
<b>Anexo 1 – Características das principais leis de distribuição de probabilidade     utilizadas para a determinação da incerteza do tipo B .....</b>	<b>203</b>
<b>Anexo 2 – Determinação da incerteza-padrão associada à rastreabilidade e à     deriva da resistência de referência <math>R_S</math>.....</b>	<b>204</b>
<b>Bibliografia.....</b>	<b>205</b>

## Lista de Figuras

Figura 1.1 – Cadeia de comparações associada ao ohm e incertezas típicas.....	4
Figura 2.1 – Relação de dependência entre as unidades de base do SI .....	17
Figura 2.2 – Resistência-padrão da BAAS, 1865.....	19
Figura 2.3 – Pilha-padrão de Weston .....	20
Figura 2.4 – Relação entre as sete unidades de base do SI, constantes fundamentais e atômicas e incertezas-padrão associadas às respectivas realizações práticas .....	22
Figura 2.5 – Arranjo de 2400 junções de Josephson ligadas em série para produzir valores de tensão até 2 V: dimensão de (5 x 19) mm.....	26
Figura 2.6 – Imagem do sistema experimental do condensador calculável de Thompson-Lampard implementado no CSIRO .....	28
Figura 2.7 – Diagrama esquemático da determinação absoluta do ohm .....	29
Figura 2.8 – Resultados da medição directa, indirecta e de uma comparação interlaboratorial para obter o valor recomendado da constante de von Klitzing $R_K$ e respectiva incerteza-padrão .....	30
Figura 2.9 – Secção de um novo condensador calculável de Thompson-Lampard implementado no NMIA – Austrália .....	30
Figura 2.10 – Triângulo quântico metrológico: grandezas relacionadas pela lei de Ohm; relação entre as unidades eléctricas A, V e $\Omega$ e as constantes fundamentais $e$ e $h$ .....	32
Figura 2.11 – Corrente num dispositivo de SCT em função da tensão de porta aplicada, com três valores de offset. O patamar a 160 pA corresponde ao bombeamento de 2 electrões por ciclo com $f = 500$ MHz .....	34
Figura 2.12 – Triângulo metrológico, considerando a balança de Watt, o condensador calculável e o padrão de capacidade, baseado na equivalência entre potência eléctrica e mecânica.....	35
Figura 2.13 – Triângulo quântico metrológico: grandezas relacionadas através de $U = RI$ e $Q = CU$ .....	35
Figura 2.14 – Imagem da suspensão da balança de watt implementada no BIPM.....	37

Figura 2.15 – Experiência relacionada com a pesagem: equilíbrio entre a força de Lorentz e gravitacional através da fixação apropriada do enrolamento de corrente.....	38
Figura 2.16 – Experiência relacionada com o movimento: o deslocamento a velocidade constante do enrolamento através do campo magnético induz o aparecimento de uma tensão .....	38
Figura 3.1 – Junção de Josephson do tipo SIS (Nb/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Nb).....	45
Figura 3.2 – Característica $I$ - $V$ de uma junção de Josephson: se $I < I_c$ é nula a tensão aos seus terminais; se $I > I_c$ observa-se o aparecimento de uma tensão contínua aos terminais da junção e uma corrente de pares de electrões $I_J$ oscila à frequência $f$ .....	46
Figura 3.3 – Característica $I$ - $V$ do arranjo de Josephson de 1 V do LME submetido a frequência de microondas $f = 73,850$ GHz e potência de 14 mW: degraus de Shapiro com largura em corrente $\approx 40 \mu\text{A}$ .....	47
Figura 3.4 – Diagrama de uma linha de transmissão de microondas, integrando várias junções de Josephson .....	48
Figura 3.5 – a) Esquema de um conjunto de junções de Josephson binário; b) Característica $I / V$ de um conjunto de junções nos degraus $n = 0, \pm 1$ : cada segmento, irradiado com frequência $f$ pode ser polarizado individualmente nos degraus $n = 0, \pm 1$ aplicando uma corrente de polarização $I = 0, \pm I_p$ .....	49
Figura 3.6 – Imagem de uma matriz binária de junções de Josephson de 10 V, tipo SNS (Nb <sub>x</sub> Si <sub>1-x</sub> ) .....	50
Figura 3.7 – A passagem de corrente na direcção positiva de $x$ provoca o aparecimento de uma diferença de potencial $V_{xx}$ e de uma resistência dada por $V_{xx} / I$ . A presença de um campo magnético na direcção de $z$ desloca os portadores positivos na direcção $y$ , gerando o potencial de Hall $V_H$ e a resistência de Hall ( $V_H / I$ ). .....	54
Figura 3.8 – Quantificação bidimensional de electrões para $B = 0$ e $B = B_z$ . Níveis de energia e ocupação de estados quânticos (extensos e localizados). .....	56
Figura 3.9 – Patamares de Hall e oscilações de Shubnikov-de-Hass observados no LME, respectivamente, na característica da resistência de Hall e da resistência longitudinal em função do campo magnético de uma heteroestrutura de GaAs/AlGaAs, submetida à temperatura de 1,4 K e corrente de 32 $\mu\text{A}$ . .....	58



Figura 3.10 – Diagrama de energia de um 2DEG: $E_0$ e $E_1$ são as duas primeiras sub-bandas de energia, $E_F$ a energia de Fermi e $e\varepsilon z$ o potencial gerado pelo campo eléctrico $\varepsilon$ .....	61
Figura 3.11 – MOSFET de Silício: a) em corte, b) diagrama de energia .....	62
Figura 3.12 – Heteroestrutura de GaAs: a) em corte, b) diagrama de energia .....	63
Figura 3.13 – Diagrama esquemático e imagem de um QHARS com 50 amostras de Hall em paralelo ( $R_K / 200$ ) .....	64
Figura 3.14 – Diagrama esquemático do circuito de medida de resistência de contactos, a três terminais, de uma heteroestrutura de GaAs/AlGaAs: em regime de EHQ, $V_{D1} / I_{DS} = R_L + R_{C-D}$ .....	66
Figura 3.15 – Padrão de fluxo de um 2DEG de electrões num patamar de Hall.....	68
Figura 3.16 – Tensão longitudinal em função da corrente para uma heteroestrutura de GaAs/AlGaAs a $T = 1,2$ K .....	69
Figura 3.17 – Tensão longitudinal em função do campo magnético para o patamar $i = 4$ correspondente à amostra da Figura 3.16.....	70
Figura 3.18 – Característica típica do EHQF observado numa heteroestrutura de GaAs/AlGaAs para $T = 0,15$ K e $B > 5$ T: observação dos patamares em $\rho_{xy}$ correspondentes a níveis de preenchimento de Landau $i = 1/3$ (o primeiro patamar fraccionário observado por Störmer and Tsui), $2/5, 3/5, 2/3, 4/3$ e $5/3$ .....	72
Figura 3.19 – a) Hierarquia sequencial de estados correlacionados do EHQF, proposta por Laughlin e relativa à existência de factores de preenchimento $\nu$ fraccionários: $m$ ímpar e inteiro, $\alpha_i = \pm 1$ e $p_i$ par e inteiro; b) exemplo para $\nu = 1/3$ e $\nu = 2/3$ .....	73
Figura 3.20 – Resistências-padrão de valor nominal $1 \Omega$ e $10 \text{ k}\Omega$ e padrões de transferência tipo Hamon.....	76
Figura 3.21 – Diagrama esquemático de uma resistência de transferência tipo Hamon .....	79
Figura 3.22 – Configurações para a medição da razão de resistências-padrão: a) potenciómetro de tensão; b) comparação de corrente; c) potenciómetro com resistências de proporção semelhante à razão a determinar ( $R_x/R_s = A/B$ ); d) transformação de c) na configuração em ponte de Wheatstone.....	84
Figura 3.23 – Ponte de Kelvin conjugada.....	84
Figura 3.24 – Comparador de corrente contínua .....	86

Figura 3.25 – Esquema simplificado da secção de um comparador de corrente criogénico.....	87
Figura 3.26 – Esquema simplificado de uma ponte de medida utilizando um comparador de corrente criogénico.....	88
Figura 3.27 – Método Potenciométrico para a medição da razão de resistências .....	89
Figura 4.1 – Sistema Experimental de Efeito Josephson.....	93
Figura 4.2 – Sistema Experimental de Efeito Hall Quântico.....	94
Figura 4.3 – Amostra de Hall e respectivo suporte, tipo TO8.....	97
Figura 4.4 – Diagrama esquemático da fonte de corrente DC implementada, para o intervalo de medição de 10 $\mu$ A a 1 mA .....	100
Figura 4.5 – Estabilidade de corrente DC ao nível de 10 $\mu$ A e da temperatura do banho de ar termorregulado, considerando como tensão de referência, um conjunto de pilhas de mercúrio e duas referências electrónicas de tensão DC ( <i>Datron 4910 e Fluke 723B</i> ) .....	103
Figura 4.6 – Estabilidade de $I = \pm 10 \mu$ A, considerando a referência de tensão <i>Fluke 732B</i> .....	104
Figura 4.7 – Dependência térmica da tensão de referência das pilhas de Hg.....	105
Figura 4.8 – Determinação do ganho para o voltímetro utilizado na medição de $V_H$ , correspondente ao intervalo de medição $\pm 0,2$ V, observando-se a sua evolução temporal ao longo de 3 anos .....	107
Figura 4.9 – Determinação do erro de linearidade para o voltímetro utilizado na medição de $V_H$ , para o intervalo de medição $\pm 2$ V.....	108
Figura 4.10 – Estudo de linearidade entre 2005 e 2010, correspondente ao voltímetro utilizado na medição de $V_{xx}$ , para o intervalo de $\pm 0,2$ V .....	108
Figura 4.11 – Esquema de transferência para a calibração de resistências-padrão considerando o intervalo de 1 m $\Omega$ a 1 T $\Omega$ , tendo como referência a RHQ (Resistência de Hall quantificada) .....	110
Figura 4.12 – Diagrama simplificado do Potenciómetro de Josephson considerando a comparação de: a) dois padrões convencionais de valor nominal 10 k $\Omega$ em contentor termoestabilizado próprio; b) um padrão convencional com uma resistência quântica de Hall (no interior do crióstato, estando o restante sistema no interior de uma câmara blindada) .....	112
Figura 4.13 – Imagem do Sistema experimental de EHQ: crióstato de $^4$ He, sistema de vazio e sistema de controlo .....	115

Figura 4.14 – Imagem do sistema de medição do potenciômetro de Josephson, no interior da câmara blindada de EJ .....	115
Figura 4.15 – Determinação do erro de linearidade do nanovoltímetro considerando o intervalo de medição $\pm 1$ mV .....	117
Figura 4.16 – Estudos de linearidade para o intervalo de 10 mV durante um período de 5 anos .....	117
Figura 4.17 – Ganho do nanovoltímetro correspondente ao intervalo de medição $\pm 10$ mV, observando-se a sua evolução temporal ao longo de 6 anos.....	118
Figura 4.18 – Painel frontal do módulo de controlo de instrumentação e aquisição de dados .....	121
Figura 4.19 – Análise e processamento de dados: quantificação de $i = 2$ com $9,8 \text{ T} < B < 11,0 \text{ T}$ e $T = 1,5 \text{ K}$ .....	122
Figura 4.20 – Selecção de parâmetros e eliminação de valores marginais.....	123
Figura 4.21 – Painel frontal do módulo para a gestão de dados de amostras de Hall .....	125
Figura 4.22 – Painel frontal do módulo aplicativo para a medição de resistências-padrão, utilizando o PJ e o valor quantificado de resistências de Hall .....	126
Figura 4.23 – Painel frontal de um módulo aplicativo para a gestão de dados de resistências-padrão .....	128
Figura 4.24 – Recurso a caixas de texto para a selecção de parâmetros de influência.....	128
Figura 5.1 – Densidade de probabilidade da grandeza de entrada $Y$ , associada à especificação do CCD.....	150
Figura 5.2 – Densidade de probabilidade associada à estabilidade térmica da grandeza de saída $R_x$ .....	151
Figura 5.3 – Densidade de probabilidade associada à grandeza de saída $R_x$ considerando o CCD .....	152
Figura 5.4 – Densidade de probabilidade da grandeza de entrada $Y'$ associada à especificação do MD.....	152
Figura 5.5 – Densidade de probabilidade da grandeza de saída $R_x$ considerando o MD ..	153
Figura 5.6 – Intervalos de incerteza de medição, considerando 68% 95% e 99% de probabilidade de acordo com o MMC e o GUM, utilizando o CCD .....	154
Figura 5.7 – Intervalos de incerteza de medição, considerando 68% 95% e 99% de probabilidade de acordo com o MMC e o GUM, utilizando o MD .....	155
Figura 5.8 – Densidade de probabilidade da grandeza de entrada $R_H$ associada à especificação do potenciômetro de Josephson.....	164

Figura 5.9 – Densidade de probabilidade associada à estabilidade térmica da grandeza de saída $R_x$ .....	164
Figura 5.10 – Densidade de probabilidade associada à grandeza de saída $R_x$ considerando o potenciômetro de Josephson .....	165
Figura 5.11 – Intervalos de incerteza de medição considerando 68% 95% e 99% de probabilidade, para o MMC e o GUM.....	166
Figura 6.1 – Contactos da amostra de Hall utilizados para a passagem da corrente eléctrica e a medição das tensões de Hall, $V_H$ , e longitudinal, $V_{xx}$ .....	170
Figura 6.2 – Amostra LCIE-NP1: característica de $R_H$ e $R_{xx}$ em função do campo magnético, considerando $T = 1,40$ K e $I = 32$ $\mu$ A .....	172
Figura 6.3 – Amostra LCIE-NP1: $R_H$ e $R_{xx}$ em função do campo magnético, considerando $T = 1,37$ K e $I = 32$ $\mu$ A .....	173
Figura 6.4 – Amostra LCIE-NP1: estabilidade de $R_H$ no patamar $i = 2$ , considerando $T = 1,62$ K e $I = 32$ $\mu$ A.....	174
Figura 6.5 – Amostra LCIE-NP1: $R_H$ e $R_{xx}$ em função do campo magnético, no patamar $i = 4$ considerando, considerando $T = 1,55$ K e $I = 32$ $\mu$ A .....	175
Figura 6.6 – Amostra LCIE-NP1: $R_H$ em função da temperatura, no patamar $i = 2$ e considerando $B = 10,6$ T e $I = 32$ $\mu$ A.....	177
Figura 6.7 – Amostra LCIE-NP1: $\Delta R_H$ em função de $\rho_{xx} (R_{xx} \cdot w / l)$ no patamar $i = 2$ .....	179
Figura 6.8 – Amostra LCIE-NP1: dependência de $R_H$ com a corrente, mantendo fixos a temperatura e o campo magnético.....	181
Figura 6.9 – Amostra LCIE-NP1: dependência de $R_H$ com $R_{xx}$ para cada valor de corrente, mantendo fixos a temperatura e o campo magnético .....	181
Figura 6.10 – Desvio relativo da resistência-padrão 10 k $\Omega$ _J211, com diferentes valores de corrente de medição e tendo como referência o valor do padrão de 10 k $\Omega$ _J207 .....	183
Figura 6.11 – Desvio relativo do valor medido da resistência-padrão 1 k $\Omega$ _327231, tendo como referência o valor do padrão de 10 k $\Omega$ _J207 .....	186
Figura 6.12 – Desvio relativo do valor medido da resistência-padrão 100 $\Omega$ _A2010, tendo como referência o valor do padrão de 1 k $\Omega$ _327231 .....	188
Figura 6.13 – Desvio relativo do valor medido da resistência-padrão 10 k $\Omega$ _J207, tendo como referência o valor quantificado da amostra de Hall LCIE-NP1 .....	191
Figura 6.14 – Desvio relativo do valor medido da resistência-padrão 10 k $\Omega$ _J211, tendo como referência o valor quantificado da amostra de Hall LCIE-NP1 .....	192

Figura 6.15 – Desvio relativo da resistência-padrão 10 k $\Omega$ _J211, tendo como referência o padrão 10 k $\Omega$ _J207 e considerando o PJ e métodos clássicos de comparação (CCD ou MD) .....	195
Figura 6.16 – Valores de incerteza-padrão combinada associados à calibração de um resistência de valor nominal 10 k $\Omega$ , utilizando métodos distintos e tendo como referência $R_{K/i}$ ou um padrão convencional .....	196



## Lista de Tabelas

Tabela 2.1 – Grandezas e Unidades de base do SI e respectiva simbologia.....	16
Tabela 2.2 – Unidades derivadas coerentes do SI no domínio da electricidade.....	16
Tabela 2.3 – Definição dos valores teóricos das unidades eléctricas ampere, volt, ohm, coulomb, farad, henry e weber adoptada pela 9ª CGPM em 1948.....	21
Tabela 2.4 – Definição, reprodução e realização das unidades eléctricas ampere, volt e ohm .....	23
Tabela 4.1 – Exemplos de combinações possíveis para a obtenção de valores de corrente no intervalo 10 $\mu$ A a 1 mA.....	101
Tabela 4.2 – Estabilidade da corrente para valores nominais entre 10 $\mu$ A e 70 $\mu$ A, considerando como tensão de referência, um conjunto de pilhas de mercúrio e duas referências electrónicas de tensão DC baseadas em díodos de zener .....	102
Tabela 4.3 – Determinação do Ganho, Erro de Zero e Erro de Linearidade do Voltímetro Utilizado para a medição de $V_H$ .....	106
Tabela 4.4 – Determinação do Ganho, Erro de Zero e Erro de Linearidade do Voltímetro Utilizado para a medição de $V_{xx}$ .....	107
Tabela 4.5 – Determinação do ganho, erro de zero e erro de linearidade do nanovoltímetro digital utilizado como detector de zero no potenciómetro de Josephson .....	116
Tabela 5.1 – Determinação do factor de expansão $k$ , considerando o número de graus de liberdade efectivo $\nu_{ef}$ , para uma distribuição $t$ -Student avaliada para uma probabilidade de 68,27 %, 95,45 % ou 99,73 % .....	139
Tabela 5.2 – Balanços de incerteza para a calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$ através da medição de uma razão, respectivamente, com um CCD ou MD, tendo como referência um padrão convencional .....	148
Tabela 5.3 – Intervalos de confiança considerando a determinação da incerteza associada ao CCD e ao MD, de acordo com a metodologia GUM.....	149
Tabela 5.4 – Elementos considerados para efectuar a simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$ através do CCD.....	149

Tabela 5.5 – Elementos considerados para efectuar a simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$ através do MD.....	150
Tabela 5.6 – Valor médio e incerteza associados à grandeza de saída $R_x$ , obtidos por simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$ através do CCD .....	151
Tabela 5.7 – Valor médio e incerteza associados à grandeza de saída $R_x$ , obtidos por simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$ através do método CCD .....	153
Tabela 5.8 – Comparação entre os limites associados a cada probabilidade, considerando as metodologias MMC e GUM para a determinação do valor médio e incerteza de uma resistência-padrão, através do CCD e do MD .....	154
Tabela 5.9 – Balanço de incerteza relativo à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$ , considerando o potenciómetro de Josephson e tendo como referência a resistência de Hall quantificada ( $i = 2$ ) .....	161
Tabela 5.10 – Intervalos de confiança considerando a incerteza associada ao potenciómetro de Josephson, determinada pela metodologia GUM.....	162
Tabela 5.11 – Balanço de incerteza para a calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$ através do método potenciométrico de Josephson e considerando como referência $R_s$ um padrão convencional .....	162
Tabela 5.12 – Elementos considerados para efectuar a simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$ através do método potenciométrico de Josephson e tendo como referência a RHQ .....	163
Tabela 5.13 – Resultados obtidos a partir da simulação numérica de Monte Carlo correspondente ao Potenciómetro de Josephson .....	165
Tabela 5.14 – Comparação entre os limites associados a cada probabilidade, considerando as metodologias MMC e GUM para a determinação do valor médio e incerteza de uma resistência-padrão através do potenciómetro de Josephson, tendo como referência o valor quantificado de uma amostra de Hall.....	166



Tabela 6.1 – Valores de resistência de um contacto de corrente ( $R_c I$ ) e de potencial ( $R_c V$ ) .....	172
Tabela 6.2 – Valores de $R_H$ , $\rho_{xx}$ e de $\Delta R_H$ correspondentes ao patamar $i = 2$ .....	178
Tabela 6.3 – Valores de $R_H$ e de $R_{xx}$ , considerando os mesmos valores de corrente, correspondentes ao patamar $i = 2$ .....	180
Tabela 6.4 – Medição potenciométrica da razão $R_x / R_s = 10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}} / 10 \text{ k}\Omega_{\text{J207}}$ .....	184
Tabela 6.5 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal $10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}}$ , considerando a corrente de medição de $85 \mu\text{A}$ .....	185
Tabela 6.6 – Medição potenciométrica da razão $R_x / R_s = 1 \text{ k}\Omega_{\text{327231}} / 10 \text{ k}\Omega_{\text{J207}}$ .....	186
Tabela 6.7 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal $1 \text{ k}\Omega_{\text{327231}}$ .....	187
Tabela 6.8 – Medição potenciométrica da razão $R_x / R_s = 100 \Omega_{\text{A2010}} / 1 \text{ k}\Omega_{\text{327231}}$ .....	187
Tabela 6.9 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal $100 \Omega_{\text{A2010}}$ .....	188
Tabela 6.10 – Medição potenciométrica da razão $R_x / R_H = 10 \text{ k}\Omega_{\text{J207}} / \text{LCIE-NP1}$ .....	189
Tabela 6.11 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal $10 \text{ k}\Omega_{\text{J207}}$ tendo como referência o valor quantificado do patamar $i = 2$ da amostra LCIE-NP1.....	190
Tabela 6.12 – Medição potenciométrica da razão $R_x / R_H = 10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}} / \text{LCIE-NP1}$ .....	191
Tabela 6.13 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal $10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}}$ tendo como referência o valor quantificado do patamar $i = 2$ da amostra LCIE-NP1.....	192
Tabela 6.14 – Desvio relativo da resistência-padrão $10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}}$ , tendo como referência o valor do padrão de $10 \text{ k}\Omega_{\text{J207}}$ e utilizando dois CCD e um MD .....	194
Tabela A1.1 – Características das leis de distribuição de probabilidade.....	203



## Glossário

2DEG	.....	two Dimensional Electron Gas (Gás bidimensional de electrões)
AC	.....	Alternate Current (Corrente Alternada)
BAAS	.....	British Association for the Advancement of Science
BCS	.....	Teoria de Bardeen, Cooper, Scieffer
BIPM	.....	Bureau International des Poids et Mesures
BNM-LCIE	.....	Bureau Nationale de Métrologie-Laboratoire Central des Industries Électriques
BNM-LNE	.....	Bureau Nationale de Métrologie-Laboratoire Nationale D'Essais
CCC	.....	Comparador de Corrente Criogénico
CCD	.....	Comparador de Corrente Contínua
CCE	.....	Comité Consultivo de Electricidade
CCEM	.....	Comité Consultivo para a Electricidade e Magnetismo
CCS	.....	Carbon-Ceramic Sensor
CGPM	.....	Conferência Geral de Pesos e Medidas
CGS	.....	Sistema de Unidades baseado nas unidades centímetro, grama e segundo
CIPM	.....	Comité Internacional dos Pesos e Medidas
CODATA	.....	Committee on Data for Science and Technology
CSIRO-NML	....	Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization, National Measurement Laboratory
DC	.....	Direct Current (Corrente Contínua)
DFM	.....	Danish Fundamental Metrology Laboratory
DI	.....	Designated Institutes
ECCS	.....	Electron Counting Capacitance Standard
EJ	.....	Efeito de Josephson
EHQ	.....	Efeito de Hall Quântico
EHQF	.....	Efeito Hall Quântico Fraccionário
ETL	.....	Electro-Technical Laboratory
EURAMET	.....	European Collaboration in Measurement Standards
FDP	.....	Função de Densidade de Probabilidade
f.e.m.	.....	Força electromotriz
GUM	.....	Guide to the Expression of Uncertainty of Measurement
IEC	.....	International Electrotechnical Commission
IEN	.....	Istituto Elettrotecnico Nazionale

iMERA	.....	implementing Metrology in the European Research Area
INETI	.....	Instituto Nacional de Engenharia, Tecnologia e Inovação
IPQ	.....	Instituto Português da Qualidade
ISO	.....	International Organization for Standardization
IUPAP	.....	International Union of Pure and Applied Physics
JVS	.....	Josephson Voltage Standard
LEP	.....	Laboratoires d'Electronique Philips
LHe	.....	Hélio líquido
LME	.....	Laboratório de Medidas Eléctricas
L&N	.....	Leeds and Northrup
LPI	.....	Lei de Propagação de Incerteza
MBE	.....	Molecular Beam Epitaxy
MD	.....	Multímetro Digital
METAS	.....	Metrologie und Akkrediterung Schweiz
MKS	.....	Sistema de Unidades baseado nas unidades mecânicas metro, quilograma e segundo
MKSA	.....	Sistema de Unidades baseado nas unidades metro, quilograma, segundo e ampere
MMC	.....	Método de Monte Carlo
MOCVD	.....	Metal-Organic Chemical Vapour Deposition
MOSFET	.....	Metal Oxide Semi-conductor Field Effect Transistor
NBS	.....	National Bureau of Standards
NIST	.....	National Institute of Standards and Technology
NMI	.....	National Metrology Institutes
NMIA	.....	National Measurement Institute of Australia
NML	.....	National Metrology Laboratory
NPL	.....	National Physics Laboratory
OIML	.....	Organisation Internationale de Métrologie Légale
PID	.....	Controlo proporcional, integral e diferencial
PIDDAC	.....	Programa de Investimentos e Despesas de Desenvolvimento da Administração Central
PJ	.....	Potenciómetro de Josephson
PJVS	.....	Programmable Josephson Voltage Standard
POE	.....	Programa Operacional da Economia
PTB	.....	Physikalisch-Technische Bundesanstalt

QED	.....	Quantum Electrodynamic Theory
QHR	.....	Quantum Hall Resistance
QHARS	.....	Quantum Hall Array Resistance Standard
QMT	.....	Quantum Metrology Triangle
QPS	.....	Quantum-Phase-Slip
REUNIAM	.....	Redefinition of the SI Base Unit Ampere
rf	.....	rádio frequência
RQH	.....	Resistência de Hall Quântica
SCT	.....	Single-Charge Tunnelling
SET	.....	Single Electron Tunnelling
SI	.....	Sistema Internacional de Unidades
SINIS	.....	Superconductor - Isolador - metal Normal - Isolador - Superconductor
SIS	.....	Superconductor-Isolator-Superconductor
SMT	.....	Standards Measurements and Testing
SNS	.....	Superconductor - metal Normal - Superconductor
SQUID	.....	Superconductor Quantum Interference Device
VA	.....	Válvula de Agulha
VTI	.....	Variable Temperature Insert
XRCD	.....	X-Ray Crystal Density



## Símbolos

símbolo	grandeza	unidades SI
$\alpha$	constante de estrutura fina	1/137,035 999 11
$\alpha, \beta$	coeficientes de temperatura de 1ª e 2ª ordem	$\Omega/K, \Omega/K^2$
$\varepsilon$	ruído aleatório no detector	V
$\varepsilon_0$	permitividade do vazio	$8,854\ 187 \cdot 10^{-12} \text{ F}\cdot\text{m}^{-1}$
$\varepsilon_F$	energia de fermi	eV
$\varphi$	coeficiente de tensão	ppm/V
$\gamma$	coeficiente de pressão	$\Omega / \text{Pa}$
$\gamma$	razão giromagnética do próton	$2,675222 \cdot 10^8 \text{ s}^{-1}\cdot\text{T}^{-1}$
$\mu$	mobilidade electrónica	—
$\mu_0$	permeabilidade do vazio	$1,256\ 6 \cdot 10^{-6} \text{ H}\cdot\text{m}^{-1}$
$\mu_B$	magnetão de Bohr	$9,274\ 008 \cdot 10^{-24} \text{ J}\cdot\text{T}^{-1}$
$v$	velocidade	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
$\nu$	número de graus de liberdade	—
$\nu_{ef}$	número de graus de liberdade efectivo	—
$\rho$	resistividade	$\Omega/\text{m}$
$\sigma$	condutividade	—
$\sigma(y)$	desvio-padrão de $y$	—
$\sigma^2(y)$	variância de $y$	—
$\Omega_{SI}$	ohm no SI	$\Omega$
$\Gamma$	largura de uma banda de energia	—
$A_{BI}$	unidade de corrente deduzida a partir dos	
	padrões primários do volt e do ohm	—

$aT$	deriva do detector e efeitos termoeléctricos	
	variando com tempo	—
$b$	efeitos termoeléctricos estáticos e correntes de fuga	
	do sistema	—
$B$	campo magnético	T
$c$	velocidade da luz no vazio	$2,997\,924 \cdot 10^8 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$
$C$	capacidade Eléctrica	F
$c_i$	coeficiente de sensibilidade	—
$e$	carga do electrão	$1,602177 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
$E$	energia	J
$E(X_i)$	valor esperado de $X_i$	—
$f$	frequência	Hz
$f$	função modelo associada ao procedimento de medição	—
$g$	factor de Landé	—
$g$	aceleração da gravidade	$9,806\,65 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$
$G$	ganho de voltímetro	—
$h$	constante de Planck	$6,6260689 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$
$i$	número inteiro identificativo do patamar de Hall	—
$I$	corrente eléctrica	A
$k$	factor de expansão	—
$k$	constante de Boltzmann	$1,380\,658 \cdot 10^{-23} \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}$
$K_J$	constante de Josephson	$483\,597,9 \text{ GHz/V}$
$l, L$	comprimento	m
$m_e$	massa do electrão livre	$9,109\,382 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$
$m^*, m_z$	massa efectiva do electrão	$0,068 m_e$
$n$	densidade de portadores	—



$n$	número inteiro de degraus de Josephson	—
$N$	número de espiras de um enrolamento	—
$N_A$	constante de Avogadro	$6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
$p_a$	pressão atmosférica	Pa, mmHg
$Q_x$	estimativa da carga elementar $e$	C
$R$	resistência eléctrica	$\Omega$
$R_c$	resistência de contacto	$\Omega$
$R_H$	resistência de Hall quantificada	$\Omega$
rh	humidade relativa	%
$R_K$	constante de von Klitzing	$25\,812,807 \Omega$
$R_L$	resistência de fios de ligação	$\Omega$
$R_{xx}$	resistência eléctrica da amostra de Hall	$\Omega$
$R_\infty$	constante de Rydberg	$1,097\,373 \cdot 10^7 \text{ m}^{-1}$
$s$	número quântico de spin	$\pm \frac{1}{2}$
$T$	temperatura	K
$u(x_i)$	incerteza-padrão associada a $x_i$	—
$u_c(y)$	incerteza-padrão combinada de $y$	—
$U$	incerteza expandida	—
$U, V$	tensão eléctrica	V
$V_g$	tensão de porta	V
$V_H$	tensão de Hall	V
$V_J$	tensão Josephson	V
$V_{xx}$	tensão eléctrica da amostra de Hall	V
$x_i$	estimativa da grandeza de entrada	—
$X_i$	grandeza de entrada	—
$y$	estimativa da grandeza de saída	—

$Y$  ..... mensuranda .....—

$\omega$  ..... frequência angular .....rad

# 1. SITUAÇÃO ACTUAL, OBJECTIVOS E OPÇÕES CONSIDERADAS

## 1.1. Introdução

O tema deste trabalho insere-se no domínio da metrologia eléctrica a nível primário, consistindo na especificação, implementação e optimização de um sistema experimental, recorrendo a dois efeitos quânticos, Efeito Hall Quântico (EHQ) e Efeito Josephson (EJ), e na sua aplicação metrológica à calibração primária de resistências-padrão DC, nomeadamente, no que se refere à transferência de valores óhmicos de amostras de Hall quantificadas para resistências-padrão convencionais.

Os padrões eléctricos quânticos para a tensão e a resistência baseados, respectivamente, no efeito Josephson e no efeito Hall quântico revolucionaram a metrologia eléctrica através da adopção internacional de novos padrões de tensão DC e resistência, tal como é descrito por Taylor, Witt e Quinn [1-3], e permitiram um expressivo aumento da uniformidade das medições entre os vários Institutos Nacionais de Metrologia (NMI), e da consistência com o Sistema Internacional de unidades (SI), bem como a diminuição das respectivas incertezas de medição, aumentando significativamente a exactidão relativa à representação destas unidades.

O EJ e o EHQ possibilitam a obtenção de referências imutáveis e de padrões intrínsecos para as unidades de tensão e resistência dependendo apenas das constantes fundamentais  $e$  e  $h$ . Estes efeitos quânticos são utilizados para materializar, manter e comparar estas unidades, proporcionando a obtenção de valores de referência inalteráveis com o tempo. A exactidão e a reprodutibilidade actualmente obtidas são cerca de duas ordens de grandeza superiores à incerteza da determinação do volt e do ohm no sistema internacional de unidades.

Dado que a maior parte das calibrações nos mais diversos domínios técnicos e científicos são efectuadas através de medições eléctricas, a calibração de resistências-padrão e de referências electrónicas de tensão, reveste-se da maior importância. Desde 1990 que os padrões primários de resistência e tensão contínua são padrões quânticos, baseados na realização dos efeitos quânticos de Hall e Josephson.

A descoberta do Efeito de Josephson em 1962 por Brian Josephson veio permitir a medição do volt com base em constantes fundamentais. O EJ é observado quando dois eléctrodos supercondutores, separados por uma camada isoladora de pequena espessura, *junção* de Josephson, são arrefecidos abaixo da sua temperatura de transição ( $T \cong 4,2$  K).

As junções de Josephson mais comuns e mais utilizadas em metrologia, do tipo SIS (Supercondutor-Isolador-Supercondutor), são constituídas por camadas supercondutoras de nióbio, separadas por uma barreira isoladora de óxido de alumínio de reduzida espessura ( $\approx$  alguns nm) susceptível de deixar passar uma corrente. Quando a corrente ultrapassa um valor crítico, a barreira isoladora torna-se resistiva e observa-se o aparecimento de uma tensão contínua,  $V$ , aos seus terminais, acompanhada de uma oscilação de corrente com a frequência  $f$ , de acordo com a relação:  $f = 2 e V / h$ , sendo  $2 e / h \cong 483\,597,9 \text{ GHz} \cdot \text{V}^{-1}$ . Expondo uma junção de Josephson a radiação de microondas de frequência  $f$  (alguns GHz) e variando o valor da corrente de polarização, a sua curva característica tensão/corrente apresenta uma série de degraus de tensão. Em cada um destes degraus o valor da tensão de Josephson,  $V_J$ , é dado por:

$$V_J(n) = \frac{n f h}{2e}$$

onde  $n$  (inteiro) identifica o número de degraus.

Sendo a tensão máxima fornecida por uma junção da ordem de 1 mV, é necessário associar conjuntos de junções em série de modo a obter valores de tensão superiores e melhorar a relação sinal ruído. Inicialmente vários laboratórios utilizaram apenas uma ou duas junções com tensões nominais da ordem dos mV, tal como é referido por Reymann [4]. Actualmente, são utilizados milhares de junções em série, designados matrizes de junções de Josephson, possibilitando valores desde algumas centenas de mV até cerca de 10 V.

Uma matriz de junções de Josephson gera uma tensão, cujo valor é calculado pela expressão  $V = n \cdot f \cdot h / 2e$  em que  $f$  é a frequência,  $h$  a constante de Planck e  $e$  a carga elementar.

A descoberta do Efeito de Hall Quântico em 1980 por Klaus von Klitzing veio permitir basear a representação do ohm em constantes fundamentais. O EHQ é observado em semicondutores de elevada mobilidade e com geometria específica, quando colocados em campos magnéticos elevados e submetidos a temperaturas da ordem de 1 K. Fazendo passar uma corrente  $I$  constante através de uma amostra, observa-se que na curva característica tensão transversal / campo magnético existem intervalos de campo magnético em que a tensão transversal  $V_H$  se mantém constante. Nestes intervalos, designados patamares de Hall, a resistência de Hall quantificada  $R_H(i)$ , definida pelo quociente entre a tensão de Hall do patamar de ordem  $i$  e a corrente que percorre a amostra é dada por:

$$R_H(i) = \frac{V_H(i)}{I} = \frac{h}{ie^2}$$

As primeiras medições efectuadas por von Klitzing em 1980 [5] possibilitaram a obtenção de resultados com valores de exactidão da ordem de  $10^{-6}$  e três anos mais tarde a exactidão obtida por Blik e Braun era já da ordem de  $10^{-7}$  [6], sendo actualmente possível em alguns NMI a obtenção de valores da ordem de  $10^{-9}$  para a relação entre os seus padrões nacionais e a resistência de Hall quantificada.

Para a obtenção de um padrão primário quântico de resistência DC é necessária a caracterização experimental de amostras de Hall, como é sugerido por Delahaye e Jeckelmann [7, 8], o que permite a materialização da unidade com incertezas típicas da ordem de  $10^{-8}$ . O método desenvolvido e implementado consiste na utilização de um padrão quântico de tensão DC, obtido através do EJ, para a medição de diferenças de potencial por via potenciométrica.

A relação entre o ohm e as unidades do SI é obtida através da determinação do valor quantificado da resistência de Hall,  $h/e^2$ , ou através da constante de estrutura fina,  $\alpha = \mu_0 \cdot c \cdot e^2 / 2 \cdot h$ . Existem dois métodos independentes que permitem determinar  $\alpha$  com elevada exactidão: relacionando  $\alpha$  através do EHQ com o valor de uma resistência, por seu lado referida em termos do  $\Omega_{SI}$  através do condensador calculável [9], o que possibilita valores de exactidão da ordem de  $10^{-7}$ , ou através do momento magnético anómalo do electrão [10], o qual permite uma exactidão de  $4 \cdot 10^{-8}$ .

Segundo as Recomendações 1 e 2 propostas pelo Comité Consultivo de Electricidade (CCE), aprovadas pelo 75º Comité Internacional dos Pesos e Medidas (CIPM) em 1986 [11] e pela 18ª Conferência Geral dos Pesos e Medidas (CGPM) (1987, Resolução nº 6) [12], a partir de 1 de Janeiro de 1990 as representações do volt e do ohm passaram a ser baseadas nos valores adoptados e respectivas incertezas para as constantes de Josephson  $K_{J-90} = (483\,597,9 \pm 0,2)$  GHz/V e de von Klitzing  $R_{K-90} = (25\,812,807 \pm 0,005)$   $\Omega$ .

A actividade metrológica fundamental, dedicada à ciência da medição, tem como pressupostos principais a definição das unidades de medida, a sua realização, através do desenvolvimento e implementação de padrões de medição, a manutenção ao mais elevado nível de exactidão, bem como o estabelecimento de cadeias de rastreabilidade [13]. O aumento da exactidão das medições tem sido uma exigência e um desafio permanentes para os Laboratórios Nacionais de Metrologia.

Actualmente, os padrões de medição são obtidos a partir de uma série de operações exemplificadas na Figura 1.1, onde é apresentada uma cadeia típica de comparações associada ao ohm e as respectivas incertezas relativas a cada nível de execução. Embora a incerteza-padrão associada à realização da unidade no SI, através do valor recomendado e adoptado pela comunidade internacional para a constante de von Klitzing, seja igual a  $\pm 2 \cdot 10^{-7}$ , este não é considerado quando se utiliza o valor da constante, por convenção.

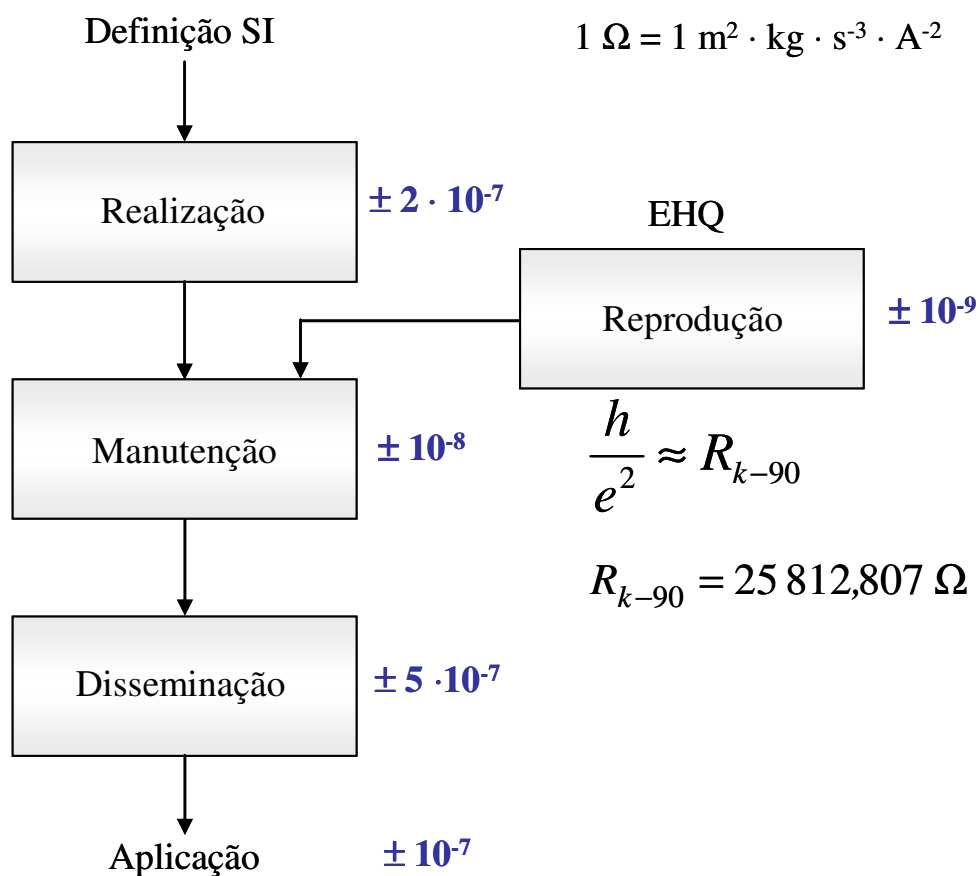


Figura 1.1 – Cadeia de comparações associada ao ohm e incertezas típicas.

## 1.2. Situação Actual e Opções Consideradas

A nível nacional, a unidade de resistência DC tem sido mantida através de um conjunto de resistências-padrão convencionais, de elevada exactidão, com valores nominais de  $1 \Omega$  e  $10 \text{ k}\Omega$ . A sua rastreabilidade é obtida através de comparações internacionais, realizadas com o *Bureau International des Poids et Mesures*, das unidades de resistência utilizando padrões de referência transportáveis, sendo a sua transferência

efectuada através de comparadores de corrente contínua e métodos potenciométricos clássicos. As capacidades de medição e calibração neste domínio, considerando a gama intermédia de valores óhmicos ( $1 \Omega$  a  $100 \text{ k}\Omega$ ) assumem valores da ordem de  $10^{-7}$ . Considerando que os equipamentos de medição possuem cada vez maior resolução torna-se imperativo desenvolver esforços no sentido de melhorar as existentes capacidades nacionais a nível primário.

Por outro lado, a utilização de padrões clássicos convencionais tem como principal inconveniente o facto de serem intrinsecamente instáveis, ou seja, os seus valores variam com o tempo, com diversos parâmetros de influência, tais como temperatura, pressão e humidade relativa, e de acordo com as condições de medição (corrente e/ou tensão aplicada). Estas variações assumem valores da ordem da incerteza da medição. As limitações associadas a esta utilização foram solucionadas através dos chamados padrões intrínsecos, baseados em constantes fundamentais.

Considerando como um dos principais objectivos dos laboratórios nacionais de metrologia o desenvolvimento de novos métodos e sua posterior aplicação à definição, materialização e disseminação de uma unidade com a exactidão exigida pela ciência e tecnologia actual, os efeitos quânticos de Josephson e Hall foram adaptados a uma utilização metrológica pelos principais NMI, dado que possibilitaram a materialização das unidades de tensão e de resistência através de padrões intrínsecos, permitindo:

- Determinar a instabilidade e a deriva com o tempo de padrões convencionais;
- Determinar o valor da unidade no SI;
- Eliminar os problemas da não uniformidade das representações das unidades adoptadas pelos vários NMI, através da utilização dos valores adoptados para as constantes de Josephson e de von Klitzing;
- A obtenção da rastreabilidade a Padrões Nacionais.

Este trabalho teve como foco principal a criação de meios técnicos adequados para assegurar a rastreabilidade nacional no domínio da resistência DC, com base no valor convencionalmente adoptado da constante de von Klitzing  $R_{K-90}$  para a realização do ohm utilizando o efeito Hall quântico, bem como a transferência de valores óhmicos de amostras de Hall quantificadas para resistências-padrão convencionais.

Os métodos de calibração de resistências utilizados a nível nacional tinham sido até agora maioritariamente métodos clássicos de comparação com valores de referência, baseados na medição de razões e usando comparadores de corrente e potenciômetros.

O método de transferência aqui proposto consiste na utilização de um padrão quântico de tensão DC, obtido através do EJ, para a medição de diferenças de potencial por via potenciométrica. Foram utilizadas como amostras de Hall heteroestruturas de GaAs/AlGaAs, cujos valores foram inicialmente transferidos para padrões convencionais de valor nominal 10 k $\Omega$ , em contentor termoestabilizado próprio. A disseminação destes valores é posteriormente efectuada por comparação com padrões de valor nominal na gama de 1  $\Omega$  a 100 k $\Omega$ , utilizando o mesmo método de medição. Para padrões de valor nominal igual ou superior a 1 M $\Omega$  a medição é efectuada por comparação utilizando uma ponte de Wheatstone modificada.

A obtenção de medidas de elevada exactidão, associada à disponibilidade de um padrão primário quântico de resistência DC e à transferência de valores óhmicos quantificados para resistências-padrão convencionais utilizando métodos potenciométricos, depende sobretudo das características da fonte de corrente utilizada, sendo a sua estabilidade um dos aspectos fundamentais a considerar. Deste modo, e estando as fontes de corrente comerciais limitadas a valores típicos de estabilidade da ordem de  $10^{-6}$ , o que é manifestamente insuficiente quando se pretendem efectuar medições com incertezas típicas de 0,01  $\mu\Omega/\Omega$ , foi implementada uma fonte de corrente DC, baseada essencialmente numa tensão de referência de elevada estabilidade e numa resistência igualmente de elevada estabilidade e de valor nominal seleccionável.

A concretização deste trabalho foi marcada pela necessidade de definir, materializar e manter a unidade de resistência em termos de um padrão intrínseco.

Para a realização destes objectivos foram considerados os seguintes aspectos de desenvolvimento e implementação:

- Especificação de parâmetros técnicos para a implementação de um sistema experimental de efeito Hall quântico;
- Montagem, integração e teste dos equipamentos *de per si* e do sistema global;
- Desenvolvimento de algoritmos para a implementação de módulos aplicativos para a completa automatização e controlo da instrumentação associada, aquisição, processamento e análise de dados;
- Estudos comportamentais e caracterizações de heteroestruturas de GaAs/AlGaAs para a obtenção de um padrão primário quântico de resistência DC, com os seguintes parâmetros de influência: corrente crítica, resistência de contactos,



temperatura, campo magnético e exactidão do valor quantificado do patamar, permitindo a materialização da unidade com incertezas típicas da ordem de  $10^{-8}$ ;

- Implementação de um sistema potenciométrico de calibração de resistências-padrão tendo como base um padrão quântico de tensão baseado no efeito Josephson;
- Desenvolvimento de uma fonte de corrente contínua de elevada estabilidade ( $\approx 10^{-8}$ ), recorrendo a pilhas de mercúrio e referências electrónicas de tensão;
- Definição de modelos matemáticos para a determinação da incerteza expandida associada aos sistemas considerados e a avaliação das componentes presentes no respectivo balanço de incertezas tendo em conta a sua distribuição de probabilidade, coeficientes de sensibilidade e número de graus de liberdade, considerando a metodologia definida no documento GUM e comparação destes valores com os obtidos através do método probabilístico de simulação numérica de Monte Carlo;
- Realização de estudos comparativos de validação de resultados (potenciómetro de Josephson *versus* pontes de medição).



## 2. SISTEMA INTERNACIONAL, GRANDEZAS, UNIDADES E PADRÕES

### 2.1. Introdução

A definição, a materialização e a disseminação das unidades esteve desde sempre relacionada com a possibilidade e/ou facilidade da medição, condicionada pela instrumentação disponível. O desenvolvimento da ciência da medição e dos métodos utilizados tem sido determinado pelo aumento da exigência de exactidão, sensibilidade, maior reprodutibilidade e repetibilidade e menores tempos de resposta, factores associados à crescente competitividade e à emergência de novas áreas no domínio científico e tecnológico, tais como as nano e as biotecnologias, à necessidade de suportar as tradicionais áreas da metrologia física, ao reconhecimento da importância da metrologia em áreas emergentes (medicina, segurança alimentar, ambiente). A física fundamental tem contribuído para o desenvolvimento do SI e para a rastreabilidade da medição, envolvendo a atribuição de vários prémios Nobel.

Nestes últimos anos têm surgido diversas questões, tal como é salientado por Kononogov [14], no sentido da redefinição das unidades de base do SI e da sua relação com constantes fundamentais, considerando a sua importância e aplicação a nível fundamental e/ou prático. As constantes fundamentais da física têm actualmente dois papéis principais em metrologia: por um lado, possibilitam a obtenção de grandezas invariáveis cuja medição proporciona informação relativamente à reprodutibilidade, disseminação e estabilidade das unidades SI e, por outro, estão implicitamente ou explicitamente incorporadas nas definições das unidades SI, sendo utilizadas na manutenção da reprodutibilidade das unidades secundárias. Em 2005, o BIPM adoptou uma recomendação [15] para a realização de medições preliminares no sentido da redefinição de quatro unidades base do SI: quilograma, ampere, Kelvin e mole. Mills [16] sugeriu algumas opções para as novas definições destas unidades, fixando quatro constantes fundamentais: constante de Planck, carga elementar, constante de Boltzmann e número de Avogadro.

No sentido de assegurar o desenvolvimento destas capacidades e garantir a necessária rastreabilidade foi implementado um programa Europeu, iMERA (Implementing Metrology in the European Research Area) [17], coordenado pelos NMI. Entre os aspectos que mais influenciaram o desenvolvimento e a evolução metrológica da medição estão, segundo Weiss [18], o aumento da exactidão e da estabilidade das referências utilizadas

para a materialização das unidades e também, tal como refere Pendrill [19], a implementação e o desenvolvimento de novos sistemas de medição desde a nanofísica à fotónica e ao desenvolvimento de técnicas mais exactas na produção de novos sensores.

Por outro lado, e segundo Petley [20], o período fértil do electromagnetismo no século XIX propiciou a definição de três séries de unidades: unidades electromagnéticas, unidades electrostáticas e unidades práticas. Apesar da unificação do electromagnetismo por Maxwell em 1873, foram necessários quase cem anos até à obtenção de um acordo internacional unificando as unidades eléctricas num único sistema – Sistema Internacional de Unidades [21].

O Sistema Internacional de Unidades, adoptado pela Conferência Geral de Pesos e Medidas, é uma referência internacionalmente aceite em termos da qual se definem as restantes unidades. A sua utilização é transversal e comum em meios científicos e tecnológicos, bem como nas mais variadas actividades no domínio da engenharia ou no comércio. As unidades de base do SI e as unidades derivadas formam um conjunto coerente não sendo assim necessária a conversão de unidades. Sendo este o único sistema globalmente reconhecido, permite um diálogo fácil e harmonizado *inter* sociedades em termos de grandezas e unidades.

O valor de uma grandeza é geralmente expresso pelo produto de um número e de uma unidade. A unidade é simplesmente um exemplo particular da grandeza relacionada e utilizada como referência e o número a razão entre o valor da grandeza e a unidade. No entanto, e como já tem sido provado pelas diversas ambiguidades criadas nos mais diversos domínios, tendo mesmo por vezes suscitado situações anómalas e originado graves problemas de uniformidade de linguagem em estados de decisão crítica, a importância de um conjunto de unidades bem definidas e universalmente aceites para a multiplicidade de medições que suportam a complexa sociedade a que pertencemos, torna imprescindível que estas unidades sejam constantes no espaço e no tempo e realizadas com elevada exactidão.

A criação de um sistema de unidades pressupõe à partida a definição de um sistema de grandezas, suportado por um sistema de equações definindo as relações de interdependência destas grandezas e determinando as relações entre as respectivas unidades. Por uma questão de simplicidade, foram inicialmente estabelecidas definições para um pequeno número de unidades, designadas unidades de base, e posteriormente definidas as unidades para as restantes grandezas, tendo como referência as unidades de base, designadas unidades derivadas. Paralelamente, as grandezas são descritas como

grandezas de base e grandezas derivadas, sendo as equações de definição utilizadas na determinação da expressão das respectivas unidades (unidades derivadas em termos das unidades de base). Assim, a escolha das unidades é efectuada após a selecção das grandezas e das respectivas equações de definição. A divisão das grandezas em grandezas de base e grandezas derivadas possui apenas carácter convencional, não tendo relevância física.

O número de grandezas derivadas de interesse científico e tecnológico poderá ser alargado sem limite, sempre que o desenvolvimento de novos domínios do conhecimento potencie o aparecimento e a representação de novas grandezas e das respectivas equações de definição em termos das grandezas existentes.

A 20 de Maio de 1875 dava-se um passo histórico para o início da uniformização mundial das medições através da assinatura da *Convenção do Metro*, em Paris, por dezassete países, entre os quais Portugal. Esta Convenção estabeleceu a criação do *Bureau International des Poids et Mesures*, tendo como principal missão a uniformização mundial das medições, baseada nas seguintes acções:

- Estabelecer padrões fundamentais e escalas para a medição das principais grandezas físicas e manter protótipos internacionais das mesmas;
- Realizar comparações de padrões nacionais e internacionais;
- Assegurar a coordenação dos correspondentes métodos de medição;
- Realizar e coordenar medições de constantes físicas fundamentais relevantes para as actividades desenvolvidas.

O BIPM desenvolve a sua actividade sob a supervisão exclusiva do Comité Internacional de Pesos e Medidas, o qual por sua vez é supervisionado pela Conferência Geral de Pesos e Medidas.

Inicialmente, a actividade do BIPM restringiu-se às unidades de comprimento e massa, as quais tinham sido recentemente redefinidas e largamente divulgadas com a *Convenção do Metro*:

- A *nova* medida de comprimento, o metro, foi definida como a décima milionésima parte de um quadrante do meridiano terrestre;
- E o quilograma, obtido directamente do metro, como a massa de um cubo de arestas de 1 dm de comprimento, contendo água destilada.

Posteriormente, a sua actividade foi alargada aos padrões de medida do domínio da electricidade (1927), fotometria e radiometria (1937), radiações ionizantes (1960), escalas de tempo (1988) e química (2000).

O CIPM é formado por Comitês Consultivos para os diversos domínios de actividade do BIPM. Estes são constituídos por representantes de Laboratórios Nacionais de Metrologia ou Institutos Designados (DI) sob o acordo do CIPM e são responsáveis pela coordenação das actividades realizadas nos diferentes domínios, propondo recomendações ao CIPM relativamente às várias unidades.

O Comité Consultivo para a Electricidade (CCE) foi estabelecido em 1927 pela 7ª CGPM, tendo desde 1997 a designação de Comité Consultivo para a Electricidade e Magnetismo (CCEM).

O SI, adoptado em 1948 pela 9ª CGPM, tem sido preferencialmente utilizado como linguagem científica e tecnológica. A designação de Sistema Internacional de Unidades foi estabelecida pela 11ª CGPM em 1960. A 10ª CGPM (1954, Resolução nº 6) e a 14ª CGPM (1971, Resolução nº 3) adoptaram como unidades de base deste sistema prático de unidades as unidades das seguintes sete grandezas: comprimento, massa, tempo, corrente eléctrica, temperatura termodinâmica, quantidade de matéria e intensidade luminosa. O SI é um sistema dinâmico que acompanha e reflecte as melhores práticas de medição paralelamente ao desenvolvimento técnico-científico, evoluindo no sentido de um sistema baseado em artefactos para um sistema essencialmente baseado em constantes fundamentais e processos atómicos. A definição e a realização de cada unidade de base SI são geralmente modificadas sempre que a ciência metrológica possibilita a sua medição com maior rigor e exactidão.

Actualmente, apenas a unidade de massa, o quilograma, é ainda definida em termos de um artefacto, o protótipo internacional do quilograma, mantido no BIPM e existindo cópias em diversos NMI (Portugal possui a cópia nº 69). Existem assim enormes vantagens quando comparamos as actuais definições das unidades, definidas em termos de constantes atómicas e fundamentais, relativamente aos respectivos artefactos. Com estas definições não dependem de parâmetros de influência, tais como condições ambientais, e sobretudo não derivam com o tempo. Além disso, podem ser realizadas em qualquer laboratório, simplificando e aperfeiçoando a rastreabilidade da medição de padrões primários. Como exemplo, salienta-se a descoberta dos efeitos quânticos de Josephson e Hall que possibilitam a obtenção de dois padrões quânticos no domínio da electricidade, permitindo a materialização, a manutenção e a disseminação das unidades volt e ohm com

exactidão superior à até então obtida. Estes efeitos quânticos terão ainda um papel determinante na actualização do SI, nomeadamente, tal como descrito na secção 2.5, pela abordagem para relacionar o quilograma com a constante de Planck  $h$  utilizando o sistema experimental da *balança de watt*, cujo princípio de funcionamento recorre à equivalência entre potência eléctrica e potência mecânica, sendo as grandezas eléctricas obtidas através dos efeitos quânticos de Josephson e Hall.

O actual SI é ainda e apenas um passo em direcção a um sistema mais unificado e coerente, tendo sempre como objectivo primordial assegurar a rastreabilidade em resposta às necessidades da sociedade.

Considerando que a maioria das unidades do SI são definidas em termos de constantes físicas fundamentais, possivelmente teremos em breve um sistema de unidades universal, não confinado ao nosso planeta mas mantendo-se válido em todo o universo.

## 2.2. Perspectiva Histórica

Em finais do século XIX alguns cientistas expressavam já dúvidas relativamente ao facto de se considerar características do nosso planeta como a base de um sistema de unidades.

Em 1870, Maxwell [22] sugeriu que se não deveriam referenciar as medidas de comprimento, tempo e massa no movimento ou na massa do nosso planeta mas sim considerar como referência um determinado comprimento de onda, frequência e uma massa molecular.

Em 1889, Max Planck foi um pouco mais longe ao afirmar que um sistema de unidades não deve ser baseado em átomos ou moléculas mas sim em constantes fundamentais, devendo ainda ser independente de qualquer substância material ou técnica de medição para permitir maior estabilidade e uniformidade a longo prazo.

Estes foram argumentos muito convincentes, sugerindo um caminho que a comunidade física tem tentado cumprir até à actualidade. Os progressos observados têm tido ritmos muito variados de acordo com a unidade considerada. Foi no caso do metro que o primeiro requisito de Maxwell se observou. Entre 1960 e 1983, a definição do metro era baseada na radiação emitida pelo átomo excitado de cripton, como 1 650 763,73 vezes o comprimento de onda da emissão vermelha-alaranjada de um átomo de Kr-86. Em 1983,

esta definição foi substituída pela actual definição do metro, baseada numa constante fundamental – velocidade da luz no vazio.

O sistema métrico decimal, sistema de unidades baseado no metro e no quilograma, surgiu após a revolução francesa de 1789, tendo como padrões dois artefactos (construídos numa liga com 90% de platina e 10 % de irídio) representando o metro e o quilograma, e depositados nos Arquivos Nacionais franceses, em Paris, em 1799.

Em 1832, Gauss incentivou fortemente a aplicação deste sistema métrico, considerando também a unidade de tempo, o segundo, como um sistema coerente de unidades para as ciências da física. Gauss foi pioneiro na realização de medições absolutas do campo magnético da terra em termos de um sistema decimal baseado nas três unidades mecânicas para as grandezas comprimento, massa e tempo (respectivamente milímetro, grama e segundo). A aplicação destas unidades no domínio da electricidade e do magnetismo foi posteriormente desenvolvida em 1860 por Maxwell e Thomson na *British Association for the Advancement of Science* (BAAS), formulando a necessidade de um sistema de unidades coerentes com unidades de base e derivadas. Em 1874 a BAAS introduziu o sistema CGS, sistema de unidades coerente tridimensional baseado em três unidades mecânicas (centímetro, grama e segundo) utilizando prefixos, do micro ao mega, para expressar submúltiplos e múltiplos decimais. Os valores das unidades coerentes CGS no domínio da electricidade e magnetismo provaram ser inconvenientes de modo que, em 1880, a BAAS e o Congresso Internacional da Electricidade (que antecedeu à IEC – *International Electrotechnical Commission*) aprovaram um conjunto de unidades práticas mutuamente independentes. Este conjunto de unidades considerava o ohm para a resistência eléctrica, o volt para a força electromotriz e o ampere para a corrente eléctrica.

Após a assinatura da *Convenção do Metro* e a criação do BIPM, cuja actividade é supervisionada pelo CIPM, actuando este sob autoridade da CGPM, foram iniciados esforços no sentido da construção de novos protótipos internacionais do metro e do quilograma. Em 1889 a primeira CGPM aprovou dois destes protótipos bem como o segundo astronómico para unidade de tempo. Estas três unidades constituíram assim o sistema de unidades mecânico tridimensional MKS, baseado no metro, quilograma e segundo.

Em 1901 Giorgi demonstrou que era possível combinar as unidades mecânicas do sistema MKS com unidades eléctricas, constituindo um sistema coerente, a quatro dimensões, juntando o ampere ou o ohm, e reescrever as equações do electromagnetismo na forma racionalizada. A proposta de Giorgi revelou-se precursora e decisiva, tendo sido



entusiasticamente discutida pelo IEC e pela União Internacional de Física Pura e Aplicada (IUPAP). Em 1939, foi proposta pelo CCE a adopção do sistema MKSA, baseado no metro, quilograma, segundo e ampere, tendo a mesma sido aprovada pelo CIPM em 1946.

Em 1954 através da 10ª CGPM, Resolução nº 6, foi aprovada a inclusão do ampere, do kelvin e da candela como unidades de base, respectivamente, para a corrente eléctrica, temperatura termodinâmica e intensidade luminosa. Este sistema assumiu então a designação de Sistema Internacional de Unidades, com abreviatura SI, em 1960 pela 11ª CGPM. Em 1971 a 14ª CGPM adoptou a actual versão do SI com sete unidades de base, pela adição da mole como unidade da quantidade de matéria.

### 2.3. Grandezas e Unidades

A definição das relações exactas entre grandezas que caracterizam fenómenos físicos permite obter a sua descrição de forma simbólica. Assim surge a necessidade da existência de unidades de medida, através das quais se possa comparar o valor de qualquer grandeza. Por definição [13], grandeza é a propriedade de um fenómeno, corpo, ou substância, que se pode exprimir quantitativamente sob a forma de um número e de uma referência. Uma unidade de medida é uma grandeza escalar, definida e adoptada por convenção, com a qual qualquer outra grandeza da mesma natureza pode ser comparada, sendo a relação entre estas grandezas expressa sob a forma de um número. A medição de uma grandeza é o processo experimental que permite obter um ou mais valores razoavelmente atribuíveis a essa grandeza.

A Tabela 2.1 apresenta as sete grandezas (possuindo cada uma dimensão própria) e unidades de base do SI, bem como a respectiva designação e símbolo.

As restantes grandezas são derivadas e expressas em termos das grandezas de base. As unidades derivadas do SI são produtos de potências de unidades de base e com factor numérico unitário. Uma unidade derivada coerente do SI é definida unicamente em termos de unidades de base. Como exemplo, são indicadas na Tabela 2.2 as unidades derivadas coerentes do SI no domínio da electricidade.

Grandeza de base			Unidade de base	
Nome	Símbolo da grandeza	Símbolo da dimensão	Nome	Símbolo da unidade
Comprimento	$l, x, r, \text{etc.}$	L	metro	m
Massa	$m$	M	quilograma	kg
Tempo	$t$	T	segundo	s
Intensidade de corrente eléctrica	$I$	I	ampere	A
Temperatura termodinâmica	$T$	$\Theta$	kelvin	K
Quantidade de matéria	$n$	N	mole	mol
Intensidade luminosa	$I_v$	J	candela	cd

Tabela 2.1 – Grandezas e Unidades de base do SI e respectiva simbologia [21].

Grandeza derivada	Designação	Símbolo	Expressa em outras unidades SI	Expressa em unidades de base SI
Potência, fluxo radiante	watt	W	J/s	$\text{m}^2 \text{kg s}^{-3}$
Carga eléctrica, quantidade de electricidade	coulomb	C		A·s
Diferença de potencial, força electromotriz	volt	V	W/A	$\text{m}^2 \text{kg s}^{-3} \text{A}^{-1}$
Intensidade de campo eléctrico	volt por metro	V/m		$\text{m kg s}^{-3} \text{A}^{-1}$
Fluxo magnético	weber	Wb		$\text{m}^2 \text{kg s}^{-2} \text{A}^{-1}$
Densidade de fluxo magnético, indução magnética	tesla	T	Wb/m <sup>2</sup>	$\text{kg s}^{-2} \text{A}^{-1}$
Intensidade de campo magnético	ampere por metro	A/m		
Capacidade eléctrica	farad	F	C/V	$\text{m}^{-2} \text{kg}^{-1} \text{s}^4 \text{A}^2$
Resistência eléctrica	ohm	$\Omega$	V/A	$\text{m}^2 \text{kg s}^{-3} \text{A}^{-2}$
Condutância eléctrica	siemens	S	A/V	$\text{m}^{-2} \text{kg}^{-1} \text{s}^3 \text{A}^2$
Indutância	henry	H	Wb/A	$\text{m}^2 \text{kg s}^{-2} \text{A}^{-2}$

Tabela 2.2 – Unidades derivadas coerentes do SI no domínio da electricidade [23].

As suas dimensões são dadas por produtos de potências das dimensões das grandezas de base, através das respectivas relações de definição. Geralmente, a dimensão de uma grandeza  $Q$  é escrita na forma de produto dimensional do tipo:

$$\dim Q = L^\alpha M^\beta T^\gamma I^\delta \Theta^\varepsilon N^\zeta J^\eta \quad (2.1)$$

sendo,  $L$ ,  $M$ ,  $T$ ,  $I$ ,  $\Theta$ ,  $N$  e  $J$  o símbolo correspondente à dimensão das sete grandezas referidas e  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ,  $\varepsilon$ ,  $\zeta$  e  $\eta$  os respectivos expoentes (inteiros, positivos, negativos ou nulos). Por exemplo, a dimensão da grandeza velocidade é dada por  $L T^{-1}$ , da força por  $L M T^{-2}$  e a dimensão da grandeza energia dada por  $L^2 M T^{-2}$ .

Embora as sete grandezas de base – comprimento, massa, tempo, corrente eléctrica, temperatura termodinâmica, quantidade de matéria e a intensidade luminosa – sejam consideradas independentes por convenção, as respectivas unidades de base – o metro, quilograma, segundo, ampere, kelvin, mole e candela – são interdependentes, como se observa na Figura 2.1. Assim, o metro integra a definição do segundo; o ampere está relacionado com o metro, quilograma e segundo; a mole integra a definição do quilograma e a candela está relacionada com o metro, o quilograma e o segundo.

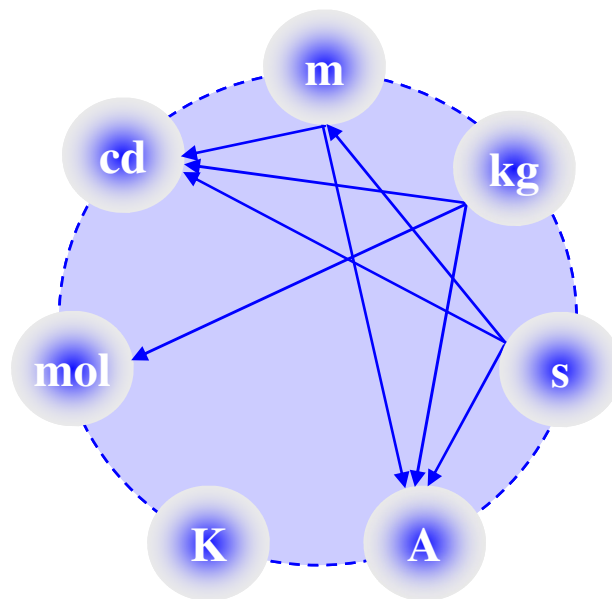


Figura 2.1 – Relação de dependência entre as unidades de base do SI.

Existem, no entanto, grandezas que não podem ser definidas em termos das sete grandezas de base do SI, tendo a natureza de uma contagem, tal como no caso de um número de moléculas ou na degenerescência de um estado em mecânica quântica (o

número de estados independentes com a mesma energia), sendo consideradas grandezas adimensionais ou grandezas de dimensão 1.

Individualmente, cada país tem regras estabelecidas, através de legislação própria, no que se refere à utilização das unidades numa base nacional, quer para uso geral quer para actividades no domínio comercial, ambiental, da saúde, da segurança e da educação. Na maior parte dos países, tal como em Portugal, esta legislação encontra-se baseada no SI. A Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML), fundada em 1955, tem como missão a harmonização internacional da legislação a nível metrológico.

## 2.4. Evolução Metrológica das Unidades Eléctricas

### 2.4.1. Padrões Materiais e Unidades

No século XIX, os experimentalistas referiam as diferenças de potencial como um determinado número de células electroquímicas e o valor de uma resistência eléctrica associado ao comprimento de um fio de cobre tal como é descrito por Lynch [24]. Em 1848, circularam as primeiras cópias de um *padrão* de resistência e em 1860 Siemens sugeriu a utilização de um padrão igualmente arbitrário mas mais reprodutível, constituído por um tubo de mercúrio de 1 metro de comprimento, com uma secção de  $1 \text{ mm}^2$ . Em 1861, Charles Bright e Latimer Clarck demonstraram a necessidade da existência de padrões materiais que permitissem representar as unidades de tensão, resistência, capacidade e corrente, embora ainda existisse a ambiguidade dos conceitos *unidade* e *padrão*.

Em 1863 a unidade de resistência assumiu a sua actual designação, ohm, (atribuído em homenagem ao físico alemão Georg Ohm).

Em 1865 a BAAS adoptou um padrão de resistência, constituído por enrolamentos de fio metálico em tubos de cobre de forma anelar e com parafina no seu interior (Figura 2.2), tendo um valor nominal ajustado a  $10^7 \text{ m/s}$  (sistema cgs)<sup>1</sup>. Esta concepção permitia o controlo térmico através da sua imersão em água. Posteriormente, foram utilizados enrolamentos com combinações de outros materiais, tais como, prata e platina, prata e ouro e prata e irídio.

Em 1883 alguns laboratórios ainda definiam o ohm como a resistência de uma coluna de mercúrio de 106 cm de comprimento e  $1 \text{ mm}^2$  de secção. Com o aumento da

---

<sup>1</sup> A resistência de um condutor de comprimento  $L$  e secção  $A$  é dada por:  $R = \rho \cdot L / A$ , sendo  $\rho$  a resistividade;  $1 \text{ n}\Omega = 1 \text{ s}\cdot\text{cm}^{-1}$  (unidades electromagnéticas cgs).

exactidão da medição (nesta altura da ordem de 1 parte em  $10^5$ ), a dimensão do comprimento foi corrigida para 106,3 cm, valor adoptado para o *ohm internacional*.

No caso da diferença de potencial eram utilizadas duas definições, a de um sistema químico (amostra de Daniel ou pilha de cobre) ou a de um dispositivo que permitisse a medição de uma diferença de potencial. Esta última prevaleceu durante algum tempo, não se tendo revelado fácil a construção de tal dispositivo. O electrómetro de Thomson surgiu em 1867 e possuía a capacidade máxima de medição de 6 500 pilhas de Daniel ( $\approx 7$  kV) e era sensível a incrementos de uma célula.



Figura 2.2 – Resistência-padrão da BAAS, 1865.

Em 1881 Thomson definiu a unidade de corrente, para a qual Helmholtz propôs o nome de ampere.

Em 1893 verificou-se o primeiro acordo internacional para as unidades eléctricas. Foram introduzidas as chamadas *unidades internacionais* para a corrente e a resistência com as definições do *ampere internacional* e do *ohm internacional*, confirmadas pela Conferência Internacional de Londres em 1908. Esta designação deu lugar à de *unidades absolutas* em 1948, na 9ª CGPM que adoptou o *ampere* para unidade de corrente eléctrica.

As unidades foram definidas por padrões materiais, uma coluna de mercúrio para o ohm, uma determinada massa de prata depositada numa pilha electrolítica para definir o ampere e uma determinada fracção do potencial de uma pilha de Clark (substituída em 1908 pela pilha de Weston) para definir o volt. A pilha-padrão de Weston também conhecida como pilha de cádmio (constituída por dois eléctrodos, um de mercúrio e outro de mercúrio-cádmio, tendo como electrolito uma solução de sulfato de cádmio), cuja

imagem se apresenta na Figura 2.3, tinha uma força electromotriz nominal de 1,018 V e um coeficiente térmico da ordem de  $40 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  a  $20\text{ }^\circ\text{C}$ . Esta tinha a vantagem de ser mais facilmente transportada e utilizada como padrão de medição.

Em 1946, foram aceites pelo CIPM as propostas de definição dos valores teóricos das unidades ampere, volt, ohm, coulomb, farad, henry e weber (Tabela 2.3), adoptadas em 1948 pela 9ª CGPM. A 14ª CGPM, em 1971 adoptou o nome siemens, símbolo S, para a unidade eléctrica condutância.



Figura 2.3 – Pilha-padrão de Weston.

Por fim, e de acordo com a 6ª Resolução da 18ª CGPM, a partir de 1 de Janeiro de 1990 as representações do volt e do ohm passaram a ser baseadas nos valores convencionalmente aceites para as constantes de Josephson e de von Klitzing com incertezas-padrão relativas, respectivamente, de  $4 \cdot 10^{-7}$  e  $2 \cdot 10^{-7}$ .

A medição de constantes fundamentais da física tem demonstrado um impacto cada vez mais significativo na realização e na medição de elevada exactidão de grandezas eléctricas, associadas à definição das unidades base do SI e à reprodutibilidade das unidades secundárias. Periodicamente são efectuados ajustes de mínimos quadrados às constantes físicas fundamentais de modo a obter uma série de valores, recomendados internacionalmente, mutuamente consistente. Os dados para a realização destes ajustes provêm de constantes auxiliares e de dados de entrada estocásticos. Os primeiros são constantes definidas, tais como  $c$  ou  $\mu_0$ , ou tal como  $R_\infty$  com incerteza associada suficientemente pequena comparada com a incerteza dos dados estocásticos de entrada com os quais estão associadas, sendo consideradas como exactas.

<b>Unidade / Símbolo</b>	<b>Definição adoptada pela 9ª CGPM em 1948</b>
<b>ampere / A</b> (unidade de corrente eléctrica)	O ampere é a intensidade de uma corrente constante que, mantida em dois condutores paralelos, rectilíneos, de comprimento infinito, de secção circular desprezável e colocados à distância de 1 metro um do outro no vazio, produziria entre estes condutores uma força igual a $2 \cdot 10^{-7}$ newton por metro de comprimento.
<b>volt / V</b> (unidade de diferença de potencial e de força electromotriz)	O volt é a diferença de potencial entre dois pontos de um condutor percorrido por uma corrente constante de 1 ampere, quando a potência dissipada entre estes dois pontos é igual a 1 watt. ( $V = m^2 \cdot kg \cdot s^{-3} \cdot A^{-1}$ )
<b>ohm / <math>\Omega</math></b> (unidade de resistência eléctrica)	O ohm é a resistência eléctrica entre dois pontos de um condutor quando uma diferença de potencial constante de 1 volt, aplicada nestes dois pontos, produz no condutor uma corrente de 1 ampere, não sendo o condutor sede de qualquer força electromotriz. ( $\Omega = m^2 \cdot kg \cdot s^{-3} \cdot A^{-2}$ )
<b>coulomb / C</b> (unidade de quantidade de electricidade)	O coulomb é a quantidade de electricidade transportada num segundo por uma corrente de 1 ampere. ( $1 C = 1 A \cdot s$ )
<b>farad/ F</b> (unidade de capacidade)	O farad é a capacidade de um condensador entre as lâminas do qual surge uma diferença de potencial de 1 volt quando é carregado por uma quantidade de electricidade de 1 coulomb. ( $F = m^{-2} \cdot kg^{-1} \cdot s^4 \cdot A^2$ )
<b>henry / H</b> (unidade de indutância)	O henry é a indutância de um circuito fechado no qual é produzida uma força electromotriz de 1 volt quando a corrente eléctrica no circuito varia uniformemente a uma taxa de 1 ampere por segundo. ( $H = m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-2}$ )
<b>weber / Wb</b> (unidade de fluxo magnético)	O weber é o fluxo magnético no qual, ligando um circuito de uma volta, produz nele uma força electromotriz de 1 volt se este for reduzido para zero a uma taxa uniforme de 1 segundo. ( $Wb = m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-1}$ )

Tabela 2.3 – Definição dos valores teóricos das unidades eléctricas ampere, volt, ohm, coulomb, farad, henry e weber adoptada pela 9ª CGPM em 1948 [21, 25].

A realização de ajustes às constantes físicas fundamentais, a atribuição de incertezas, bem como a recomendação internacional dos respectivos valores é efectuada sob os auspícios da CODATA (<http://physics.nist.gov/cuu/Constants/>).

O ajuste das unidades eléctricas, efectuado em 1969, foi acompanhado pelo valor recomendado, pelo CCE, para a razão giromagnética do protão. A medição deste valor pelo método de campo elevado contribuiu para a exactidão da realização do ampere e as respectivas medições em campo fraco para a determinação da constante de estrutura fina e do ohm. Mais tarde, em 1983, foi considerado um outro ajuste tal como é referido e descrito por Taylor [26] e posteriormente em 1986 e 1988 [27] foi efectuado um novo ajuste, com a adopção das constantes quânticas  $K_J$  e  $R_K$ .

Tuninsky [28] e Petley [29] analisam e discutem estatisticamente as diferenças e as derivas entre as unidades eléctricas previamente mantidas, baseadas em artefactos, e as

respectivas alterações devidas à introdução das constantes fundamentais, através dos efeitos quânticos, e as suas implicações no SI.

A Figura 2.4 representa algumas das ligações entre as unidades de base do SI (círculos vermelhos) e constantes fundamentais e atómicas (rectângulos verdes). As unidades de base do SI estão ligadas às grandezas mensuráveis através de constantes universais e imutáveis da física. As unidades definidas em termos de constantes fundamentais podem ser realizadas em qualquer NMI, simplificando e aperfeiçoando o sistema de rastreabilidade. As incertezas dos valores das grandezas SI estão limitadas ao conhecimento existente dos fenómenos físicos associados e à capacidade de realização das unidades com a exactidão necessária e não pelas limitações intrínsecas dos próprios fenómenos.

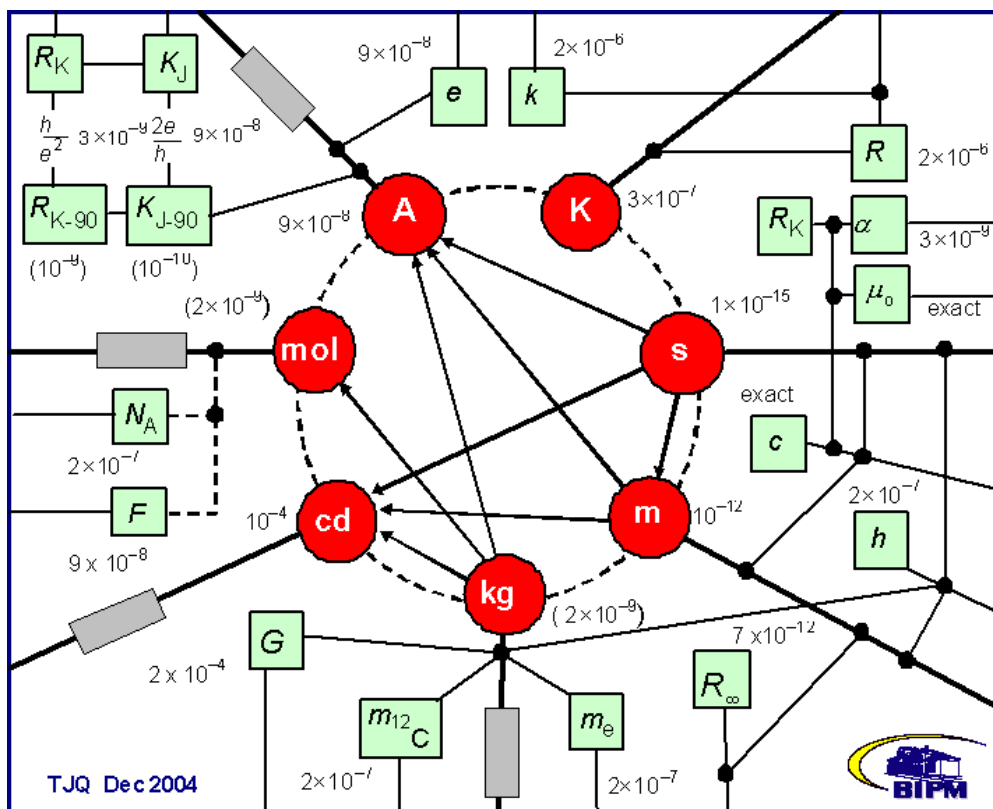


Figura 2.4 – Relação entre as sete unidades de base do SI (círculos vermelhos), constantes fundamentais e atómicas (rectângulos verdes) e incertezas-padrão associadas às respectivas realizações práticas; rectângulos cinzentos reflectem o desconhecimento existente sobre a estabilidade a longo prazo do artefacto que representa o quilograma e os seus efeitos na realização prática das definições do ampere, mole e candela (Terry Quinn, BIPM, Dez. 2004).



## 2.4.2. Representação Laboratorial e Relações de Definição do Ampere, Volt e Ohm

É importante distinguir entre a definição de uma unidade e a sua realização. A realização absoluta de uma unidade, através da sua definição no SI, permite obter o valor e a incerteza associada dessa grandeza. A realização do ampere (unidade de base do SI), do ohm e do volt (unidades derivadas do SI), directamente e em termos das suas definições, é bastante complexa. Actualmente, os métodos de maior exactidão utilizados na realização das unidades eléctricas estão baseados em efeitos quânticos: o volt realizado através do efeito Josephson e o ohm através do efeito Hall quântico, estando estas unidades apenas relacionadas com constantes fundamentais. A realização do ampere é efectuada através da combinação da realização do watt (valor de potência correspondente à libertação de energia de 1 joule em 1 segundo), do ohm ou do volt  $\left(A = \frac{V}{\Omega} = \frac{W}{V}\right)$  ou  $A^2 = \frac{W}{\Omega}$ . As unidades eléctricas SI são definidas em função das unidades mecânicas assumindo a igualdade entre energia mecânica e energia eléctrica. O watt realizado electricamente é comparado com o watt mecanicamente realizado, através da *balança de watt*, considerando a igualdade entre potência eléctrica e potência mecânica ( $V I = m g v$ ). O ohm é realizado utilizando o condensador de Thompson-Lampard e o volt através de uma balança na qual é medida uma força electrostática em termos de uma força mecânica. O ampere pode assim ser deduzido através da combinação de quaisquer duas destas unidades, sendo a sua incerteza relativa estimada da ordem de algumas partes em  $10^7$ . O ampere, o ohm e o volt podem também ser determinados pela medição de várias combinações de constantes físicas. A Tabela 2.4 sintetiza algumas formas de realizar e reproduzir estas três unidades eléctricas, apresentadas nos pontos seguintes.

	Ampere	Volt	Ohm
<b>Definição</b>	1 A	1 V = 1 s <sup>-3</sup> · m <sup>2</sup> · kg · A <sup>-1</sup>	1 Ω = 1 s <sup>-3</sup> · m <sup>2</sup> · kg · A <sup>-2</sup>
<b>Reprodução</b>	Razão Giromagnética do Protão  $I = \text{constante} \cdot f / \gamma_p$	Efeito Josephson  $V_J = n \cdot h / (2e)$ <i>Const. Josephson</i>	Efeito Hall Quântico  $R_H = h / (i \cdot e^2)$ <i>Const. von Klitzing</i>
<b>Realização Directa</b>	Balança de Corrente	Balança de Tensão	Condensador Calculável
<b>Realização Indirecta através de constantes fundamentais</b>	$A = \sqrt{\{\gamma_1\} / \{\gamma_2\}}$	$V = A \cdot \Omega$	$\Omega = \alpha \cdot \frac{2}{\{\mu_o\}\{c_o\}} \left\{ \frac{h}{e^2} \right\}$
<b>Manutenção e Disseminação</b>	Pilhas-Padrão, Resistências-Padrão, Efeito Josephson, Efeito Hall Quântico	Pilhas-Padrão, Referências Electrónicas de Tensão, Efeito Josephson	Resistências-Padrão, Efeito Hall Quântico

Tabela 2.4 – Definição, reprodução e realização das unidades eléctricas ampere, volt e ohm.

### 2.4.2.1. Unidade de Corrente Eléctrica

Depois da determinação fundamental do ampere através da balança de corrente em 1972, a unidade de corrente eléctrica foi determinada por métodos de ressonância magnética nuclear, apresentados e descritos por Elnékavé e Schlesok [30, 31]. A partir da relação existente entre a frequência de precessão dos prótons num campo magnético de indução  $B$  mede-se a frequência em dois campos de diferente intensidade, sendo  $\gamma$  o coeficiente giromagnético do próton a constante de proporcionalidade. Na experiência em campo fraco, efectuada num solenóide em campo homogéneo, a intensidade da corrente  $I_1$  que o percorre é inversamente proporcional ao coeficiente giromagnético:

$$\gamma = \frac{K_1}{I_1} = \frac{K_1}{I_{1-BI}} \left( \frac{A}{A_{BI}} \right) \equiv \gamma_{1-BI} \left( \frac{A}{A_{BI}} \right) \quad (2.2)$$

sendo  $A_{BI}$  a unidade de corrente deduzida a partir dos padrões primários do volt e do ohm,  $A$  o valor do ampere no SI,  $I_{1-BI}$  a intensidade de corrente expressa em  $A_{BI}$ ,  $K_1$  uma constante e  $\gamma_{1-BI} = \frac{K_1}{I_{1-BI}}$ . Na experiência em campo forte, para qual a indução é avaliada a partir da acção exercida sobre um condutor percorrido por uma corrente  $I_2$ , cujo valor é directamente proporcional a  $\gamma$ :

$$\gamma = K_2 I_2 \equiv K_2 I_{2-BI} \frac{A_{BI}}{A} \equiv \gamma_{2-BI} \left( \frac{A_{BI}}{A} \right) \quad (2.3)$$

sendo  $K_2$  uma constante e  $\gamma_{2-BI} = K_2 I_{2-BI}$ . Igualando as expressões anteriores obtém-se:

$$\frac{A_{BI}}{A} = \left( \frac{\lambda_{1-BI}}{\gamma_{2-BI}} \right)^{1/2} \quad (2.4)$$

Schlesok [31] identifica os componentes de incerteza associados a cada um dos métodos, obtendo incertezas de 5 ppm e 8 ppm, respectivamente, para  $\gamma$  e  $A$ .

Um método alternativo de determinação absoluta do ampere consiste na medição de uma força  $F$ , no mesmo campo de um electroímã, exercida sobre um enrolamento

percorrido pela corrente  $I$ , e em seguida a força electromotriz  $V$  induzida pelo deslocamento deste à velocidade  $v$ , obtendo-se a seguinte relação:

$$\frac{F}{I} = \frac{V}{v} \quad (2.5)$$

Considerando a lei de ohm, o ampere é determinado em função das grandezas mecânicas  $F$  e  $v$  e do valor da resistência  $R$ .

Posteriormente, Tarbeyev [32] propôs um método alternativo para a realização do ampere através de uma técnica de levitação de uma massa supercondutora.

Actualmente, e de acordo com resultados experimentais já bastante satisfatórios, a tendência será a representação do ampere em termos da carga elementar através do efeito de *Single Electron Tunneling* (SET). Este efeito, recorre à tecnologia de filmes finos, para a obtenção de estruturas que permitam confinar electrões únicos possibilitando a sua contagem. Em 2003, no âmbito do projecto Europeu *Count* [33], foi implementado um dispositivo de bombeamento de electrões e um de contagem (para valores da ordem 1 pA). Neste projecto foram testadas junções baseadas em microfilamentos de crómio colocados em série, sobre os quais é forçada uma corrente eléctrica. Os electrões são transferidos quase regularmente e *contados* através de um conjunto capacitivo acoplado a um transístor. Foram obtidos valores de correntes da ordem de 1,5, 3 e 4 pA, respectivamente, com frequências de bombeamento de 10, 20 e 30 MHz.

As limitações existentes estão relacionadas com o facto dos valores de corrente obtidos ainda serem extremamente baixos ( $\approx 1$  pA) e elevada incerteza associada ( $\approx 10^{-6}$ ), o que uma vez ultrapassado poderá conduzir à realização do ampere através do SET.

#### 2.4.2.2. Unidade de Diferença de Potencial

A realização do volt no SI é efectuada através do sistema experimental da balança de tensão, tal como a implementada no PTB em 1989 [34], baseada no princípio da conservação de energia e na comparação entre uma força electrostática e uma força mecânica, sendo a incerteza associada, da ordem de  $10 \mu\text{V}/\text{V}$ , elevada face às actuais exigências instrumentais. Até ao início dos anos 70, a unidade laboratorial de tensão DC era definida e mantida através do valor médio de um grupo de pilhas-padrão do tipo Weston (tendo cada uma um valor nominal de 1,018 V) ou através de referências electrónicas de tensão baseadas em díodos de zener (de valor nominal 1 V, 1,018 V e

10 V). Estas, tais como quaisquer outros artefactos, são intrinsecamente instáveis e dependentes de diversos parâmetros de influência.

Contrariamente, a estabilidade de referências de tensão baseadas no EJ dependem apenas da exactidão da frequência, actualmente da ordem de 1 parte em  $10^{13}$  (através de relógios atômicos de césio). Assim, desde 1972, alguns NMI utilizam o efeito Josephson, materializado por matrizes de junções (Figura 2.5), para *definir*, manter e disseminar a unidade de tensão. A relação obtida,  $V_n = n f h / (2e) = n f / K_J$ , permite relacionar o volt com a frequência tendo como constante de proporcionalidade a razão de constantes fundamentais  $h / 2e$ , cuja exactidão depende da exactidão da medição da frequência. A constante de Josephson  $K_{J-90} = 483\,597,9$  GHz/V, foi adoptada internacionalmente em 1990, como valor exacto. A obtenção deste valor foi baseada na média pesada dos valores de  $K_J$  obtidos pela realização SI do volt e de outros métodos experimentais.

Os principais parâmetros de influência na observação deste efeito são o tipo de superconductor utilizado, a geometria da junção e da respectiva matriz, a sua temperatura de transição, o valor e a exactidão da frequência de microondas e a potência associada.

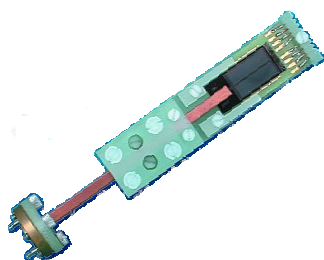


Figura 2.5 – Arranjo de 2400 junções de Josephson ligadas em série para produzir valores de tensão até 2 V: dimensão de (5 x 19) mm.

Foi recentemente implementado no PTB um conjunto programável de junções de Josephson de 10 V para tensão AC, com frequência de 50 Hz, constituído por 70 000 junções supercondutoras, utilizado para definir e rastrear a unidade de potência eléctrica. Uma incerteza de  $1 \mu\text{W}/\text{VA}$  é obtida na medição de um padrão de potência quântico, incerteza da mesma ordem de grandeza da que é obtida quando a unidade é rastreada através de conversores térmicos e da comparação de potência AC com potência DC através do efeito termoeléctrico. Isto permite uma evolução significativa na rastreabilidade directa da potência eléctrica em termos de grandezas quânticas, contribuindo também para a redefinição do SI e para a constituição de uma base de unidades eléctricas em termos de constantes fundamentais.

### 2.4.2.3. Unidade de Resistência Eléctrica

A realização absoluta do ohm no SI e tal como é definida na Tabela 2.3 é dificilmente conseguida com reduzidos valores de incerteza. Até 1960 o ohm foi determinado pela comparação AC de sistemas de enrolamentos de valor variável com resistências-padrão. O teorema desenvolvido em 1956 pelos físicos Australianos Thompson e Lampard permitiu a realização absoluta do ohm através do condensador calculável [35, 36].

Neste caso, a realização de uma capacidade é efectuada através de um condensador constituído por quatro condutores cilíndricos verticais, tendo uma capacidade cruzada dependente apenas da medição de um comprimento, dada pela expressão  $C = l \cdot (\epsilon_0 / \pi) \ln 2$ , sendo  $l$  o comprimento transversal do condensador e  $\epsilon_0 = 1 / (\mu_0 c^2)$  a permissividade no vazio. A capacidade  $C$ , a uma determinada frequência angular  $\omega$ , é relacionada com uma resistência AC de  $10 \text{ k}\Omega$ ,  $R = 1 / \omega \cdot C$ , transferida depois para um valor DC. O padrão de trabalho do laboratório, habitualmente de valor nominal  $1 \Omega$ , é obtido após a sequência de comparações  $10 \text{ k}\Omega - 100 \Omega$  e  $100 \Omega - 1 \Omega$ . Esta cadeia de comparações é efectuada através de uma resistência de valor seleccionável tipo Hamon [37] (associação de resistências série-paralelo criada por Bruce Hamon em 1954) e que permitia a comparação de resistências de valores nominais de razão 100.

Desde 1968 e durante cerca de 20 anos o padrão de resistência foi mantido através do condensador calculável de Thompson-Lampard pelo CSIRO (NMI Australiano), Figura 2.6, beneficiando do *know-how* e da cooperação científica de outros NMI. Este método permitia a determinação do ohm com incertezas típicas da ordem de 1 parte em  $10^7$ . Em 1977, de acordo com o inquérito realizado pelo BIPM [38], vários NMI utilizavam este método para a representação do ohm.

As representações do ohm assim mantidas eram depois relacionadas com as realizações no SI através da comparação de padrões. Durante mais de duas décadas, a unidade de resistência no SI foi mantida pelo BIPM monitorizando periodicamente a deriva de um conjunto de padrões representando o ohm do BIPM,  $\Omega_{\text{BIPM}}$ , relativamente à realização da unidade no SI através do condensador calculável efectuada no NMI [39], com uma incerteza de  $6,2 \cdot 10^{-8}$  ( $1 \sigma$ ).



Figura 2.6 – Imagem do sistema experimental do condensador calculável de Thompson-Lampard implementado no CSIRO.

Embora este método permita a realização absoluta do ohm com uma incerteza máxima da ordem de 1 parte em  $10^7$ , é na prática uma experiência de difícil execução. Assim, considerando que:

- O valor da maioria dos padrões de referência de resistência eléctrica se altera significativamente com o tempo;
- Um padrão laboratorial de resistência baseado no EQH possui valores estáveis e reprodutíveis;
- O estudo detalhado efectuado por vários NMI forneceu um valor para a constante de von Klitzing  $R_{K-90}$ ;

a CIPM decidiu recomendar a adopção da constante  $R_{K-90}$  por todos os NMI que baseiem as suas medições de resistência no EQH.

A adopção da constante  $R_{K-90}$  para a resistência de Hall quantificada [40] como a base para um novo padrão de resistência, materializado por amostras de Hall, conduziu a um aumento significativo do número de comparações de resistências-padrão [41], particularmente entre os laboratórios que possuíam sistemas de medição de RQH (Resistência de Hall Quântica) e de condensadores calculáveis, tal como no caso do ETL (Electro-technical Laboratory – Japão) e do NBS (National Bureau of Standards – Estados Unidos), o que possibilitou a determinação do valor SI da RQH baseado no valor de uma resistência-padrão de  $10\text{ k}\Omega$  obtido através do condensador calculável, respectivamente,

com uma incerteza de  $0,26 \mu\Omega/\Omega$  [42] e de  $0,02 \mu\Omega/\Omega$  [43]. A Figura 2.7 sintetiza esquematicamente duas abordagens distintas na determinação absoluta do ohm.

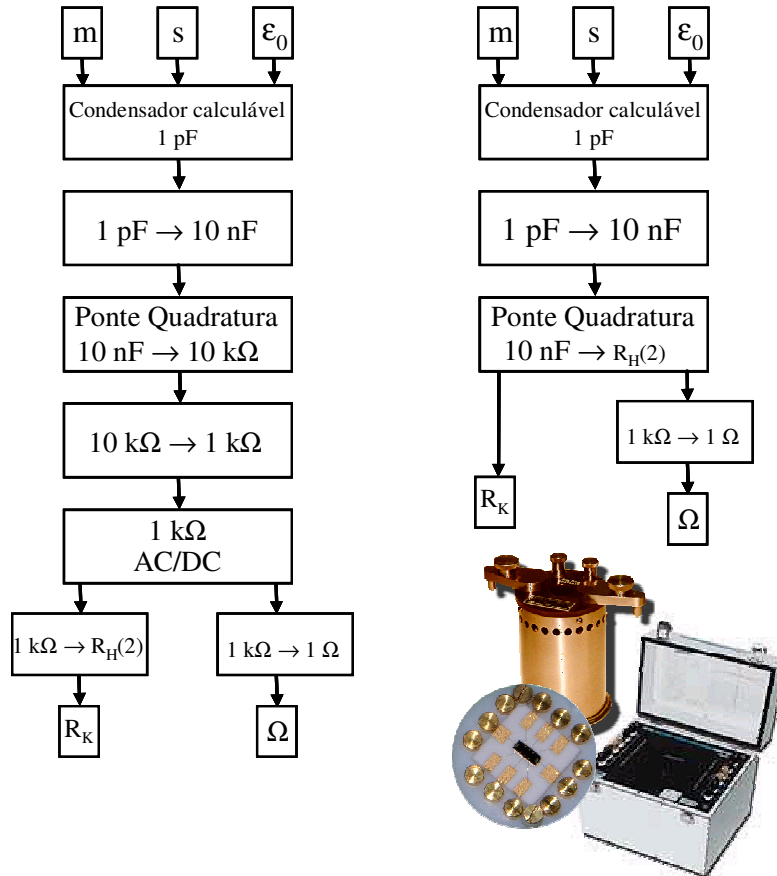


Figura 2.7 – Diagrama esquemático da determinação absoluta do ohm.

Em 1989 foi efectuada uma comparação de padrões entre o CSIRO e o NBS [44] num período de quinze meses e envolvendo 3 resistências de  $1 \Omega$ , tipo Thomas (constituídas por uma liga de Evanohm) e uma resistência de  $10 \text{ k}\Omega$  e uma amostra de Hall, através de quatro métodos distintos, tendo sido obtida uma concordância média e uma incerteza de  $(1,366 4 \pm 0,008 1) \mu\Omega/\Omega$ . A unidade  $\Omega_{\text{NML}}$  era mantida por referência directa ao condensador calculável do NML, através do valor médio de 4 resistências-padrão de  $1 \Omega$  tipo Thomas, e a unidade  $\Omega_{\text{NBS}}$  baseada no valor médio de 5 resistências-padrão de  $1 \Omega$  tipo Thomas, cuja medição era efectuada através da RQH.

Actualmente, o EHQ permite a materialização da unidade de resistência com uma incerteza duas ordens de grandeza inferior relativamente à determinação da unidade no SI.

A Figura 2.8 mostra os resultados obtidos na medição directa (1-7: baseados no

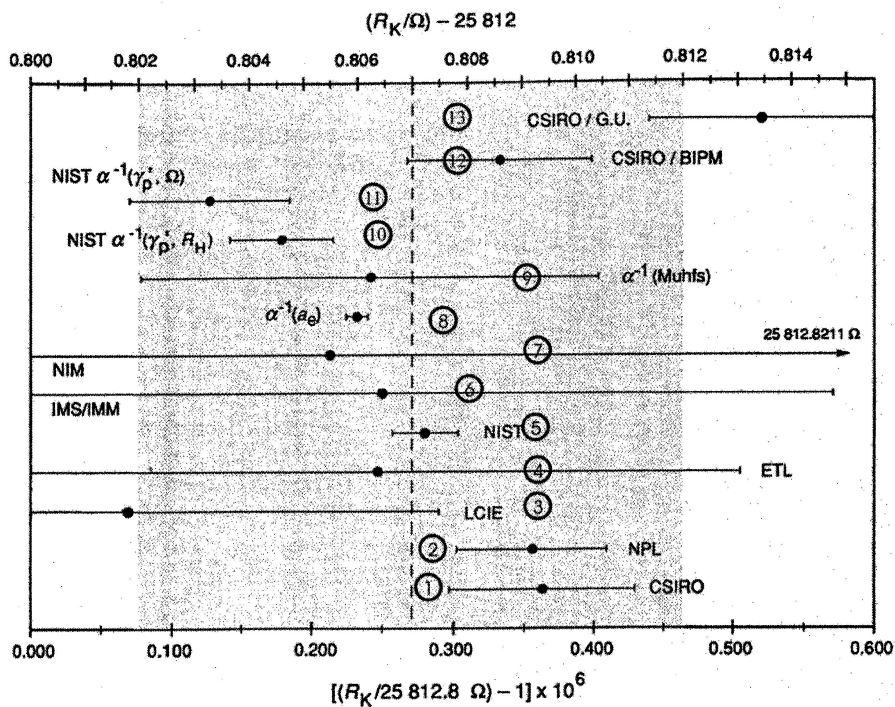


Figura 2.8 – Resultados da medição directa (de 1 a 7), indirecta (de 8 a 11) e de uma comparação interlaboratorial (12 e 13) para obter o valor recomendado da constante de von Klitzing  $R_K$  (linha vertical a tracejado) e respectiva incerteza-padrão (área sombreada) [H. Bachmair, 46].

condensador calculável), indirecta (8-11: considerando a relação  $R_K = h/e^2 = 0,5 \alpha^{-1} \mu_0 c$ ) e baseados numa comparação interlaboratorial de padrões (12-13) [45] da constante de von Klitzing, utilizados para a adopção do valor recomendado internacionalmente e respectiva incerteza-padrão.

Recentemente, o NMI Australiano em colaboração com o BIPM implementou um *novo* condensador calculável de Thompson-Lampard, Figura 2.9, com o objectivo de aumentar a exactidão das medidas, tornando-as comparáveis com as obtidas através do EHQ, tal como apresentado por Barry Inglis na CGPM em 2007 [47].

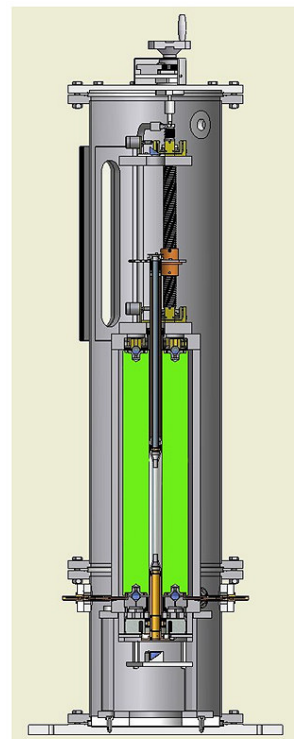


Figura 2.9 – Secção de um novo condensador calculável de Thompson-Lampard implementado no NMIA – Austrália [47].



## 2.5. Triângulo Quântico Metrológico

O triângulo quântico metrológico (QMT), tal como referido por Keller [48], proporciona a avaliação da exactidão de três padrões quânticos no domínio eléctrico: padrão de tensão de Josephson, resistência quântica de Hall e padrão quântico de corrente ou carga, baseado no efeito de *single-electron tunneling* ou *single-charge tunneling* (SCT). Uma amostra de SCT permite controlar a transferência de carga, produzindo uma corrente quantificada  $I$ , dada por  $I = n_2 \cdot Q_X \cdot f_2 \equiv n_2 \cdot e \cdot f_2$ , sendo  $f_2$  a frequência,  $n_2$  igual a 1 ou 2 consoante a carga corresponde a um electrão ou a um par de Cooper, respectivamente, e  $Q_X$  definida como uma estimativa da carga elementar  $e$ . Os primeiros resultados obtidos com um conjunto de cinco junções de túnel evidenciaram uma quantificação de corrente ao nível de 1 parte em  $10^6$  para valores de 6,4 pA [49].

A exactidão das medições proporcionada pelos efeitos quânticos tem sido vastamente estudada, teórica e experimentalmente, existindo várias abordagens relativas à avaliação da coerência destas medições. Numa das primeiras experiências efectuadas no BNM-LCIE e referidas por Piquemal [49], foi possível avaliar a coerência das constantes envolvidas nos três fenómenos quânticos, a constante de Josephson  $K_J$ , a constante de von Klitzing  $R_K$  e a *nova* constante  $Q_X$ , com uma incerteza da ordem de 1 parte em  $10^5$ , limitada apenas pela dificuldade associada à amplificação do valor de corrente (da ordem do pA para o nA). Elmquist [50] refere a introdução de algumas alterações relativamente ao sistema descrito por Piquemal, possibilitando a obtenção de valores de corrente no intervalo de 2 pA a 10 nA.

O QMT, esquematicamente representado na Figura 2.10, é constituído pelos padrões de tensão,  $V$ , resistência,  $\Omega$ , e corrente,  $A$ . Cada um destes padrões relaciona a respectiva grandeza com a constante de Planck  $h$  e/ou com a carga elementar  $e$ :

- o padrão de tensão de Josephson (JVS) implementado à frequência  $f_J$  e correspondente ao degrau de ordem  $n$  possui um valor de tensão:

$$V_{JVS} = n \cdot f_J / K_J$$

com  $K_J = \frac{2e}{h} (1 + \varepsilon_J)$ ;

- o padrão de resistência de Hall quantificada correspondente ao patamar de ordem  $i$  tem uma resistência:

$$R_{QHR} = R_K / i$$

com  $R_K = \frac{h}{e^2} (1 + \varepsilon_K)$ ;

- o padrão de corrente de *single-electron tunneling* implementado à frequência  $f_S$  produz uma corrente:

$$I_{SET} = Q_S f_S$$

com  $Q_S = e (1 + \varepsilon_S)$ ;

Nestas equações  $\varepsilon_J$ ,  $\varepsilon_K$  e  $\varepsilon_S$  denotam o valor do desvio relativamente ao valor teórico do padrão quântico.

Combinando as três equações anteriores através da lei de Ohm, obtém-se:

$$\frac{n_J f_J}{K_J} = \frac{R_K}{i} Q_S f_S \quad (2.6)$$

$$n_J i \frac{f_J}{f_S} = K_J R_K Q_S \quad (2.7)$$

considerando os respectivos valores de  $\varepsilon \ll 1$ :

$$\frac{1}{2} n_J i \frac{f_J}{f_S} = 1 + \varepsilon_J + \varepsilon_K + \varepsilon_S \quad (2.8)$$

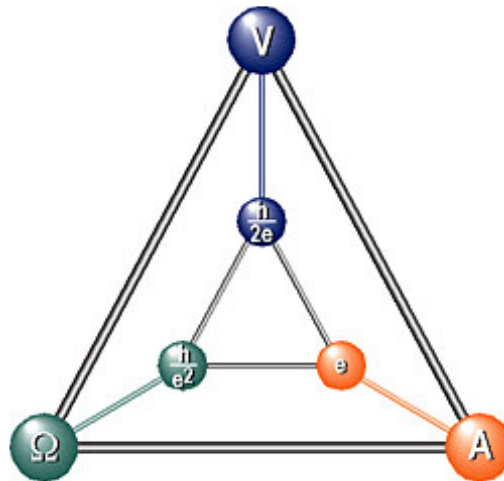


Figura 2.10 – Triângulo quântico metrológico: grandezas relacionadas pela lei de Ohm; relação entre as unidades eléctricas A, V e  $\Omega$  e as constantes fundamentais  $e$  e  $h$ .

Na prática é possível determinar os termos à esquerda na equação anterior, com incerteza relativamente reduzida, de modo a que este primeiro termo seja igual a 1. Se as três relações quânticas forem exactas, obtém-se a igualdade  $1 = 1$ , e a realização

experimental do QMT é dada por  $1 = 1 + \Delta_{exp} \pm u_{exp}$ , onde  $\Delta_{exp}$  é o desvio relativamente à igualdade e  $u_{exp}$  a respectiva incerteza-padrão. Para valores de  $\Delta_{exp}$  inferiores a  $u_{exp}$  o resultado obtido permite *fechar* o QMT e estimar, em simultâneo, a exactidão dos três padrões quânticos e as respectivas correcções. A desvantagem desta metodologia consiste no facto de as correcções de dois ou de três dos efeitos (dependendo do sinal algébrico de cada correcção) se poderem anular mutuamente, sendo importante que cada um dos lados do triângulo possa ser testado por métodos independentes.

A CIPM lançou um desafio internacional, no âmbito do projecto EURAMET - T1 J1.3 REUNIAM – “Redefinition of the SI base unit ampere”, para a redefinição do ampere com base em constantes fundamentais.

Neste *novo* SI a unidade eléctrica de base, o ampere, será conceptualmente definida pelo produto  $e \cdot f$ . Até agora os efeitos quânticos que permitem materializar a unidade de tensão e de resistência através das constantes  $e$  e  $h$ , possibilitam a realização do V e do  $\Omega$  com uma exactidão muito superior à obtida pelo efeito de *Single Charge Transport*, o qual possibilita a definição da corrente eléctrica através da carga elementar  $e$ . Sendo a relação  $e \cdot f$  utilizada apenas em regime de baixa frequência a utilização destes valores de corrente é muito limitada.

O principal objectivo deste projecto, organizado em duas vertentes com diferentes abordagens na implementação do SCT, consiste na determinação experimental do produto  $K_J \cdot R_K \cdot Q_x$ , (teoricamente igual a 2) considerando válidos os respectivos modelos ( $K_J = 2e/h$ ,  $R_K = h/e^2$  e  $Q_x = e$ ). Numa das variantes a corrente  $e \cdot f$  é amplificada e induzida aos terminais de uma resistência cujo valor é determinado em função da constante von Klitzing  $R_K$ , sendo a correspondente diferença de potencial comparada com a tensão de Josephson  $K_J^{-1} \cdot f$ . A outra aproximação consiste na utilização de  $N$  ciclos de frequência  $f$  para captar  $N$  cargas elementares num condensador cujo valor  $C$  é determinado em função da constante  $R_K$  pela relação  $2\pi f' C \sim R_K^{-1}$ . A tensão aos terminais do condensador é então comparada com a tensão Josephson  $K_J^{-1} f'$ , tal como na primeira abordagem. Considerando que os valores de  $f$ ,  $f'$  e  $f''$  são determinados com elevada exactidão ( $\approx 10^{-13}$ ), ambos os casos permitem a determinação de  $K_J \cdot R_K \cdot Q_x$  com elevada exactidão. Os actuais dispositivos de SCT permitem *fechar* o triângulo metrológico com uma incerteza da ordem de  $10^{-7}$ .

Numa outra abordagem é utilizado um dispositivo de SCT de corrente elevada, baseado no efeito “Quantum-Phase-Slip” (QPS) em que é utilizado um nano circuito

híbrido do tipo supercondutor-semicondutor. Neste caso, observa-se a existência de patamares de corrente (Figura 2.11). Comparativamente ao SCT, este efeito possibilita a obtenção de valores de corrente mais elevados, da ordem de alguns nA.

Uma forma alternativa à que é representada na Figura 2.10, exemplificada por Keller em [51], o QMT (Figura 2.12) pode também ser avaliado através da combinação dos sistemas experimentais da balança de Watt, do condensador calculável e de um padrão de capacidade baseado na contagem de electrões (ECCS – *Electron Counting Capacitance Standard*), o que permite obter o valor da carga elementar quântica  $Q_s$  em função da unidade SI coulomb.

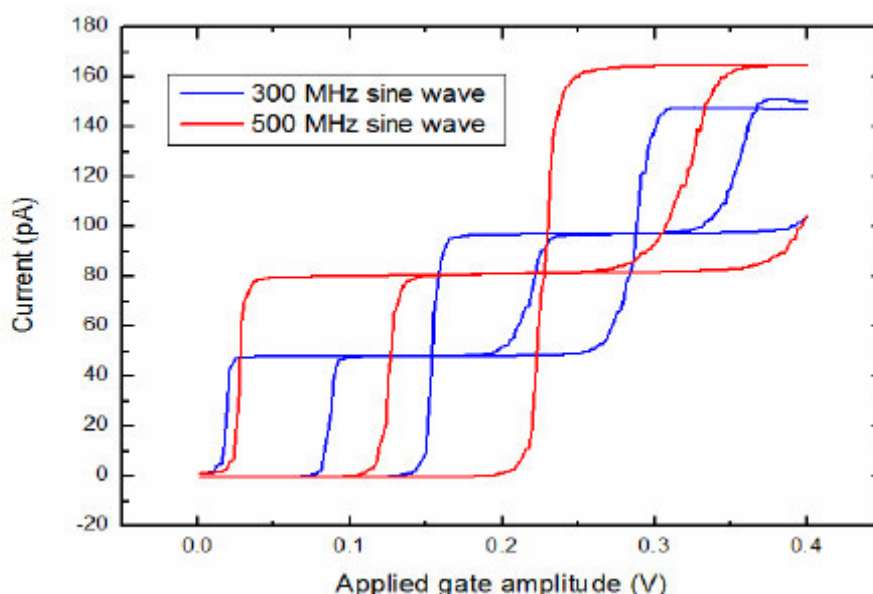


Figura 2.11 – Corrente num dispositivo de SCT em função da tensão de porta aplicada, com três valores de *offset*. O patamar a 160 pA corresponde ao bombeamento de 2 electrões por ciclo com  $f = 500$  MHz (fonte: projecto T1 J1.3 REUNIAM - EURAMET).

A importância deste resultado deve-se ao facto de ser independente dos efeitos quânticos Josephson e Hall, evitando as possíveis correcções atrás referidas, possibilitando a avaliação das correcções existentes na relação  $Q_s = e$ . Este triângulo é baseado na

equivalência entre potência eléctrica e mecânica, ou seja,  $mgv = \frac{U^2}{R}$ , correspondendo o

primeiro termo à potência mecânica de uma massa  $m$  com velocidade  $v$  num campo gravitacional com aceleração  $g$ , e o segundo à potência eléctrica. A combinação de resultados obtidos através destes três sistemas possibilitou a obtenção dos seguintes valores:  $(Q_s / e) - 1 = (-0,09 \pm 0,92) \cdot 10^{-6}$ .

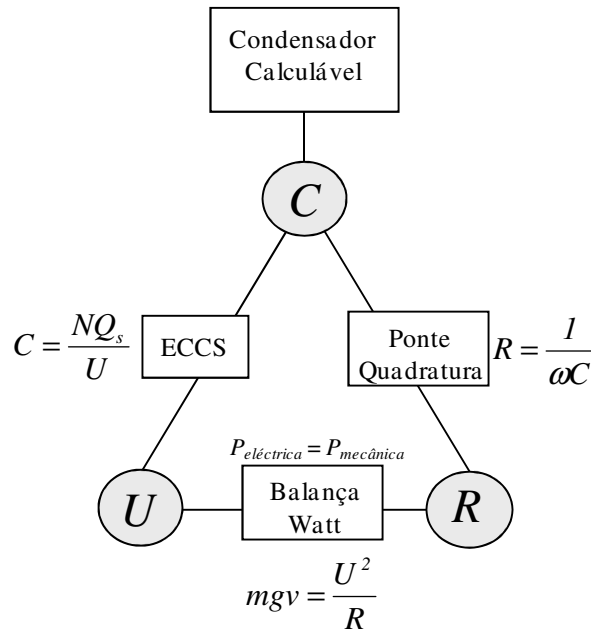


Figura 2.12 – Triângulo metrológico, considerando a balança de Watt, o condensador calculável e o padrão de capacidade, baseado na equivalência entre potência eléctrica e mecânica.

A realização do triângulo quântico metrológico (Figura 2.13) possibilitará a validação experimental da coerência das relações que definem os três efeitos quânticos, deduzidas e analisadas por Milton [52], e contribuirá para a redefinição de um *novo* e coerente SI. Simultaneamente, a redefinição da unidade de massa será provavelmente influenciada por estes resultados, sendo a balança de watt uma das mais promissoras opções para esta redefinição, relacionando a *nova* definição do quilograma com as constantes  $e$  e  $h$  através dos efeitos quânticos do domínio eléctrico, como apresentado na próxima secção.

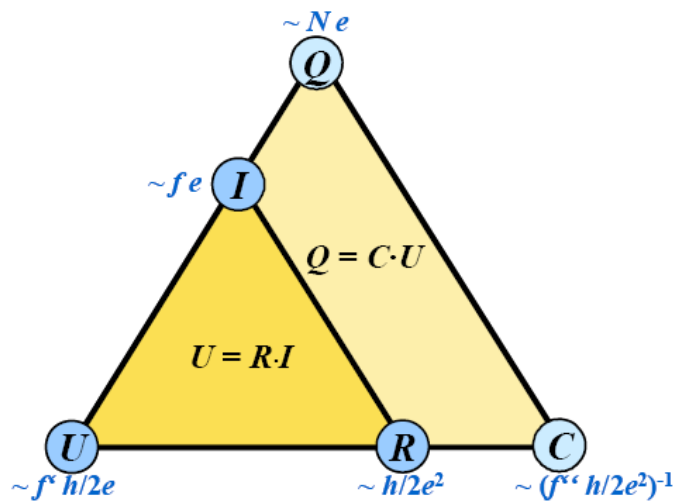


Figura 2.13 – Triângulo quântico metrológico: grandezas relacionadas através de  $U = RI$  e  $Q = CU$ .

## 2.6. Balança de Watt e Redefinição do SI

Como referido atrás, actualmente, o quilograma é a única unidade de base do SI definida, em termos de um artefacto material, materializado por um protótipo mantido no BIPM. A utilização de um protótipo como padrão material de uma unidade tem inúmeras desvantagens, nomeadamente, a alteração do seu valor com o tempo, com condições ambientais e parâmetros de influência e alterações físicas e químicas do próprio padrão.

O quilograma pode ser relacionado com diferentes constantes fundamentais ou massas atómicas, tal como é apresentado e discutido por Becker [53], em termos da constante de Planck através da *balança de watt* e em termos de uma unidade de massa atómica e do número de Avogadro utilizando silício cristalino.

A segunda hipótese, conceptualmente mais fácil, consiste na comparação da massa de um determinado e conhecido número de átomos com uma massa macroscópica. Esta comparação permite determinar o quilograma como um múltiplo de uma massa atómica, o que é equivalente à determinação da constante de Avogadro  $N_A$ , conhecendo à partida a massa molar dos átomos respectivos. Uma das dificuldades associadas a este método deve-se essencialmente à disponibilidade de um número de átomos suficientemente grande e bem determinado para efectuar a comparação. Foram seguidas duas aproximações diferentes: uma pelo PTB que acumulou uma massa de iões de ouro e de bismuto obtida através de um feixe de iões [54] e outra baseada no método de densidade de cristais por raios-X (XRCD), que consiste na determinação do número de átomos de silício na superfície de um monocristal esférico de silício. O número de átomos é determinado pelo volume unitário da célula e pelo volume da esfera de silício. Esta experiência faz parte de um projecto de cooperação europeu, envolvendo alguns NMI. A incerteza associada a esta técnica, limitada pela determinação da composição isotópica da esfera, é actualmente de 3 partes em  $10^7$  [55].

A outra classe de técnicas electro-mecânicas relaciona o quilograma com a constante de Planck  $h$ . Actualmente a abordagem com maiores probabilidades de sucesso é a chamada *balança de watt*, inicialmente sugerida por Kibble em 1975 [56] e actualmente em implementação em vários NMI. Eichenberger [57] descreve as principais características e o desempenho associado a três destes sistemas experimentais implementados no NPL, no NIST e no METAS.

Na Figura 2.14 é apresentada uma imagem da balança de watt implementada no BIPM, o que demonstra de algum modo a sua complexidade. O seu princípio de

funcionamento é baseado na equivalência entre potência eléctrica e potência mecânica, sendo as grandezas eléctricas obtidas através dos efeitos quânticos de Josephson e Hall. Estes dois efeitos, relacionam as grandezas eléctricas com as constantes fundamentais  $e$  e  $h$  e permitem estabelecer uma relação entre uma massa macroscópica e a constante  $h$ . A experiência da balança de watt é constituída por duas fases, estando a primeira relacionada com uma pesagem e a segunda com um movimento. Na primeira, esquematicamente representada na Figura 2.15, uma balança suspende num dos braços uma massa  $m$  e no outro um enrolamento. Este enrolamento (de comprimento  $L$ ) é colocado num campo magnético de densidade  $B$ . A força gravitacional na massa  $m$  é equilibrada por uma força electromagnética, igual e oposta, no enrolamento percorrido pela corrente  $I$ .

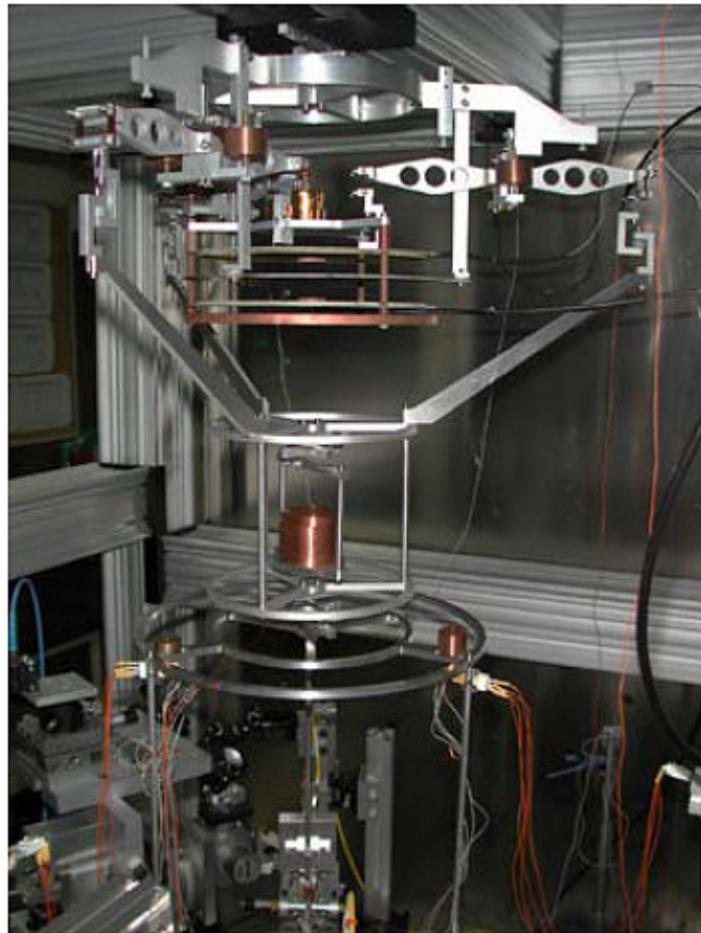


Figura 2.14 – Imagem da suspensão da balança de watt implementada no BIPM [58].

Quando o enrolamento se encontra alinhado no plano do campo magnético, com simetria radial, situação correspondente à maioria dos sistemas implementados, a relação de equilíbrio obtida é dada por:

$$m g = I L B \quad (2.9)$$

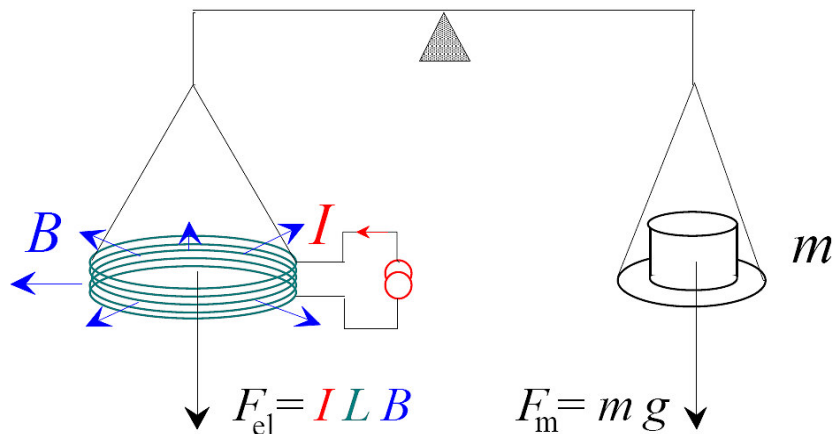


Figura 2.15 – Experiência relacionada com a pesagem: equilíbrio entre a força de Lorentz (esquerda) e gravitacional (direita) através da fixação apropriada do enrolamento de corrente [59].

Na segunda parte da experiência relativa ao movimento, o mesmo enrolamento é deslocado verticalmente com velocidade constante  $v$  e no mesmo campo magnético radial (Figura 2.16). Observa-se o aparecimento de uma tensão induzida  $U$  aos terminais do enrolamento dada por:

$$U = v L B \quad (2.10)$$

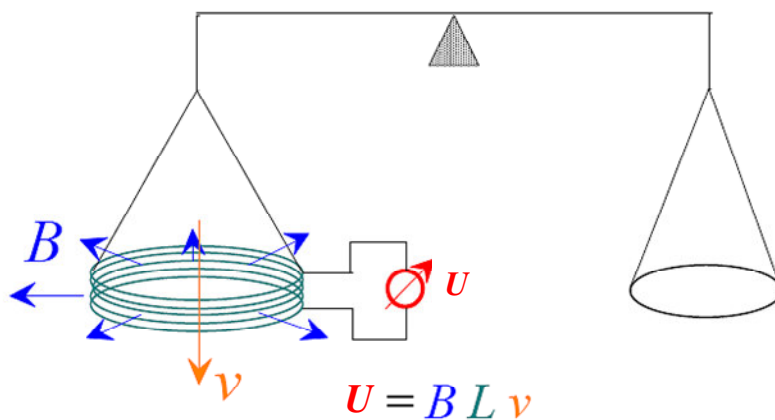


Figura 2.16 – Experiência relacionada com o movimento: o deslocamento a velocidade constante do enrolamento através do campo magnético induz o aparecimento de uma tensão [59].



Considerando a manutenção das propriedades do enrolamento e do campo magnético, bem como o seu alinhamento durante as duas experiências e combinando as duas equações anteriores, é possível eliminar as grandezas  $L$  e  $B$ , obtendo-se a relação:

$$UI = m g v \quad (2.11)$$

que evidencia a igualdade entre potência eléctrica e potência mecânica, bem como justifica a designação atribuída a este sistema.

A medição das grandezas eléctricas tensão e corrente utilizando os efeitos quânticos de Josephson e de Hall permite estabelecer a ligação entre a massa  $m$  e a constante  $h$ . O efeito Josephson possibilita a determinação de uma tensão  $U$  em função de um múltiplo adimensional  $u'$  da combinação das constantes  $h$  e  $e$  e da medição exacta de uma frequência  $f_j$ :

$$U = u' f_j \frac{h}{2e} = u' \frac{f_j}{K_j} \quad (2.12)$$

O efeito Hall permite a determinação de uma resistência  $R$  em função de um múltiplo adimensional  $r'$  e de uma combinação, diferente da anterior, das constantes  $h$  e  $e$ :

$$R = r' \frac{h}{e^2} = r' R_K \quad (2.13)$$

Considerando a equação (2.11) e substituindo os valores de  $U$  e  $I$ , obtém-se a seguinte equação, que estabelece a relação entre a massa  $m$  com a constante  $h$ :

$$m = \frac{u'_1 u'_2 f_{j,1} f_{j,2}}{r'} \frac{I}{g v} \frac{h}{4} \quad (2.14)$$

Sendo  $u'_i$  e  $r'$ , respectivamente, os valores da tensão e da resistência expressos como múltiplos adimensionais de grandezas fundamentais realizadas através dos efeitos quânticos e  $f_{j,i}$  os valores da frequência de microondas utilizados no EJ.

De modo a eliminar alguns condicionalismos inerentes às duas fases da experiência, nomeadamente, a necessidade de elevada estabilidade do valor de campo magnético (pequenas variações de temperatura no magneto supercondutor provocam alterações significativas no respectivo valor da densidade de fluxo) e manutenção do alinhamento do enrolamento relativamente ao campo magnético, está a ser planeada pelo BIPM a realização simultânea das duas fases da experiência, o que permitirá também uma redução dos valores de incerteza associados.

O trabalho desenvolvido pelo NPL, entre 2006 e 2007, permitiu a obtenção de resultados com incertezas típicas da ordem de 7 partes em  $10^8$  [60]. O NIST em 2007 apresentou resultados obtidos com o seu sistema experimental da balança de watt, tendo evidenciado valores de incerteza de 3,6 partes em  $10^8$ , apesar da concordância obtida com os resultados do NPL serem de 30 partes em  $10^8$ , muito superior à incerteza combinada dos dois sistemas. O objectivo actual é obtenção de uma maior concordância de resultados e incertezas típicas da ordem de 2 partes em  $10^8$ .

Para a redefinição do quilograma são necessárias, no mínimo, três realizações independentes. A balança de watt parece ser actualmente a solução com melhores resultados na determinação de  $h$  e na realização prática da nova definição do quilograma. No entanto, caso o quilograma seja redefinido através de um valor numérico com base na constante de Avogadro, a balança de watt poderá ainda ser utilizada na determinação da constante molar de Planck,  $N_A h$ , conhecida com uma incerteza relativa de  $1,4 \cdot 10^{-9}$ .

No âmbito dos preparativos para uma nova actualização do SI, que deverá ser aprovada em 2015 pela CGPM, a balança de watt concorre para três fins distintos:

- antes que ocorra a redefinição do quilograma é necessário medir, no actual SI, a constante de Planck  $h$  com uma incerteza suficientemente pequena de modo a evitar discontinuidades entre a actual e a futura definição do quilograma;
- após esta redefinição são necessárias várias balanças de watt para realizar na prática a nova definição do quilograma;
- juntamente com o condensador calculável, que permite determinar o valor da constante de von Klitzing  $R_K$ , a balança de watt possibilita a determinação do valor da constante de Josephson  $K_J$ , e permite ainda estimar a exactidão da equação de Josephson  $K_J = 2 e / h$ .

A proposta de Mills [16] para a redefinição do quilograma, do ampere e das outras unidades base do SI em função de constantes fundamentais, antevê o futuro *Sistema*

*Quântico de Unidades.* Relativamente às unidades eléctricas, o aspecto fundamental desta proposta centra-se no facto de definir valores exactos para as constantes  $h$  e  $e$ , o que traduz a atribuição de valores exactos para as constantes Josephson e von Klitzing. Considerando que os padrões de tensão e resistência baseados nestes efeitos quânticos apresentam actualmente um nível de exactidão superior à realização SI do ampere e das outras unidades derivadas, o *novo SI* possibilitará, naturalmente, a obtenção de medições mais exactas e menores incertezas associadas.

A redefinição do SI deverá acontecer quando os resultados experimentais das realizações associadas às redefinições das unidades envolvidas possibilitem incertezas de medição relativas da ordem 1 parte em  $10^8$ .



### 3. EFEITOS QUÂNTICOS E APLICAÇÕES METROLÓGICAS

Neste capítulo são apresentados e discutidos aspectos da evolução técnico - científica relacionados com os efeitos quânticos de Josephson e Hall, bem como com as suas aplicações metrológicas, nomeadamente no que se refere ao desenvolvimento e implementação de padrões quânticos para a manutenção, medição e transferência de valores nos domínios da tensão DC e resistência, assegurando as respectivas cadeias de rastreabilidade nacional.

#### 3.1. Efeito de Josephson

O efeito de Josephson, descoberto em 1962 por Brian Josephson e pelo qual foi agraciado com o Nobel da Física em 1973, é um fenómeno da física do estado sólido a baixa temperatura que ocorre quando dois supercondutores, separados por uma camada isoladora de pequena espessura ( $\approx$  alguns nm), são arrefecidos abaixo da sua temperatura de transição. No estado supercondutor, os electrões atraem-se entre si formando pares de Cooper.

Em 1957, os físicos John Bardeen, Leon Cooper e Robert Scribeffer, agraciados em 1972 com o Prémio Nobel de Física, apresentaram um modelo teórico que descrevia o resultado das observações experimentais em supercondutores, conhecido por teoria de BCS (designação dada pelas iniciais dos autores). Esta prevê a formação de pares de electrões, designados pares de Cooper, responsáveis pela existência de uma corrente supercondutora em materiais submetidos a baixas temperaturas.

A energia associada a um par de Cooper é ligeiramente inferior à energia individual de cada um dos electrões, observando-se a existência de um hiato de energia, separando estes pares dos restantes electrões.

Em condutores normais, a interacção de um electrão com os átomos da rede origina a transferência de energia, bem como a excitação e a vibração dos átomos da rede. Para electrões acoplados em pares de Cooper, a interacção com os átomos da rede só é possível quando a energia envolvida é superior à energia do respectivo hiato.

Para temperaturas elevadas, a formação de pares de Cooper torna-se bastante difícil, observando-se a sua aniquilação quase de imediato. No entanto, ao diminuir a temperatura, atinge-se um valor para o qual a energia disponível para trocas térmicas é menor do que a energia do respectivo hiato. Neste caso, os pares de Cooper não são

aniquilados pela agitação térmica. A temperatura crítica,  $T_C$  de um dado material em estado supercondutor, está relacionada com o hiato de energia. A teoria BCS prevê a relação de proporcionalidade entre o hiato de energia e o valor da temperatura crítica de um dado material:

$$E_{hiato} = (7/2) k T_C$$

sendo  $k$  a constante de Boltzmann.

Quando uma junção de Josephson é exposta a radiação de microondas de frequência  $f$ , estes pares de electrões atravessam a camada isoladora e observa-se o aparecimento de degraus de tensão na curva característica corrente/tensão. A tensão  $V_n$  do degrau de ordem  $n$  e a frequência  $f$  têm a seguinte relação de dependência:

$$2 \cdot e \cdot V_n = n \cdot h \cdot f$$

Uma junção de Josephson pode ser considerada como um conversor frequência-tensão com constante de proporcionalidade  $2 e/h$ . Sendo, actualmente, os valores de frequência medidos com uma exactidão da ordem de algumas partes em  $10^{13}$  (através de relógios atómicos de césio ou rubídio), o EJ é utilizado para definir e manter a unidade  $V_{lab}$  [61, 62] com uma exactidão limitada apenas pela incerteza com que a tensão de uma junção de Josephson pode ser comparada com a tensão de uma pilha-padrão ou de uma referência electrónica de tensão.

### 3.1.1. Descrição Física

O EJ é observado quando dois eléctrodos supercondutores, separados por uma camada isoladora de 1 a 2 nm de espessura, estrutura designada por junção de Josephson, são arrefecidos abaixo da sua temperatura de transição ( $T \cong 4,2$  K). As junções de Josephson mais comuns e mais utilizadas em metrologia são do tipo SIS (supercondutor - isolador - supercondutor), esquematicamente representada na Figura 3.1, e constituídas por camadas supercondutoras de nióbio, separadas por uma barreira isoladora de óxido de alumínio, susceptível de deixar passar uma corrente, de acordo com a expressão:

$$I = I_c \operatorname{sen} \left[ \left( \frac{4\pi e}{h} \right) \int V dt \right] \quad (3.1)$$

sendo:  $I$  – corrente da junção

$I_c$  – corrente crítica

$V$  – tensão da junção

$e$  – carga elementar ( $1,602\ 177 \cdot 10^{-19}$  C)

$h$  – constante de Planck ( $6,626\ 068\ 9 \cdot 10^{-34}$  J·s).

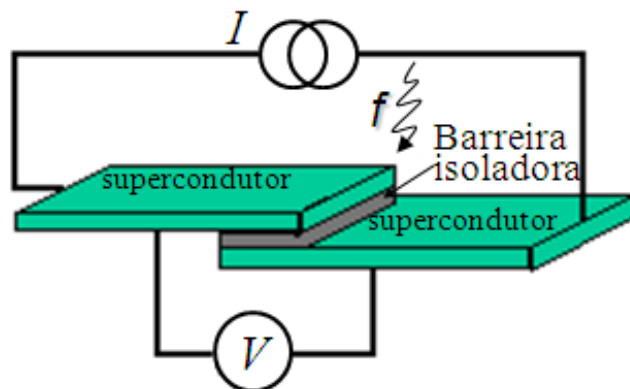


Figura 3.1 – Junção de Josephson do tipo SIS (Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Nb).

Até que seja atingido um valor crítico da corrente  $I_c$ , a junção comporta-se como um supercondutor, sendo nula a tensão aos seus terminais. É o chamado efeito Josephson contínuo (Figura 3.2).

Quando a corrente que atravessa a junção ultrapassa o valor crítico  $I_c$ , a barreira isoladora torna-se resistiva e observa-se o aparecimento de uma tensão contínua,  $V$ , aos seus terminais, acompanhada de uma oscilação de corrente com a frequência  $f$ , de acordo com a relação:  $f = 2eV/h$ , sendo  $2e/h \cong 483\ 597,9$  GHz·V<sup>-1</sup>. É o chamado efeito Josephson alternado (Figura 3.2).

Quando uma junção de Josephson é exposta a radiação de microondas de frequência  $f$  (de alguns GHz) e variando o valor da corrente de polarização, esta corrente tende a sincronizar com a frequência. Esta sincronização é revelada na curva característica corrente/tensão pelo aparecimento de degraus de tensão para múltiplos inteiros de  $V$ . Em cada um destes degraus, designados degraus de Shapiro (Figura 3.3), inicialmente observados em junções de Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Sn, o valor da tensão de Josephson,  $V_J$ , é dado por:

$$V_J(n) = \frac{n f h}{2e} = \frac{n f}{K_J} \quad (3.2)$$

sendo  $n$  um número inteiro identificativo do degrau,  $e$  a carga elementar,  $h$  a constante de Planck e  $K_J$  (igual a  $2e/h$ ) a constante de Josephson. Considerando, por exemplo, um valor de frequência de microondas igual a 75 GHz, a diferença entre dois degraus de tensão adjacentes é da ordem de 155  $\mu\text{V}$ .

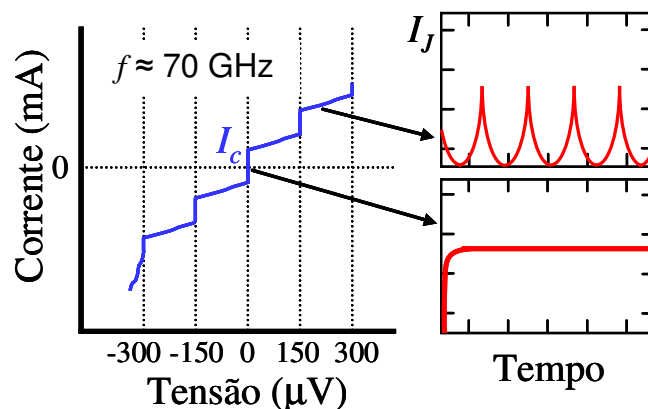


Figura 3.2 – Característica  $I$ - $V$  de uma junção de Josephson: se  $I < I_c$  é nula a tensão aos seus terminais; se  $I > I_c$  observa-se o aparecimento de uma tensão contínua aos terminais da junção e uma corrente de pares de electrões  $I_J$  oscila à frequência  $f$ .

A exactidão da relação tensão/frequência e a sua dependência das condições experimentais, tais como, tipo de supercondutor, temperatura, corrente de polarização e materiais da junção, foi avaliada por Tsai em 1983 [63], tendo-se obtido valores da ordem de  $10^{-16}$ .

### 3.1.2. Matrizes de Junções de Josephson

Sendo a tensão máxima fornecida por uma junção de Josephson da ordem de 1 mV [64] e os valores nominais das pilhas-padrão e das referências electrónicas de tensão iguais a 1, 1,018 ou 10 V, não é prático efectuar a sua comparação, além da deficiente relação sinal/ruído proporcionada. Por outro lado, a simples extensão em série de junções exigia o controlo individual da corrente de polarização de cada uma das junções. Esta aproximação foi utilizada por Endo [65], tendo obtido uma tensão máxima de 100 mV com 20 junções. A utilização deste princípio para valores superiores tornou-se impraticável dada a dificuldade de controlar individualmente a corrente de polarização de cada junção. Mais tarde foi sugerida a utilização de degraus de tensão constante que



cruzam o zero no eixo da corrente (considerando a característica  $I/V$ ), observados em junções fortemente capacitivas.

Após a resolução de problemas relacionados com o processo de fabrico, com a estabilidade e distribuição da potência de rf foi possível associar milhares de junções em série. Estas estruturas são designadas por matrizes de junções de Josephson.

Em 1985 foi implementado no NIST o primeiro conjunto de 1 484 junções de Nb/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/PbInAu e no PTB um conjunto de 1 440 junções de PbInAu/PbO/PbAu possibilitando a geração de valores de tensão até 1 V. Em 1987 foram obtidos pelo NIST valores de tensão até 10 V com 14 184 junções de Nb/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/PbInAu e dois anos mais tarde o PTB fabricou um conjunto com mais de 20 000 junções de Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Nb [66].

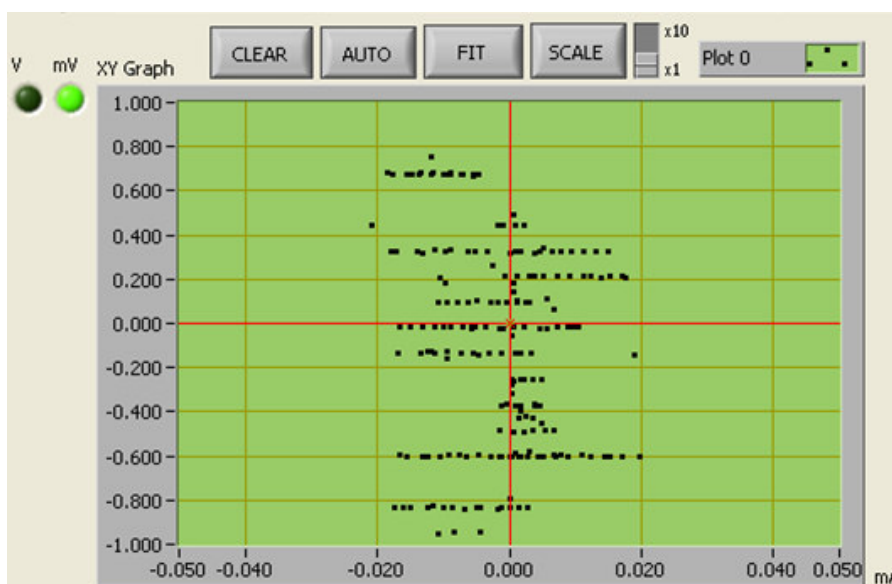


Figura 3.3 – Característica  $I-V$  do arranjo de Josephson de 1 V do LME submetido a frequência de microondas  $f = 73,850$  GHz e potência de 14 mW: degraus de Shapiro com largura em corrente  $\approx 40 \mu\text{A}$ .

Hamilton [67] apresenta um resumo do desempenho associado a estes conjuntos de junções (de Nb/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/Pb e de Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Nb) fabricados pelo NIST ao longo de oito anos e distribuídos por vários NMI. Apesar dos diferentes processos de fabrico, concluiu-se que as suas principais características e o seu bom desempenho seriam preservados se fossem mantidos em ambientes de reduzida humidade e permanentemente em hélio líquido.

Estas matrizes de junções, constituídas pela deposição de camadas finas e recorrendo a técnicas de microlitografia, assumem a forma de circuitos supercondutores contendo milhares de junções de Josephson em série, integradas numa linha de transmissão de microondas (Figura 3.4). Cada junção possui uma área da ordem de alguns  $\mu\text{m}^2$  e espessura de alguns nm. As maiores dificuldades associadas ao desempenho destes circuitos são a necessidade de assegurar uma elevada homogeneidade das correntes críticas ao longo de todo o conjunto de junções e uma distribuição uniforme da potência e com reduzida atenuação ( $\approx 8 \text{ dB}/3000$  junções) [68] ao longo do circuito de microondas. A largura em corrente dos degraus de tensão deve ser suficiente para evitar transições espontâneas entre degraus.

Embora os conjuntos de junções do tipo SIS, em que os degraus de tensão cruzam o zero no eixo de corrente, permitam obter tensões quantificadas para um grande número de junções com corrente de polarização nula, apresentam dois inconvenientes:

- A não uniformidade das junções torna por vezes difícil a selecção de determinados valores de tensão;
- A instabilidade dos degraus devida ao ruído induz transições espontâneas entre os mesmos.

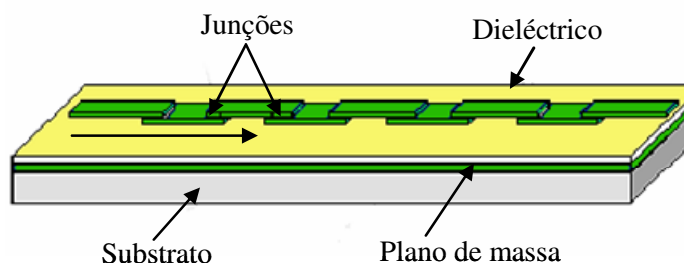


Figura 3.4 – Diagrama de uma linha de transmissão de microondas, integrando várias junções de Josephson.

O problema da transição indesejada entre os degraus de tensão é ultrapassado restringindo a largura de banda das diferentes ligações ao conjunto de junções, de modo a filtrar o ruído, e compensando numericamente através de *software*, dado que a leitura do valor de tensão permite determinar com exactidão o número inteiro do respectivo degrau.

Estes problemas foram também ultrapassados pela realização dos padrões de tensão de Josephson programáveis (PJVS), constituídos por milhares de junções do tipo SNS

(supercondutor - metal normal - supercondutor) ou SINIS (supercondutor - isolador - metal normal - isolador - supercondutor: Nb/Al/AlOx), baseadas numa distribuição de junções de Josephson em sequências binárias e em que os respectivos segmentos excitados individualmente geram valores de tensão entre  $\pm V$  com resolução correspondente à do menor segmento (Figura 3.5-a). O número de junções em secções consecutivas aumenta de forma binária (1, 2, 4, 8, 16, ...). Cada segmento, irradiado com frequência  $f$ , é individualmente polarizado nos degraus  $n = 0, \pm 1$ , com corrente de polarização  $I = 0, \pm I_p$  (Figura 3.5-b). A tensão de saída do conjunto é igual à soma das tensões de cada segmento, tendo um valor máximo de  $\pm N \cdot f / K_{J-90}$ , em que  $N$  é o número total de junções do conjunto considerado.

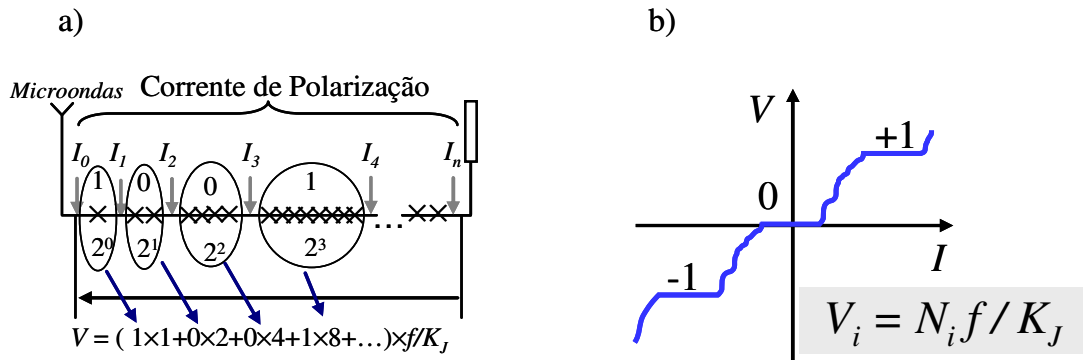


Figura 3.5 – a) Esquema de um conjunto de junções de Josephson binário; b) Característica  $I/V$  de um conjunto de junções nos degraus  $n = 0, \pm 1$ : cada segmento, irradiado com frequência  $f$  pode ser polarizado individualmente nos degraus  $n = 0, \pm 1$  aplicando uma corrente de polarização  $I = 0, \pm I_p$ .

O PJVS pode gerar formas de onda sinusoidais, polarizando determinadas combinações de junções em função do tempo através da aplicação de valores de corrente e de frequência de microondas apropriados. A sua principal vantagem face às matrizes tipo SIS é a selecção exacta do degrau de cada uma das junções e uma grande estabilidade intrínseca. A possibilidade de controlo automático das fontes de corrente torna o conjunto de junções de Josephson num conversor digital/analógico ou num conjunto programável (Figura 3.6), possibilitando a geração de uma tensão AC.

Em 2003 foi efectuada uma comparação entre matrizes de junções binárias programáveis, tipo SNS e SINIS, com matrizes convencionais, tipo SIS [69], tendo-se obtido uma concordância de valores de tensão de 0,5 nV, considerando o intervalo de medição de 40 mV a 1,3 V.

As principais aplicações para as matrizes binárias de junções de Josephson são, entre outras, a sua utilização como conversores digitais / analógicos [70], o teste de conversores térmicos AC-DC e a implementação de padrões de tensão AC [71, 72], o desenvolvimento de um voltímetro quântico [73], a sua utilização em experiências relacionadas com o triângulo quântico metrológico [74] e a balança de Watt.

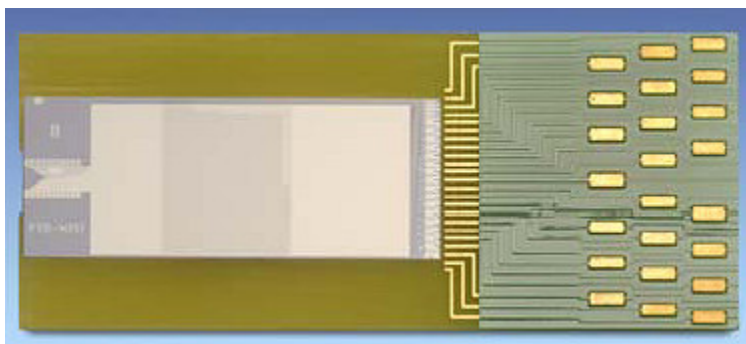


Figura 3.6 – Imagem de uma matriz binária de junções de Josephson de 10 V, tipo SNS ( $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ ) [75].

## 3.2. Efeito Hall Quântico Inteiro

### 3.2.1. Introdução

Desde a sua descoberta em 1879 por Edwin Hall, que o efeito Hall clássico tem tido um papel importante no domínio da Física da matéria condensada, designadamente na caracterização de semicondutores, em especial, na determinação da densidade e mobilidade de portadores de carga e na resistividade eléctrica.

Edwin Hall observou que quando uma amostra de material condutor, colocada num campo magnético  $B$ , perpendicular à sua superfície, é percorrida por uma corrente de intensidade constante  $I$ , aparece uma diferença de potencial perpendicular à direcção da corrente aplicada e do campo magnético. Hall realizou as suas experiências à temperatura ambiente e com valores de campo magnético inferiores a 1 tesla.

No final dos anos 70 foram utilizados valores de temperatura próximos de 0 K e campos magnéticos intensos ( $\approx 30$  T) em semicondutores utilizados na indústria electrónica para o desenvolvimento de transístores de baixo ruído. Nestes semicondutores os electrões, embora confinados numa superfície, separando duas zonas distintas da amostra, possuíam elevada mobilidade ao longo da superfície e quando submetidos a

temperaturas da ordem de 1 K, movimentam-se tal como se encontrassem numa superfície bidimensional. Esta limitação geométrica conduziu à observação de outros fenómenos, tais como o efeito Hall quântico.

O efeito Hall clássico foi inicialmente explicado pela teoria electrónica de Drude, de uma forma bastante simplista e baseada no facto de que a corrente eléctrica é transportada por electrões. Devido à actuação da força de Lorentz em partículas carregadas e submetidas a um campo magnético  $B$ , os electrões são deflectidos em relação a uma das margens da amostra, dando origem a uma tensão transversal à corrente que percorre a amostra. Mais tarde a teoria de Bloch previu a existência de uma estrutura de bandas electrónicas e posteriormente a teoria de Landau (1930) considerou o comportamento oscilatório do campo magnético para electrões livres. No mesmo ano foram observados os efeitos oscilatórios em magnetoresistência e na magnetização de cristais de bismuto, respectivamente, por Shubnikov-de-Hass e de Haas-van Alphen. Em 1952 Onsager explicou teoricamente o fenómeno analisando a importância da forma da superfície de Fermi no transporte de electrões. Nos anos 70 foram iniciados estudos de condutividade de Hall em MOSFET de silício, submetidos a campos magnéticos intensos e a baixas temperaturas. O trabalho de Fowler, Fang, Howard e Stiles indicava o aparecimento de um novo fenómeno quântico para electrões confinados em camadas bidimensionais ( $\approx$  nm). Com o *aumento da qualidade* das amostras utilizadas, em 1978 Englert e von Klitzing referiram a observação de patamares na resistividade de Hall, não tendo sido na altura identificada a natureza fundamental desses patamares.

Em Fevereiro de 1980, em Grenoble, o físico alemão Klaus von Klitzing descobriu que a resistência de Hall não apresentava um comportamento linear com o campo magnético, contrariamente ao observado por E. Hall, tendo verificado a existência de uma série de patamares. Estes patamares, independentes das propriedades da amostra, são função de uma razão de constantes físicas fundamentais e de um número inteiro. O EQH pode ser explicado em termos da física quântica, no que se refere ao comportamento electrónico na presença de campos magnéticos intensos. von Klitzing foi agraciado com o prémio Nobel da Física em 1985 por esta descoberta [76, 77].

O EQH é um fenómeno quântico verificado à escala macroscópica, reconhecido logo após a sua descoberta com potencialidades para definir um *novo* padrão metrológico de resistência quântica. Foi observado quando Klaus von Klitzing estudava as propriedades de transporte de um MOSFET de silício submetido a temperaturas muito baixas e campos

magnéticos intensos, e baseia-se na existência de um gás bidimensional de electrões (2DEG) confinados numa amostra semicondutora, por exemplo, do tipo Si/SiO<sub>2</sub>.

A evolução tecnológica verificada após a descoberta do transistor possibilitou a realização do primeiro 2DEG em amostras semicondutoras na década de 60. Foram efectuadas as primeiras medições com MOSFET de Si a baixas temperaturas e campos magnéticos elevados e observados os respectivos estados não dissipativos. Em 1978, observaram-se, pela primeira vez, patamares de resistência de Hall por Englert e von Klitzing [78], tendo então surgido a ideia de os analisar em termos do valor fundamental  $h/e^2$ .

O EHQ e a resistência quântica de Hall assumem também um papel importante na teoria quântica electrodinâmica (QED) relativamente à interacção de partículas carregadas em campos electromagnéticos. Com base na teoria QED é possível avaliar fisicamente determinados fenómeno com elevada exactidão e em termos da medição de determinados parâmetros, tais como, a carga,  $e$ , e a massa,  $m_e$ , elementares. Em particular a grandeza adimensional, constante de estrutura fina de Sommerfeld,  $\alpha$ , definida no SI por:

$$\alpha = \frac{e^2}{4\pi\epsilon_0\hbar c} \quad (3.3)$$

considerada como uma medida da interacção electromagnética, pode também ser obtida através da resistência de Hall quantificada ( $R_H = h/e^2$ ) pela seguinte expressão:

$$\alpha^{-1} = \frac{2 R_H}{\mu_0 c} \quad (3.4)$$

obtendo-se  $\alpha^{-1} = 137,035\,992\,(37) \pm 0,27 \cdot 10^{-6}$  [79]. Esta expressão relaciona um parâmetro da física da matéria condensada,  $R_H$ , com um da física atómica,  $\alpha$ , e considerando que  $R_H = R_K$ ,  $\alpha$  poderá ser medida com uma exactidão  $\approx 10^{-8}$ .

### 3.2.2. Descrição Física

O EHQ [80 - 82] é observado num 2DEG, existente numa interface semicondutora - semicondutora ou semicondutora - isoladora de vários tipos de amostras (Si-MOSFET e heteroestruturas de GaAs/AlGaAs), quando expostas a temperaturas da ordem de 1 K e a campos magnéticos de alguns tesla, perpendiculares a esta interface. A Figura 3.7 apresenta a configuração típica dos eléctrodos de um 2DEG de uma heteroestrutura de GaAs/AlGaAs.

Considerando que a espessura da amostra  $\delta z \rightarrow 0$ , a corrente, que percorre o 2DEG de largura  $w$ , provoca o aparecimento das diferenças de potencial longitudinal  $V_{xx}$ , entre dois contactos colocados no mesmo lado da amostra à distância  $L$ , e transversal  $V_{xy}$ , entre contactos colocados em lados opostos, a partir das quais se obtêm os respectivos valores de resistividade:

$$\begin{aligned}\rho_{xx} &= (V_{xx} / I_{SD}) / (L/w) = (w/L)R_{xx} \\ \rho_{xy} &= V_{xy} / I_{SD}\end{aligned}\quad (3.5)$$

As propriedades fundamentais do EHQ são uma consequência do facto de o espectro de energias do sistema electrónico correspondente às amostras utilizadas ser um espectro diferente do existente no caso de se tratar de electrões livres. A energia dos electrões livres, com vector de onda  $K$  e massa efectiva  $m^*$  é dada por:

$$E = \frac{\hbar^2}{2m^*} (K_x^2 + K_y^2 + K_z^2) \quad (3.6)$$

No caso de um 2DEG, em que o movimento electrónico se mantém num plano, a aplicação de um forte campo magnético perpendicular a esse plano provoca um movimento electrónico em órbitas ciclotrónicas paralelas à superfície, dando origem a um espectro discreto de energia. Os níveis de energia do movimento bidimensional de uma partícula carregada submetida a um campo magnético uniforme são conhecidos como níveis de Landau.

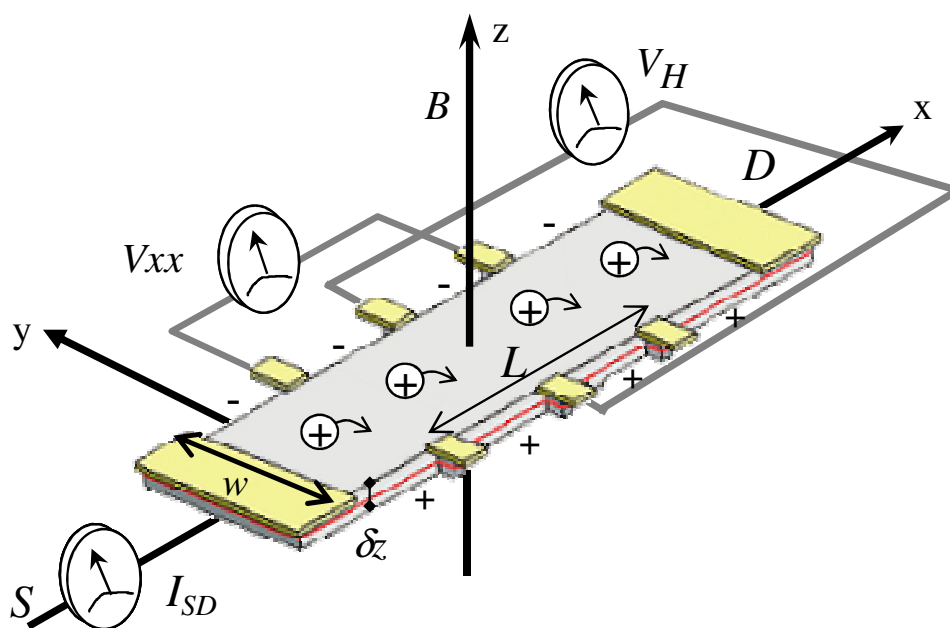


Figura 3.7 – A passagem de corrente na direção positiva de  $x$  provoca o aparecimento de uma diferença de potencial  $V_{xx}$  e de uma resistência dada por  $V_{xx}/I$ . A presença de um campo magnético na direção de  $z$  desloca os portadores positivos na direção  $y$ , gerando o potencial de Hall  $V_H$  e a resistência de Hall ( $V_H/I$ ).

Para valores reduzidos de temperatura  $T$  e de concentração de portadores  $n_s$  (número de electrões / unidade de área), os electrões de condução ocupam apenas a sub-banda do estado fundamental  $E_0(z)$  do potencial formado na interface da amostra (Figura 3.8), não se verificando a existência de movimento perpendicular à superfície. Para reduzidos valores de campo magnético, a concentração de portadores  $n_s$ , enquanto confinada a  $E_0(z)$ , ocupa todos os estados até ao nível de energia de Fermi e movimenta-se livremente no plano  $xy$ . Nestas condições, a resistência de Hall  $R_H$  é independente das dimensões da amostra e é dada por:

$$R_H = \rho_{xy} = B_z / n_s e \quad (3.7)$$

Por outro lado,  $\rho_{xx} > 0$  e depende do processo de dispersão electrónica.

Com o aumento do valor de  $B$ , o movimento dos electrões no plano  $xy$  torna-se quantificado em níveis de energia de Landau  $\epsilon_l$ , tal que:



$$\varepsilon_l = [\hbar\omega_c] \left( l + \frac{1}{2} \right) + s g \mu_B B_z \text{ com } l = 0, 1, 2, \dots$$

com energia ciclotrónica:

$$\hbar \omega_c = \hbar \frac{eB_z}{m^*} \quad (3.7)$$

sendo  $s = \pm \frac{1}{2}$  o número quântico de spin,  $g$  o factor de Landé e  $\mu_B$  o magnetão de Bohr. Um nível de energia de Landau é constituído por um determinado número de estados quânticos independentes, com a mesma energia. O factor de degenerescência para cada nível de Landau por unidade de área (desprezando a degenerescência do spin do electrão) é dado por  $N = \frac{eB_z}{h}$ . Na presença de impurezas cada nível de Landau num cristal puro é expandido, dando origem a uma banda de energia de largura  $\Gamma$ , dependente da mobilidade electrónica da amostra e constituída por níveis de energia distintos. Os *estados extensos*, situados no centro da cada banda de energia, são ocupados por electrões livres que contribuem para o transporte de corrente, contrariamente ao que acontece nos *estados localizados*, existentes nas extremidades inferior e superior de cada banda.

Se inicialmente o nível de Fermi se encontrar numa sub-banda de estados localizados, todos os estados extensos e localizados de menor energia estão completamente preenchidos, bem como alguns estados localizados de energia superior. Sendo o número de estados quânticos proporcional ao valor de campo magnético aplicado, à medida que este vai aumentando vão sendo *criados* novos estados o que provoca o decaimento electrónico de níveis superiores e do nível de Fermi. Dado que estes estados não contribuem para a condução eléctrica, esta alteração numérica de estados não altera as características da amostra. Por outro lado, e embora o aumento do valor de  $B$  retarde o movimento electrónico, este efeito é anulado pelo aumento do número de electrões correspondente aos estados extensos entretanto *criados* (cuja largura diminui à medida que  $T \rightarrow 0$ ). Considerando, por exemplo, que o nível de Fermi se encontra numa sub-banda de estados localizados e entre dois níveis de Landau adjacentes tal que exista um número inteiro  $i$  de sub-bandas de estados localizados ocupados, tem-se que:

$$i \times N = n_s = \frac{i e B_z}{h}$$

e da equação (3.5) obtém-se:

$$R_H(i) = \frac{h}{ie^2} = \frac{R_K}{i} \quad (3.9)$$

sendo  $R_K = 25\,812,807 \, \Omega$  a constante de von Klitzing.

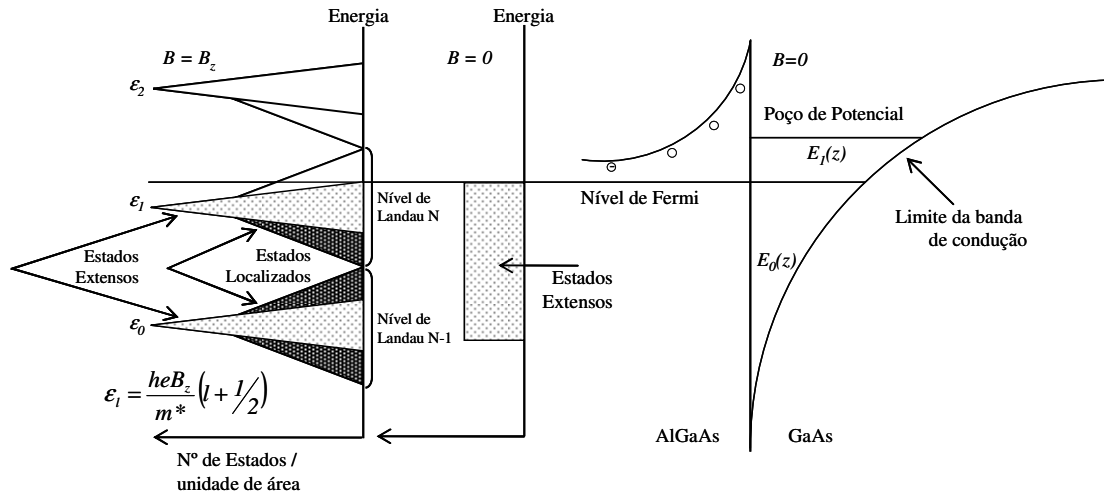


Figura 3.8 – Quantificação bidimensional de electrões para  $B = 0$  e  $B = B_z$ . Níveis de energia e ocupação de estados quânticos (extensos e localizados).

Num sistema bidimensional, a resistência de Hall é igual à resistividade de Hall,  $\rho_{xy} = R_H$  e a resistência longitudinal está relacionada com a resistividade através da relação  $\rho_{xx} = (\omega/L) R_{xx}$ . A 0 K, estando o nível de Fermi  $\epsilon_F$  numa sub-banda de estados localizados, a condutividade  $\sigma_{xx}$  é nula e através da transformação tensorial bidimensional, obtém-se:

$$\rho_{xx} = \sigma_{xx} / (\sigma_{xx}^2 + \sigma_{xy}^2) \quad \rho_{xy} = -\sigma_{xy} / (\sigma_{xx}^2 + \sigma_{xy}^2)$$

$$\sigma_{xx} = \rho_{xx} / (\rho_{xx}^2 + \rho_{xy}^2) \quad \sigma_{xy} = -\rho_{xy} / (\rho_{xx}^2 + \rho_{xy}^2)$$

$$\rho_{xx} \propto \sigma_{xx} = 0.$$

A resistência de Hall, dependente do número total de estados ocupados abaixo do nível de Fermi, mantém-se constante para pequenas modificações da posição de  $\epsilon_F$ ,

observando-se a formação de patamares de Hall, apresentando  $R_{xx}$  valores próximos de zero.

À medida que se aumenta o valor de campo magnético, o número de estados disponíveis em cada nível aumenta, o número de electrões dos estados localizados é consumido e o nível de Fermi decai para uma sub-banda de estados extensos. Sendo estes estados responsáveis pela condução de corrente eléctrica, a sua diminuição provoca um menor número de electrões disponíveis para o transporte de corrente, diminuindo a concentração de portadores. Observa-se assim, um aumento da resistência de Hall com o aumento de  $B$  até que o nível de Fermi se mantenha numa sub-banda de estados extensos. Esta é a situação existente entre patamares consecutivos. Nestes intervalos de campo magnético observam-se picos de  $R_{xx}$ .

Continuando a aumentar o valor de campo, eventualmente todos os estados extensos dessa sub-banda ficarão desocupados e o nível de Fermi entrará de novo numa sub-banda de estados localizados. Existindo pelo menos uma banda de energia completamente ocupada abaixo do nível de Fermi, os estados extensos correspondentes serão condutores, dando origem a um novo patamar. Dado que os estados extensos de uma banda de energia foram desocupados, o número de sub-bandas de estados ocupados foi reduzido de uma unidade. A corrente dos electrões de condução diminuiu proporcionalmente e o valor da resistência de Hall aumenta relativamente ao patamar anterior. Deste modo, a razão entre quaisquer dois patamares é igual a uma razão de números inteiros, sendo a corrente dos electrões de condução directamente proporcional ao número de sub-bandas ocupadas de estados extensos, e existindo em cada patamar um número inteiro de bandas ocupadas.

Para pequenos valores de campo magnético,  $R_{xx}$  oscila rapidamente em função de  $B^{-1}$ ; este comportamento é conhecido por oscilações de Shubnikov-de-Hass.

De acordo com a expressão (3.5), a concentração de portadores  $n_s$  pode ser determinada para cada amostra de acordo com a seguinte expressão:  $n_s = (e dR_{xy}/dB)^{-1}$ .

A mobilidade electrónica é determinada pela medição de  $R_{xx}$  a  $B = 0$  através da expressão:

$$\mu = 1/[n_s e \rho_{xx}(0)] = (dR_{xy}/dB) (L/w) [1/R_{xx}(0)].$$

Na Figura 3.9, obtida pela medição no LME de uma heteroestrutura de GaAs/AlGaAs, a curva a cheio representa a resistência de Hall ( $R_H = R_{xy} = R_K/i$ ), medida

transversalmente na amostra em função do campo magnético  $B$  até 12 T, observando-se os patamares para  $i = 2, 3, 4, 5$  e 6; a curva a ponteados a resistência longitudinal ( $R_{xx}$ ) ou resistência da amostra.

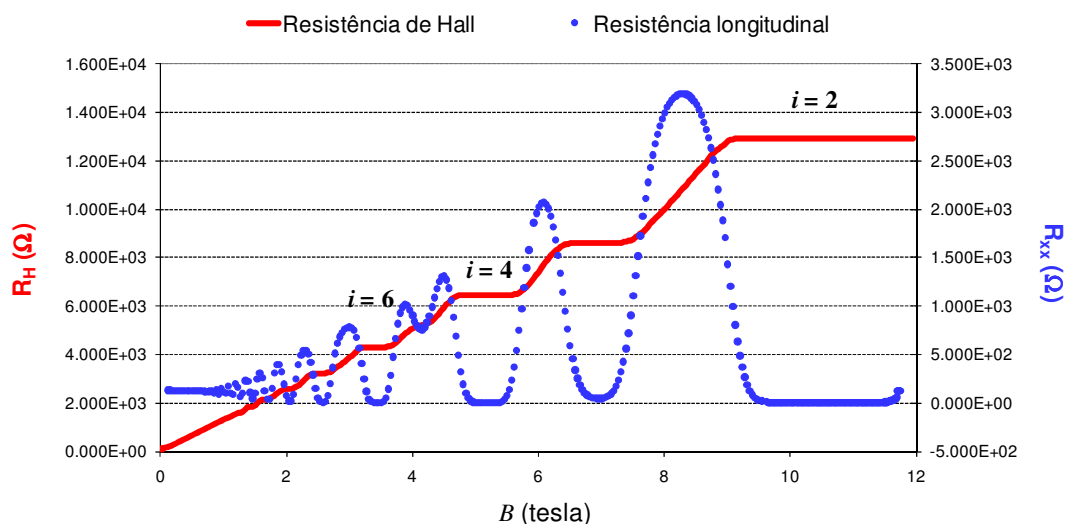


Figura 3.9 – Patamares de Hall e oscilações de Shubnikov-de-Hass observados no LME, respectivamente, na característica da resistência de Hall e da resistência longitudinal em função do campo magnético de uma heteroestrutura de GaAs/AlGaAs, submetida à temperatura de 1,4 K e corrente de 32  $\mu$ A.

De acordo com os resultados experimentais obtidos por Jeckelmann [84] foi evidenciada a independência da equação (3.9) relativamente ao material e tipo de amostra utilizada (foram caracterizados 2 Si-MOSFET e 7 heteroestruturas de GaAs/AlGaAs) e número do patamar ( $i = 1, 2, 3, 4, 6$  e 8) com um nível de exactidão da ordem de 4 partes em  $10^{10}$ .

### 3.2.3. Amostras de Hall

A realização de um gás bidimensional de electrões pode ser materializada em amostras de Si-MOSFET (metal-oxide field effect transistors) e heteroestruturas de GaAs/AlGaAs [85-87], sendo estas as mais utilizadas em medições metrológicas de elevada exactidão. No entanto, têm sido estudadas alternativas, utilizando outros materiais

com propriedades e características específicas, tendo em vista, por exemplo, a possibilidade de realizar a experiência a temperaturas mais elevadas.

Delahaye [88] utilizou heteroestruturas de  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ , com as quais obteve uma exactidão na medição de  $R_H$  de  $8,5 \cdot 10^{-8}$ . Existem ainda exemplos de estudos efectuados com heteroestruturas de óxidos metálicos, tal como é o caso do gás bidimensional de elevada mobilidade de  $\text{ZnO}/\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$  [89].

Actualmente, tem sido utilizado o grafeno, o qual foi objecto do prémio Nobel da Física em 2010. Os físicos Andre Geim e Konstantin Novoselov da Universidade de Manchester observaram que ao utilizarem fita-cola para esfoliar cristais de grafite era possível obter cristais bidimensionais de carbono.

O grafeno é assim constituído por uma única camada de átomos de carbono, como amostra semicondutora, possibilitando a observação do EHQ à temperatura ambiente, embora ainda com uma exactidão muito reduzida ( $\approx 15 \cdot 10^{-6}$ ) [90]. A limitação associada à sua utilização deve-se à impossibilidade actual da realização de amostras com capacidade de transportar correntes  $\geq 10 \mu\text{A}$ , valores típicos utilizados com heteroestruturas de GaAs/AlGaAs e que permitem efectuar a calibração de resistências-padrão.

Considerando que qualquer múltiplo ou submúltiplo de  $R_{K-90}$  pode ser obtido pela respectiva associação em série ou em paralelo de amostras de Hall, em 2008 foram implementados no PTB [91] circuitos quânticos com o objectivo de obter valores óhmicos da mesma ordem de grandeza das resistências convencionais, facilitando a sua transferência. Estas amostras são constituídas por duas camadas condutoras sobrepostas ou por heteroestruturas em série ou em paralelo, formando um circuito único. Um dos aspectos críticos deve-se à necessidade de ambas as camadas possuírem características eléctricas semelhantes, garantindo a mesma exactidão para o valor quantificado de resistência. A exactidão obtida pelo PTB na medição de circuitos quânticos duplos de Hall foi da mesma ordem de grandeza ( $\approx 10^{-9}$ ) que a obtida com heteroestruturas convencionais (de uma camada).

### 3.2.3.1. Gás Bidimensional de Electrões – 2DEG

Numa típica amostra de Hall, o gás bidimensional de electrões está localizado na camada de inversão existente em amostras de semicondutores. Estas camadas são formadas na interface entre um semicondutor e um isolante (tal como num Si-MOSFET)

ou na interface entre dois semicondutores, actuando um deles como isolante (caso de heteroestruturas).

No caso de heteroestruturas semicondutoras [92], os electrões são confinados por um estreito “poço” de potencial (largura típica  $\approx$  de 3 a 10 nm), devido a uma barreira infinita na interface (à esquerda do *poço* de potencial na Figura 3.10) e ao campo eléctrico que confina os electrões à interface (à direita do *poço* de potencial na Figura 3.10). O movimento dos electrões está assim limitado ao plano  $xy$ . Considerando, os electrões independentes, a sua função de onda electrónica é dada por:  $\Psi(x,y,z) = \psi(x,y) \zeta(z)$ . Resolvendo a equação de *Schrödinger* em ordem a  $z$ , de acordo com potencial apresentado na Figura 3.10, é obtido o seguinte espectro de energia:

$$E_l = \left( \frac{\hbar^2}{2m_z} \right)^{1/3} \left[ \frac{3\pi\epsilon}{2} \left( l + \frac{3}{4} \right) \right]^{2/3} \quad (3.10)$$

sendo  $\epsilon$  o campo eléctrico médio,  $m_z$  a massa efectiva do electrão, e  $l$  o índice da sub-banda. O campo eléctrico é determinado pelo número de electrões por unidade de área. Os níveis de energia do 2DEG formam várias sub-bandas, tendo cada uma a energia  $E_l$ . A energia total dos electrões é dada por:

$$E = E_l + E_{\perp} = E_l + \frac{\hbar^2 k_{\perp}^2}{2m} \quad (3.11)$$

em que  $E_{\perp}$  corresponde à energia associada ao movimento no plano  $xy$ .

Têm sido efectuadas comparações dos valores da RQH, medidos em heteroestruturas de GaAs e em Si-MOSFET, para avaliar a sua independência relativamente ao tipo de amostra, tal como referido por Jeckelmann [94] que, utilizando um Comparador de Corrente Criogénico, obteve uma concordância para os valores da RHQ com uma incerteza relativa de 2,3 partes em  $10^{10}$ .

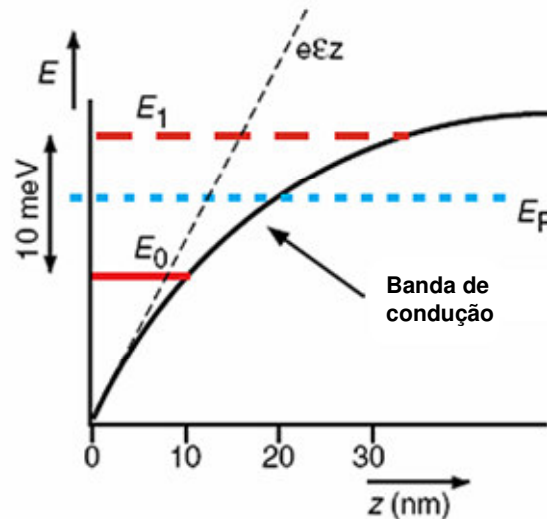


Figura 3.10 – Diagrama de energia de um 2DEG:  $E_0$  e  $E_1$  são as duas primeiras sub-bandas de energia,  $E_F$  a energia de Fermi e  $e\epsilon z$  o potencial gerado pelo campo eléctrico  $\epsilon$  [93].

### 3.2.3.2. Si – MOSFET

A Figura 3.11 representa esquematicamente um Si-MOSFET. O substrato de Si, dopado tipo  $p$  (impurezas - *buracos*), possui uma camada de  $\text{SiO}_2$  com espessura de 500 nm, permitindo o isolamento da tensão  $V_g$  (camada de alumínio). A área de contacto (fonte S e dreno D) é fortemente dopada tipo  $n+$  (electrões), favorecendo a formação do contacto óhmico ao 2DEG.

O potencial de porta,  $V_g$ , cria um campo eléctrico que atrai os electrões para a interface Si-SiO<sub>2</sub>. Ao mesmo tempo este campo induz uma curvatura das bandas de valência e de condução. Dado que o substrato é dopado tipo  $p$ , os electrões da banda de valência ocupam o nível de aceitadores, deixando *buracos* na banda de valência. Os electrões atraídos para a interface preenchem inicialmente estes *buracos*. No entanto, se a tensão  $V_g$  for suficientemente elevada, o nível inferior da banda de condução pode deslocar-se para um nível inferior ao de *Fermi*, permitindo que os electrões ocupem a parte inferior da banda de condução. Isto corresponde à formação de uma camada de inversão: a parte inferior da banda de condução encontra-se abaixo do topo da banda de valência, invertendo a ordem normal. O 2DEG está localizado dentro desta camada de inversão com cerca de 3-5 nm de espessura, inferior ao comprimento de onda de *Broglie*. Assim, o gás de electrões pode ser considerado como bidimensional, ou seja, o movimento ao longo do eixo  $z$  é completamente quantificado. A região onde todos os níveis de aceitadores se encontram preenchidos é designada zona de deflexão. Esta, da

ordem de 500 nm (de Si), não possui portadores de carga livres e é isolada. As impurezas nesta camada de óxido e nas descontinuidades da rede na interface limitam a mobilidade do 2DEG. A densidade dos portadores de carga no gás bidimensional de electrões pode ser ajustada através da tensão de porta  $V_g$ .

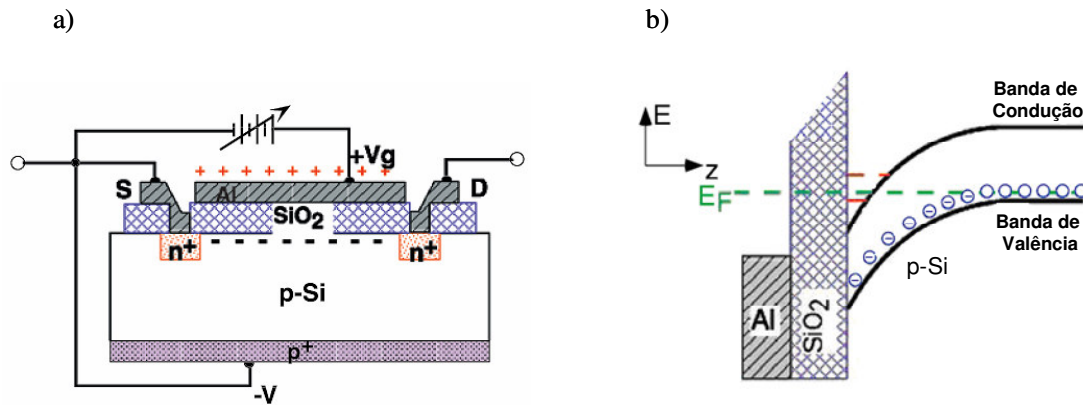


Figura 3.11 – MOSFET de Silício: a) em corte, b) diagrama de energia [93].

### 3.2.3.3. Heteroestruturas de GaAs/AlGaAs

A realização de heteroestruturas depende da utilização de técnicas epitaxiais para efectuar o crescimento de monocristais a partir de diferentes semicondutores e com diferentes hiatos de energia, tal como no caso de GaAs e da liga  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ , em que  $x$  corresponde à concentração de Al. O hiato de energia  $E_g$  pode ser ajustado variando  $x$ . O sistema de AlGaAs esquematicamente apresentado na Figura 3.12 possui algumas semelhanças com o correspondente ao Si-MOSFET. Neste caso, o GaAs é o semiconductor (com um hiato de energia  $E_g = 1,5 \text{ eV}$ ) e  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  (com  $x \approx 0,3$  e um hiato de energia  $E_g = 2,2 \text{ eV}$ ) o isolante. Através da técnica de feixe molecular epitaxial (MBE), é possível obter interfaces homogêneas a nível atómico, permitindo a combinação perfeita dos dois materiais. A liga, dopada com electrões, ocupa o nível inferior da sua banda de condução. Estes electrões ocupam depois os *buracos* localizados no topo da banda de valência de GaAs (escassamente dopada tipo  $p$ ), preenchendo o nível inferior da banda de condução de GaAs. A carga positiva dos dadores dá origem a um campo eléctrico que atrai os electrões através da interface, encurvando as bandas de valência e de condução. A transferência de electrões permanece até que a camada bipolar, composta por dadores positivos, e a camada de inversão negativa sejam suficientemente fortes. Esta camada produz uma descontinuidade de potencial, alinhando o nível de *Fermi* dos dois



materiais. A densidade electrónica na camada de inversão é determinada pela densidade de dopantes, fixa para cada amostra, contrariamente ao que acontece nos Si-MOSFET, que varia com a tensão de porta  $V_g$ .

A técnica designada por *dopagem modulada* consiste no crescimento de uma camada adicional da ordem de 5 a 10 nm de  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  não dopado na interface. Esta camada separa os portadores de carga de impurezas ionizadas tal que a mobilidade (variação da velocidade por unidade de campo eléctrico) atingida pelos portadores não seja afectada pela dispersão de impurezas. O poço de potencial atinge uma distância de cerca de 10 nm no GaAs. A massa efectiva  $m^*$  de um electrão no GaAs é de  $0,068 m_e$  ( $m_e$  = massa de um electrão livre) e a energia de Fermi é cerca de 1 eV, correspondente a um comprimento de onda de Broglie de cerca de 5 nm. Assim confinada, a energia electrónica é quantificada em níveis designados sub-bandas. Quando a concentração electrónica é reduzida, apenas a sub-banda do estado fundamental se encontra ocupada, estando separada da próxima sub-banda por 10 meV, sendo a energia térmica  $kT = 0,36$  meV a 4,2 K.

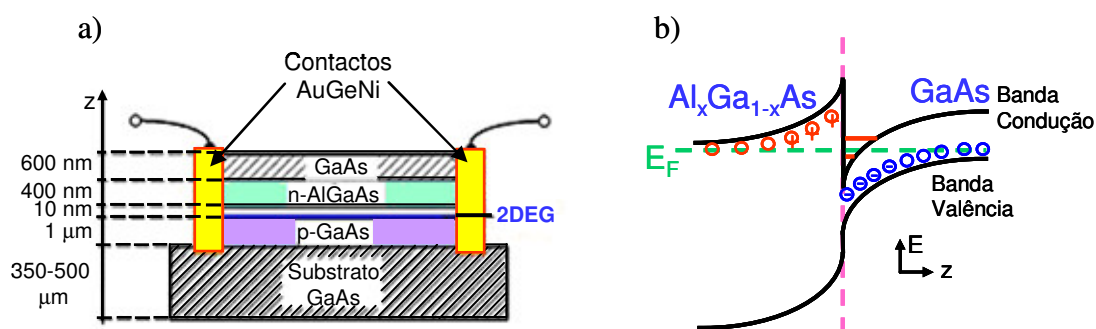


Figura 3.12 – Heteroestrutura de GaAs: a) em corte, b) diagrama de energia [93].

#### 3.2.3.4. Conjuntos de Amostras de Hall

A implementação de padrões quânticos de resistência baseados em conjuntos de amostras de Hall (QHARS), em série ou em paralelo, aumenta o intervalo de valores óhmicos disponibilizados por uma só amostra, tipicamente entre  $12\,906\ \Omega$  ( $i = 2$ ) e  $6\,453\ \Omega$  ( $i = 4$ ). Em 2003 foram desenvolvidos, pelo BNM-LNE [95-97], padrões quânticos de resistência de valores nominais entre  $100\ \Omega$  e  $10\ \text{M}\Omega$ . Foram utilizadas heteroestruturas GaAs/AlGaAs com duplo 2DEG, *crecidas* por processos de deposição química de metais orgânicos (MOCVD), recorrendo a técnicas de agregação baseadas em

fotolitografia e utilizando contactos de AuGeNi, na extremidade de cada terminal. A imagem da Figura 3.13 representa um conjunto de 100 amostras em paralelo.

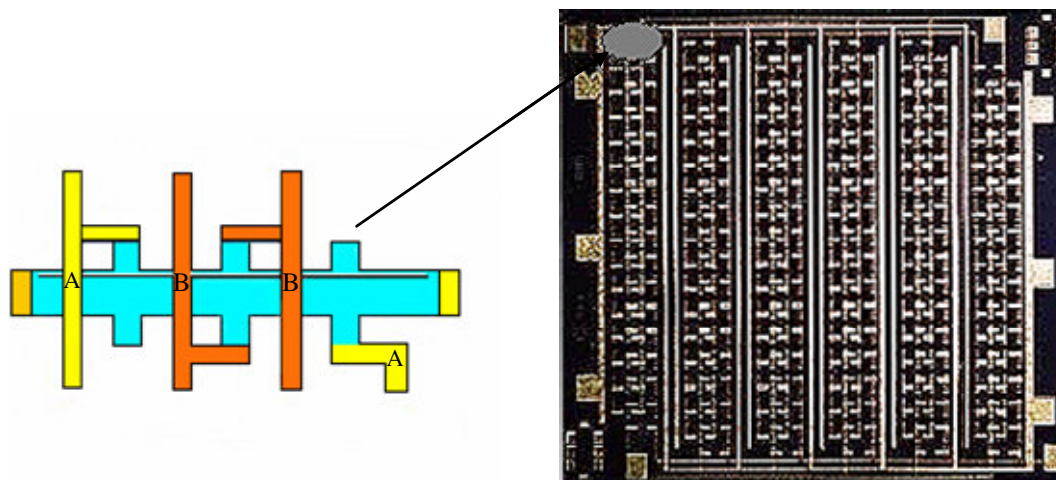


Figura 3.13 – Diagrama esquemático e imagem de um QHARS com 50 amostras de Hall em paralelo ( $R_K/200$ ) [95].

Os conjuntos de amostras quando associados em paralelo permitem a utilização de correntes mais elevadas, o que possibilita a sua medição através de pontes de comparação de resistências. Estes conjuntos constituem também uma excelente alternativa aos padrões convencionais, nomeadamente, para a utilização como padrões viajantes em comparações interlaboratoriais dada a sua invariabilidade com parâmetros de influência.

### 3.2.3.5. Contactos Óhmicos de um 2DEG

Considerando que uma amostra de Hall é normalmente utilizada durante vários anos, tendo que suportar diversos ciclos térmicos, a qualidade dos contactos eléctricos deve ser estável e não influenciar as medidas efectuadas devido a eventuais incrementos dos valores das resistências de contacto.

No caso de heteroestruturas GaAs/AlGaAs, inicialmente os contactos eram soldados com ligas de índio ou estanho com reduzidos valores de resistência de contacto. No entanto, esta técnica tem uma fiabilidade muito reduzida não sendo muito apropriada para utilização metrológica, tendo-se verificado a sua deterioração com o tempo devido a processos de difusão. Foi testada uma outra possibilidade que consiste na evaporação sequencial de uma liga de AuGe/Ni [98]. Inicialmente, é evaporada uma camada de uma

liga eutética de AuGe, depois uma camada de Ni e por fim uma camada de Au. A metalização é evaporada em forno com uma atmosfera de  $N_2/H_2$ . A amostra é aquecida a temperaturas de cerca de 430 °C, durante 15 s, e arrefecida até à temperatura ambiente em cerca de 10 minutos. Durante este processo, verifica-se a difusão dos átomos de Ge no GaAs, criando uma zona dopada tipo  $n$  no semiconductor, e de átomos de Ni, favorecendo a difusão de Ge, mas actuando como uma barreira inibidora da difusão entre a camada de AuGe e a camada superior de Au. Paralelamente a estes efeitos, o Ni provoca uma redução da tensão superficial do líquido AuGe durante a metalização o que aperfeiçoa a homogeneidade do contacto. Foi observado que a razão atómica entre o Ge e o Ni é um parâmetro de controlo importante na obtenção de menores valores de resistência de contactos. Têm sido efectuados diversos estudos para a determinação da razão atómica Ge/Ni, tendo-se chegado a valores entre 0,8 e 1,0. Estes contactos têm a vantagem de ser muitos finos e de possuírem reduzida resistência.

A qualidade de um contacto é avaliada através da medição de uma diferença de potencial em regime de EHQ, de acordo com o diagrama esquemático da Figura 3.14 e utilizando uma configuração a três terminais. Por exemplo, a determinação da resistência do contacto de corrente  $D$  é efectuada através da medição da diferença de potencial entre este e um outro contacto ao mesmo potencial (neste caso 1, 2 ou 3). Esta metodologia permite obter uma medida de  $R_L + R_C$ , sendo  $R_L$  a respectiva resistência do cabo de ligação e  $R_C$  a resistência de contacto.

A corrente utilizada deve ser adaptada de acordo com o tipo de contacto a testar: para os contactos de corrente deve ser usado um valor de corrente da mesma ordem de grandeza que para a realização de medições da RHQ; para os contactos da tensão de Hall o valor de corrente deverá ser menor que o anterior dado que estes contactos são utilizados para a medição de diferenças de potencial e não como contactos de corrente.

O arrefecimento rápido de uma amostra ou a sua longa manutenção a temperaturas do hélio líquido provoca o aumento da resistência de contactos.

De acordo com [8], são considerados bons padrões de resistência quântica, amostras cujos valores de resistência de contactos sejam inferiores a 100  $\Omega$  para  $i = 2$  e inferiores a 10  $\Omega$  para  $i = 4$ . Amostras com resistência de contactos desta ordem têm sido intensivamente utilizadas como padrões quânticos de resistência em vários NMI, não apresentando deterioração durante períodos de cerca de 10 anos.

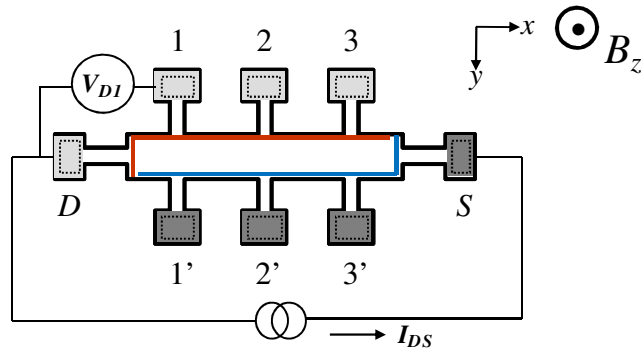


Figura 3.14 – Diagrama esquemático do circuito de medida de resistência de contactos, a três terminais, de uma heteroestrutura de GaAs/AlGaAs: em regime de EHQ,  $V_{D1}/I_{DS} = R_L + R_{C-D}$ .

### 3.2.4. Parâmetros de Influência

#### 3.2.4.1. Dependência com a Temperatura

Tal como se observa na Figura 3.9, a componente longitudinal da resistência  $R_{xx}$  apresenta valores muito reduzidos nas regiões correspondentes aos patamares de Hall. Esta possui uma dependência exponencial com a temperatura de acordo com a seguinte expressão:

$$e^{\left(\frac{\Delta E}{2kT}\right)} \quad (3.12)$$

onde  $\Delta E$  é a energia do hiato,  $k$  a constante de Boltzman e  $T$  a temperatura. Sendo o hiato de energia entre os diferentes níveis de Landau dado pela equação (3.7), elevados valores de temperatura provocam uma maior agitação térmica e, dependendo do valor do hiato de energia entre estados extensos, poderá ocorrer a passagem de electrões de um estado para outro de maior energia, aumentando assim o valor da resistência longitudinal. Por outro lado, o aumento do valor de campo magnético provoca também o aumento do hiato de energia, bem como a possibilidade dos electrões *saltarem* para outro estado. Considerando, por exemplo,  $B \approx 8$  T e  $T = 2$  K, obtém-se:

$$\hbar \omega_c = \hbar \frac{eB_z}{m^*} \approx 26,88 \quad e^{\left(\frac{\Delta E}{2kT}\right)} \approx 2,2 \times 10^{-12} \quad (3.13)$$

Para baixos valores de temperatura, a agitação térmica é desprezável e os electrões poderão não conseguir passar para estados de energia superior. Neste caso, a situação predominante corresponde à existência de electrões entre os estados localizados. Assim, a resistência longitudinal varia também de modo exponencial de acordo com  $e^{\left(\frac{T_0}{T}\right)^\gamma}$ , sendo  $\gamma \cong 1/2$ . Um meio eficaz de reduzir o valor de  $R_{xx}$ , aumentando a quantificação e a definição dos patamares observados consiste em diminuir a temperatura de medição.

Por outro lado, a resistência de Hall depende da temperatura de acordo com a seguinte relação:

$$\Delta R_H = R_H(T, i) - R_H(0, i) = s \rho_{xx}^{min}(T) \quad (3.14)$$

sendo  $R_H(T, i)$  o valor da resistência de Hall no patamar  $i$  à temperatura  $T$ ,  $R_H(0, i)$  o valor de  $R_H/i$ , o valor internacionalmente aceite para o patamar de ordem  $i$  a 0 K,  $s$  uma constante dependente das características da amostra (positiva ou negativa,  $|s| < 1$ , e com valores típicos entre 0,01 e 0,5) e  $\rho_{xx}^{min} = R_{xx} \frac{w}{l}$  o valor da resistividade longitudinal mínima, em que  $w$  corresponde à largura da amostra e  $l$  à distância entre os contactos de  $V_{xx}$ .

#### 3.2.4.2. Dependência com a Corrente

As condições de quantificação do EHQ deixam de se observar a partir de determinados valores de corrente, tipicamente da ordem de algumas centenas de  $\mu A$ . Mesmo para valores de corrente normalmente utilizados (no intervalo de 10  $\mu A$  a 50  $\mu A$ ), a variação de  $R_{xx}$  com a corrente provoca uma dependência linear de  $R_H$  relativamente ao valor quantificado [81, 85], tal como definido pela equação (3.14). Em regime de baixa corrente e para heteroestruturas de GaAs, observa-se uma dependência de  $R_{xx}$  dada por:

$$R_{xx} = R_{xx}(0) \cdot \exp[a(T) I]$$

em que  $a(T)$  é uma função da temperatura que tende para zero para valores da ordem de 0,3 K.

O padrão de fluxo associado à distribuição de corrente numa amostra de Hall é também um aspecto importante para a obtenção de medidas de elevada exactidão. A Figura 3.15 representa esquematicamente um padrão de fluxo numa amostra ideal.

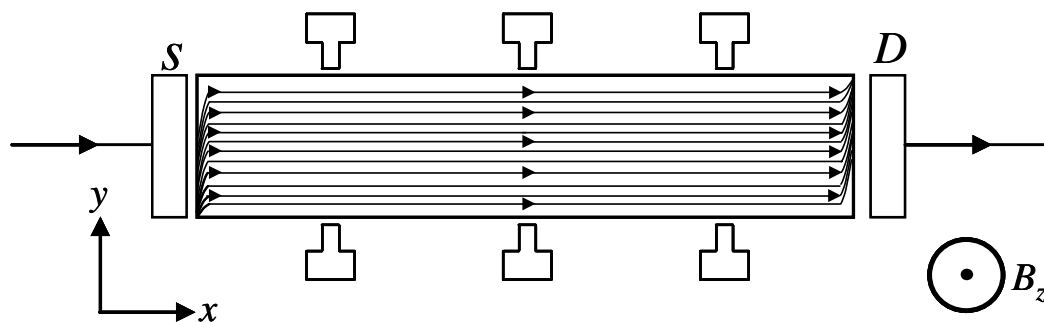


Figura 3.15 – Padrão de fluxo de um 2DEG de electrões num patamar de Hall.

No estado estacionário as forças de *Lorentz* e de *Coulomb* são iguais e opostas, fazendo com que os electrões entrem e saiam em extremidades diametralmente opostas. Quando  $R_{xx} = 0$  as linhas de força são também linhas de potencial constante e quando  $R_{xx} \neq 0$  as linhas isopotenciais inclinam-se em relação às linhas de fluxo de corrente e interceptam os lados da amostra. O padrão de fluxo é sensível à homogeneidade da amostra, bem como à variação da densidade de carga. O valor mínimo de  $R_{xx}$  depende da corrente até valores da ordem de algumas centenas de  $\mu\text{A}$ . O valor de corrente crítica  $I_c$ , acima do qual a dissipação de  $R_{xx}$  aumenta subitamente algumas ordens de grandeza (ver Figura 3.16 onde  $I_c \approx 340 \mu\text{A}$ ), é uma característica da amostra, independente da direcção da corrente e do campo magnético.

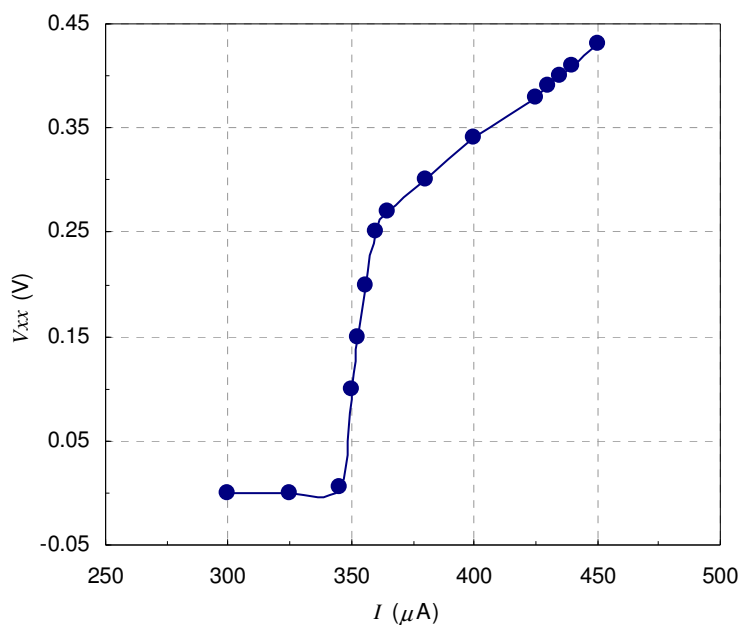


Figura 3.16 – Tensão longitudinal em função da corrente para uma heteroestrutura de GaAs/AlGaAs a  $T = 1,2$  K [82].

A Figura 3.17 representa a característica da tensão longitudinal  $V_{xx}$  em função do campo magnético num patamar de Hall.

Verifica-se que o aumento súbito da tensão longitudinal ocorre para menores valores de corrente à medida que nos afastamos do centro do patamar. Uma explicação possível para este aumento é o facto de a fracção de estados extensos em cada nível quântico  $i$  ser dependente do quadrado do campo eléctrico de Hall. O número de estados extensos aumenta com o valor da corrente, aproximando a margem de mobilidade do nível de Fermi.

Em condições experimentais a obtenção de medidas de maior exactidão e quantificação está relacionada com a observação das seguintes condições:  $\Delta R_H \rightarrow 0$ ,  $T \rightarrow 0$  e  $\rho_{xx}^{min} \rightarrow 0$ .

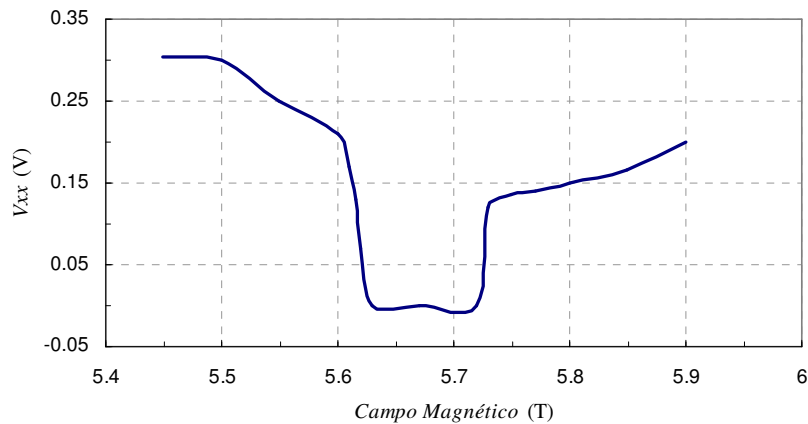


Figura 3.17 – Tensão longitudinal em função do campo magnético para o patamar  $i = 4$  correspondente à amostra da Figura 3.16.

#### 3.2.4.3. Condições de Quantificação

Sob condições ideais, a quantificação ideal da resistência de Hall é obtida quando  $\rho_{xx} = 0$  e  $T = 0$ . Na prática, são observados desvios entre o valor medido de  $R_H$  e o respectivo valor teórico dado pela expressão (23). A largura dos patamares quânticos de Hall depende sobretudo da exactidão associada ao sistema de medição utilizado. Esta largura diminui com o aumento da corrente, da temperatura e da mobilidade e aumenta com o aumento do campo magnético. Existe um valor crítico de corrente, de temperatura e de campo magnético para os quais deixa de se observar os patamares de uma dada amostra. Os valores típicos de mobilidade associados a patamares de Hall extensos e com reduzidos valores de  $R_{xx}$  são tipicamente da ordem de  $10\,000\text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  para Si-MOSFET e de  $100\,000\text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  para heteroestruturas de GaAs/AlGaAs. Valores de mobilidade da ordem de  $1\,000\,000\text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  estão associados a patamares de reduzida largura.

Tal como referido em 3.2.4.1, a quantificação de um patamar depende ainda da temperatura de acordo com a equação (3.14). No entanto, todas as medições de elevada exactidão ( $\approx 10^{-8}$ ) até hoje realizadas permitiram concluir que  $R_H(T, i)$  se aproxima do valor constante  $R_H(i) = \left(\frac{h}{ie^2}\right)$  para temperaturas da ordem de 1 K. O valor mínimo de  $R_{xx}$  correspondente a um intervalo de campo magnético para um dado patamar depende fortemente da temperatura, dependência esta que pode ser alterada reciclando termicamente a amostra até à temperatura ambiente.



Com o objectivo de definir um conjunto mínimo de parâmetros para avaliar as condições de quantificação de amostras de Hall, tais como, resistência de contactos, medição de  $R_{xx}$  em ambos os lados da amostra e a medição de  $R_H$  considerando pelo menos dois pares de contactos, foi criado pelo CCEM um grupo de trabalho que estabeleceu algumas regras associadas a medições de elevada exactidão apresentadas inicialmente em 1989 [7], revistas e actualizadas em [8].

### 3.3. Efeito de Hall Quântico Fraccionário

Em 1982, Tsui, Stormer e Laughlin ao realizarem experimentalmente o EHQ utilizando heteroestruturas de GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As, com valores de mobilidade superiores aos até então usados (elevada mobilidade de portadores para campo magnético nulo), menores temperaturas ( $\approx 0,1$  K) e campos magnéticos mais intensos ( $\approx 20$  T) observaram um *novo patamar* na resistência de Hall, igual ao triplo da constante de von Klitzing ( $i = 1/3$ ). Em 1998, Daniel Tsui, Horst Stormer e Robert Laughlin receberam o prémio Nobel da Física pela descoberta do efeito Hall quântico fraccionário (EHQF) [82].

A expressão 23 mantém-se válida também neste caso, sendo, no entanto,  $i$  um número fraccionário. Posteriormente observaram-se outros patamares para valores de  $i$  fraccionários ( $2/3, 4/3, 2/5, 3/5, 4/5, 5/3, \dots$ ) entre os correspondentes aos do EHQ inteiro, tal como exemplificado na Figura 3.18.

A observação do EHQ correspondente a factores de preenchimento fraccionários (razão entre o número de electrões e de *fluido quântico*:  $\nu = p / q$ , sendo  $p$  e  $q$  números inteiros e sem factores comuns) sugeriu a existência de partículas fraccionárias em sistemas unidimensionais. Um ano após a sua descoberta, Laughlin baseou a sua teoria no facto de que para elevados valores de campo magnético e com temperaturas da ordem de 0,1 K (obtidas com <sup>3</sup>He) o 2DEG (electrões e buracos) de densidade  $n$  *condensa*, originando uma nova forma de *fluido quântico*.

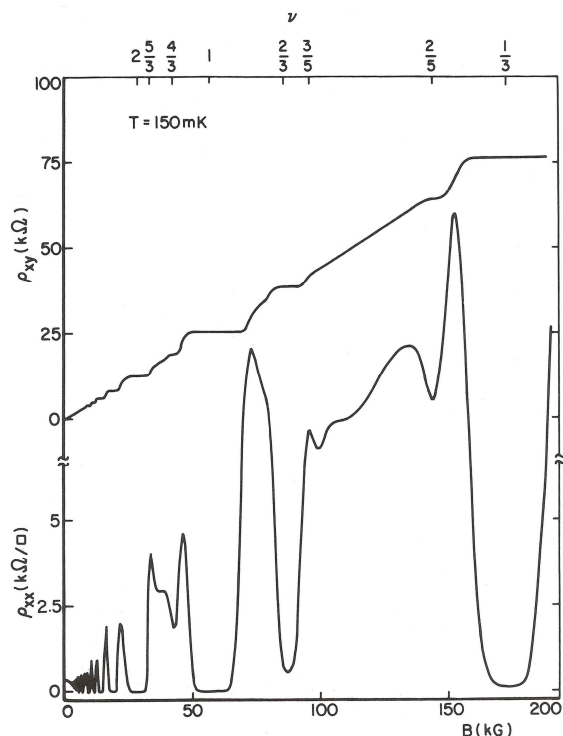


Figura 3.18 – Característica típica do EHQF observado numa heteroestrutura de GaAs/AlGaAs para  $T = 0,15 \text{ K}$  e  $B > 5 \text{ T}$ : observação dos patamares em  $\rho_{xy}$  correspondentes a níveis de preenchimento de Landau  $i = 1/3$  (o primeiro patamar fraccionário observado por Störmer and Tsui),  $2/5$ ,  $3/5$ ,  $2/3$ ,  $4/3$  e  $5/3$  [82].

Considerando que os electrões (neste caso fermiões) são mais resistentes à condensação, começam por se combinar com estes *quanta* de *fluido quântico*. Em particular, para os primeiros patamares fraccionários descobertos, cada electrão capta três *quanta*, formando um tipo de partícula composta sem resistência à condensação, dando origem a bosões. Este tipo de fluido, designado também por *fluido de Laughlin* é constituído por partículas compostas. Uma das suas particularidades consiste no facto de ao adicionar um electrão, o fluido é excitado dando origem a um determinado número de *quasipartículas* fraccionariamente carregadas. Estas partículas são resultado do movimento de electrões no fluido quântico. Laughlin demonstrou que estas *quasipartículas* apresentam uma carga fraccionária correspondente aos patamares observados no EHQF. Com o objectivo de explicar teoricamente o patamar correspondente a  $\nu = 1/3$ , Laughlin propôs a existência de uma hierarquia sequencial de estados correlacionados (Figura 3.19), resultantes de mútuas repulsões entre partículas, e em que cada estado contém também uma hierarquia fraccionária. Esta proposta provou ser capaz de explicar todos os restantes patamares observados experimentalmente.

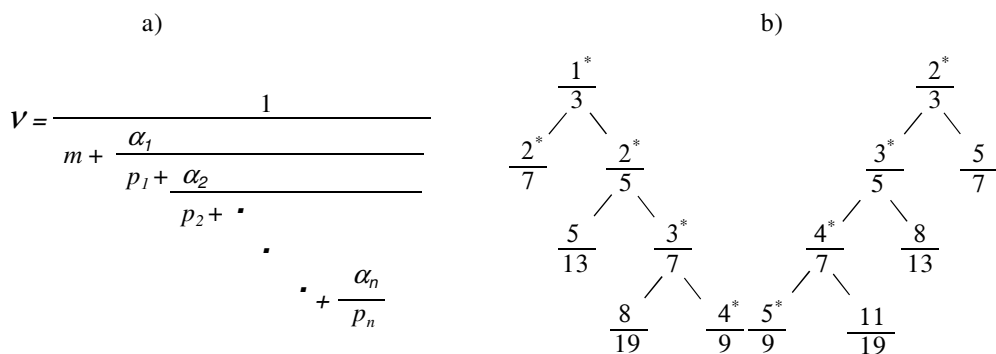


Figura 3.19 – a) Hierarquia sequencial de estados correlacionados do EHQF, proposta por Laughlin e relativa à existência de factores de preenchimento  $\nu$  fraccionários:  $m$  ímpar e inteiro,  $\alpha_i = \pm 1$  e  $p_i$  par e inteiro; b) exemplo para  $\nu = 1/3$  e  $\nu = 2/3$  (\* correspondem a patamares observados experimentalmente).

A observação dos patamares correspondentes a  $i = 1/3, 2/3, 4/3$  e  $5/3$  evidenciou a existência de um comportamento electrónico muito activo num determinado intervalo de temperatura, o que sugeriu a existência de um hiato no espectro de energia, separando o estado fundamental dos estados excitados. A medição do efeito do aumento de desordem correspondente ao hiato de energia para  $i = 2/3$  indicou uma rápida diminuição deste hiato com o aumento da desordem, sugerindo a existência de um limite acima do qual se deixa de observar o fenómeno. Em amostras de mobilidades superiores foi ainda possível evidenciar a presença de potenciais patamares para os seguintes números quânticos  $i = 1/5, 7/5, 8/5, 2/7, 3/7, 4/7, 4/9$ , e  $5/9$ , tendo como base a localização de mínimos de  $\rho_{xx}$ . Em 1987 [99] foi referida a primeira observação de um patamar com denominador par,  $i = 5/2$ .

A aplicação do EHQF à metrologia proporcionaria a obtenção de um padrão quântico com valores óhmicos fraccionários, complementando assim os valores obtidos através do EHQ inteiro e facilitando a divisão de valores óhmicos. No entanto, e de acordo com os estudos e os resultados disponíveis até ao momento, tal não tem sido possível pelas seguintes razões:

- A observação do EHQF, bem como a realização de medidas de elevada exactidão estão ainda condicionadas por exigirem valores muito elevados de campo magnético ( $> 15$  T) e temperaturas muito reduzidas ( $\approx 0,1$  K), dificilmente disponíveis na maioria dos NMI;

- Valores de corrente muito baixos ( $\approx 1 \mu\text{A}$ ), tornando pouco provável a sua aplicação à medição de padrões de resistência;
- A exactidão da medição da resistência de Hall quantificada associada a patamares fraccionários é ainda muito baixa para aplicações metrológicas (por exemplo, para  $i = 1/3$  foi obtida em 1983 uma exactidão da ordem de algumas partes em  $10^5$ , com  $B = 19 \text{ T}$  e  $T = 0,14 \text{ K}$ ).

### 3.4. Transferência de Valores Óhmicos

#### 3.4.1. Introdução

A evolução da metrologia científica e aplicada verificada nas últimas duas décadas, no que se refere à exactidão dos métodos de medição, padrões utilizados e respectiva incerteza associada deve-se essencialmente aos seguintes aspectos:

- Aumento da exactidão exigida por parte da indústria em geral no que se refere ao desenvolvimento da instrumentação utilizada (maior resolução, sensibilidade e tempos de resposta);
- Aplicação da microelectrónica no desenvolvimento de padrões de elevada exactidão, bem como na utilização rotineira de microprocessadores em práticas laboratoriais.

A caracterização de um padrão, considerando a sua deriva temporal e quaisquer outros parâmetros de influência ou condições de medição, tais como temperatura, humidade relativa, pressão, corrente ou tensão de medição, permite prever e determinar, dentro do intervalo de confiança associado à respectiva incerteza, o seu valor em qualquer instante. Um maior conhecimento das suas características possibilita a gradual diminuição da incerteza atribuída à sua medição.

Os métodos de calibração de resistências utilizados a nível nacional eram maioritariamente métodos clássicos de comparação com valores de referência, baseados na medição de razões e usando comparadores de corrente e potenciómetros.

A aplicação metrológica de valores de resistência quantificados, obtidos através do EHQ, requer a sua comparação com valores de resistências-padrão convencionais. Se esta comparação for efectuada através de métodos clássicos de comparação com valores de referência, como por exemplo o método potenciométrico, a exactidão obtida é limitada essencialmente pela incerteza da linearidade do potenciómetro, com valores típicos da

ordem de  $10^{-6}$ . Esta dificuldade é ultrapassada com a utilização de dispositivos criogénicos tais como Comparadores de Corrente Criogénicos (CCC) e técnicas potenciométricas, como por exemplo as utilizadas pelo NPL, pelo NML e pelo IEN e descritas em [100-102]. O potenciómetro de Josephson constitui uma alternativa, cujas potencialidades foram demonstradas pela primeira vez em 1985 por Endo [103], pela medição da razão de uma resistência de Hall quantificada  $R_H$  e de uma resistência de referência  $R_R$ , utilizando um SQUID (*Superconductor Quantum Interference Device*) como detector de zero, e dois anos mais tarde por Warnecke [104], recorrendo a um detector de zero electrónico.

Apesar dos comparadores de corrente criogénicos serem o meio mais eficaz e exacto de comparar valores quantificados de amostras de Hall com resistências-padrão convencionais, permitindo valores de exactidão da ordem de 1 parte em  $10^9$  a opção tomada neste trabalho para a transferência de valores óhmicos incidiu sob a implementação de uma variante do método potenciométrico de Josephson, utilizando como detector de zero um nanovoltímetro de elevada exactidão.

Nesta secção são apresentadas algumas das características das resistências-padrão convencionais, bem como os métodos de medição e de calibração utilizados pela comunidade metrológica para a manutenção e disseminação desta unidade, tais como pontes de comparação de corrente contínua, pontes de comparação de corrente criogénica, ponte de Wheatstone modificada e métodos potenciométricos.

### 3.4.2. Resistências-Padrão Convencionais

Até à descoberta do EHQ a maioria dos NMI mantinha a unidade nacional de resistência DC através do valor médio de um grupo de resistências-padrão de valor nominal  $1 \Omega$ , cujas principais características são sumarizadas por Braudaway [105]. Paradoxalmente, a utilização da resistência quântica de Hall (RQH) aumentou o nível de exigência relativamente à qualidade dos padrões convencionais, dado que é utilizada para medir directamente padrões de transferência de valor nominal  $100 \Omega$  ou  $10 \text{ k}\Omega$ . Sendo bianual a periodicidade típica destas medições, são utilizados grupos de resistências de  $1 \Omega$  e  $10 \text{ k}\Omega$  como padrões de referência durante estes períodos.

O conjunto de resistências-padrão que tem sido utilizado para a materialização nacional da unidade é constituído por dois grupos de padrões, resistências-padrão de valor nominal  $1 \Omega$  tipo *Thomas* e de  $10 \text{ k}\Omega$  com banho próprio termostaticado, sendo depois

transferidos para o restante intervalo de valores ôhmicos utilizando padrões de transferência tipo *Hamon* (Figura 3.20).

Estes padrões devem possuir baixos coeficientes de temperatura no seu intervalo de utilização (habitualmente entre 20 e 25 °C) e elevada estabilidade a longo prazo. Possuem níveis típicos de potência da ordem de 1 mW, bastante superiores aos de uma amostra quântica de Hall ( $\approx 50 \mu\text{W}$ ). São apresentadas a seguir algumas das propriedades e limitações associadas a estes padrões.



Figura 3.20 – Resistências-padrão de valor nominal 1  $\Omega$  e 10 k $\Omega$  e padrões de transferência tipo *Hamon*.

#### 3.4.2.1. Resistência-Padrão de Valor Nominal 1 $\Omega$

As resistências-padrão tipo *Thomas* de valor nominal 1  $\Omega$  foram desenvolvidas por J. L. Thomas em 1930 no NBS (National Bureau of Standards) e comercialmente produzidas pela L&N (Leeds and Northrup). São constituídas por um enrolamento bifilar (com 28 voltas, diâmetro 2,05 mm) de manganina, liga introduzida em 1890, com resistividade de  $0,48 \mu\Omega\cdot\text{m}$ , e constituída por 84 % Cu, 12 % Mn, 4 % Ni [106]. As extremidades do enrolamento são ligadas a quatro terminais de cobre, dois de corrente e dois de potencial. As proporções desta liga foram seleccionadas de modo a obter uma reduzida f.e.m. de origem térmica relativamente ao cobre (neste caso de 2 a 3  $\mu\text{V/K}$ ) e baixo coeficiente de temperatura (coef. de 1ª ordem:  $\alpha \approx 5 \text{ a } 10 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ ; coef. de 2ª ordem  $\beta \approx -0,6 \cdot 10^{-6}/\text{K}^2$ ) para valores em torno da temperatura ambiente (20 °C – 28 °C). Estes padrões, normalmente imersos em banhos de óleo, possuem uma abertura central

(diâmetro 25 mm) o que facilita a circulação do óleo e a obtenção de maior estabilidade térmica.

A sua relação de dependência com a temperatura e a pressão é dada por:

$$R(T_p) = R_p(T'_p) \left( 1 + \alpha_p (T_p - T'_p) + \beta_p (T_p - T'_p)^2 + \gamma_p (p_p - p'_p) \right) \quad (3.15)$$

sendo  $R(T_p)$  o valor da resistência à temperatura  $T_p$ ,  $\alpha_p$  e  $\beta_p$  os coeficientes de temperatura a  $T'_p$  e  $\gamma_p$  o respectivo coeficiente de pressão.

A dependência linear com a pressão atmosférica é considerada como sendo causada pela deformação mecânica, devido à variação da pressão e da temperatura, associada à sua dupla parede. Uma variação de pressão atmosférica da ordem de 0,02 bar (15 mm Hg) provoca uma variação de cerca de  $3 \cdot 10^{-8}$  no seu valor óhmico, (coeficiente de pressão  $\gamma_p \approx 1,5 \text{ n}\Omega/\text{hPa}$ ). Este parâmetro deverá, no entanto, ser avaliado tal como em [107] e considerado sempre que os padrões são submetidos a significativas diferenças de pressão. Por exemplo, a uma altitude de 1 milha ( $\approx 1,609 \text{ km}$ ), o valor da pressão atmosférica é aproximadamente 0,2 bar (150 mm Hg) inferior ao valor da pressão correspondente ao nível do mar. A esta altitude, o valor de uma resistência-padrão tipo *Thomas* é cerca de  $3 \cdot 10^{-7}$  inferior relativamente ao valor que teria ao nível do mar. O intervalo de  $\pm 15 \text{ mm Hg}$  representa a variação máxima dos valores de pressão atmosférica observados anualmente ao nível do mar, excluindo a ocorrência de tempestades. A determinação da pressão para resistências-padrão imersas em banhos de óleo é efectuada através da relação  $p = p_a + \rho g h$ , sendo  $p_a$  a pressão atmosférica,  $\rho$  a densidade do óleo e  $h$  a sua altura acima das resistências.

Possuem coeficientes de potência da ordem  $10^{-6} \text{ W}^{-1}$ , quando colocados em banhos termostatizados, e excelente estabilidade a longo prazo (da ordem algumas partes em  $10^8$  por ano).

#### 3.4.2.2. Resistência-Padrão de Valor Nominal 10 k $\Omega$

Os padrões de valor nominal 10 k $\Omega$  utilizados neste trabalho são padrões que possuem banho próprio termostatizado, constituídos por uma série de 10 resistências de 1 k $\Omega$ . Cada uma destas resistências é constituída por uma liga de *Evanohm* (75 % Ni + 20 % Cr + 3 % Al + 2 % Cu), introduzida em 1940, com resistividade de 1,34  $\mu\Omega \cdot \text{m}$

(tripla da correspondente à manganina e apropriada para resistências de valor nominal superior) e menores coeficientes de temperatura ( $\alpha \approx 0,1 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ ). Quando submetida a tratamentos térmicos a baixa temperatura é possível colocar o máximo da sua curva característica resistência-temperatura no valor de menor variação. A diminuição dos efeitos de deriva é obtida através da realização de ciclos térmicos de envelhecimento. Estes padrões possuem um banho de óleo de silicone próprio, hermeticamente fechado e isolado, e um sensor de temperatura de  $10 \text{ k}\Omega$  constituído por uma resistência de cobre em série com uma resistência de baixo coeficiente térmico. Possuem baixos coeficientes de pressão, da ordem de  $-0,2 \cdot 10^{-9}$  a  $-0,35 \cdot 10^{-9} / \text{hPa}$ .

### 3.4.2.3. Padrões de Transferência tipo Hamon

Os padrões de transferência tipo *Hamon* utilizados no laboratório resultam do desenvolvimento de Bruce Hamon em 1954 [33], são constituídos por 10 resistências, a quatro terminais, de igual valor nominal ( $R_1$  a  $R_{10}$  - Figura 3.21), permanentemente associadas em série. Podem associar-se em paralelo ou em série-paralelo subgrupos de resistências, ligando separadamente os respectivos terminais de corrente ou de potencial, e seleccionar valores óhmicos entre o correspondente à associação dos  $n$  valores individuais em paralelo ( $R/n$ ) ou em série ( $nR$ ). São ainda utilizadas resistências adicionais nas ligações correspondentes aos terminais de potencial, ajustadas tal que  $r_1G_1 = \dots = r_nG_n$ , sendo  $G = 1/R$ . Considerando  $n$  resistências de igual valor nominal, a razão entre o valor em série  $R_s$  e em paralelo  $R_p$  é dada, até à segunda ordem, por:

$$\frac{R_s}{R_p} = n^2 \left[ 1 + \left( \sum \varepsilon_i^2 \right) / n \right] \quad (3.16)$$

sendo  $\varepsilon_i$  o desvio relativo da resistência de ordem  $i$  relativamente ao valor médio das  $n$  resistências. Assim, 10 resistências de valor nominal  $10 \Omega$  permitem efectuar a comparação de valores na razão  $100 \Omega / 1 \Omega$  e 10 resistências de valor nominal  $1 \text{ k}\Omega$  permitem efectuar a comparação de valores na razão  $10 \text{ k}\Omega / 100 \Omega$ . De acordo com as suas características e concepção, se o valor das  $n$  resistências for conhecido com uma exactidão da ordem de  $10^{-4}$ , a exactidão da razão entre os valores da associação série/paralelo será de  $(10^{-4})^2 = 10^{-8}$ . Estes padrões são habitualmente utilizados em banhos



de óleo termostatzados, permitindo a obtenção das suas melhores especificações e facilitando a lubrificação dos selectores de valores óhmicos, reduzindo possíveis efeitos de oxidação.

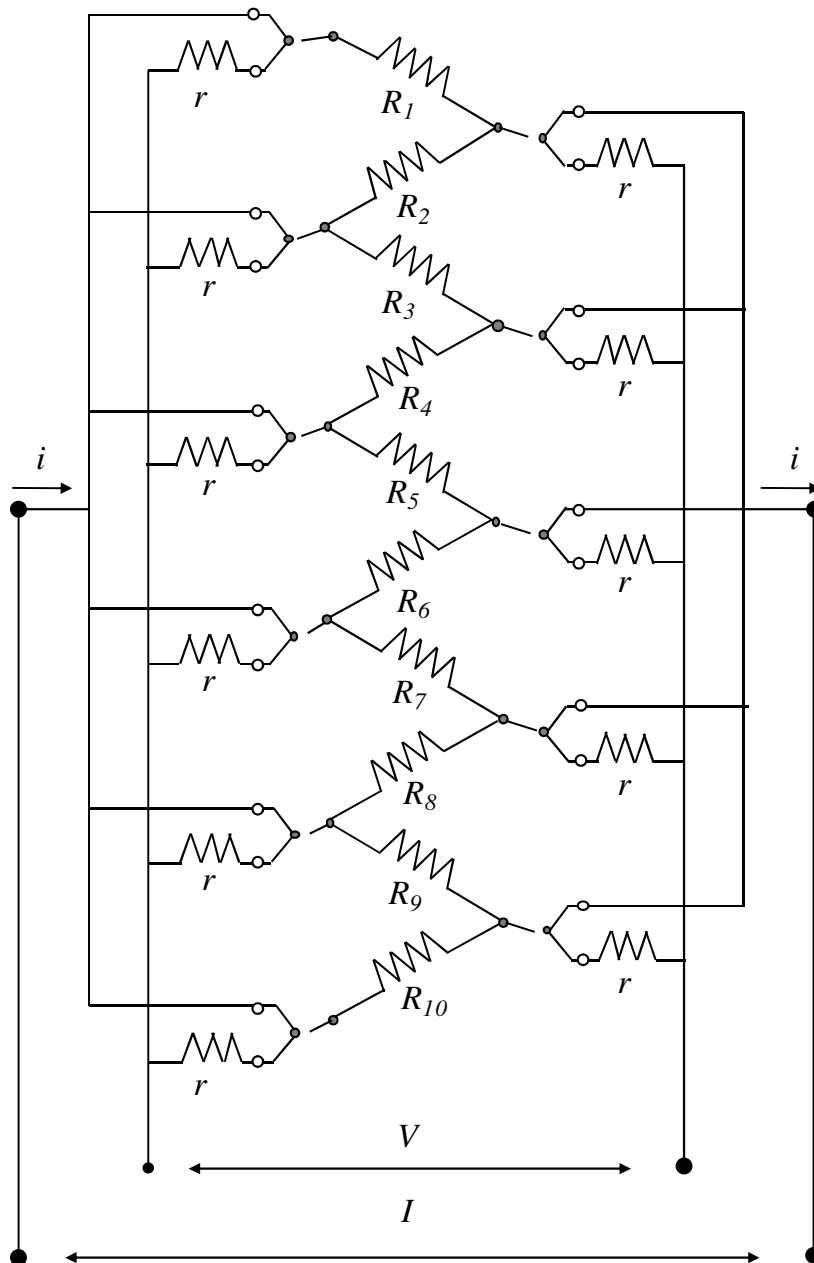


Figura 3.21 – Diagrama esquemático de uma resistência de transferência tipo *Hamon*.

#### 3.4.2.4. Limitações e Características das Resistências-Padrão

Devido aos efeitos de relaxamento das ligas utilizadas no fabrico de uma resistência-padrão, bem como quando são submetidas a choques térmicos ou mecânicos, observa-se a variação do valor da resistência com o tempo. Tipicamente observa-se inicialmente uma componente exponencial na função de deriva destes padrões que progressivamente se transforma numa função polinomial, até à ordem dois na maioria dos casos, após estabilização. Os resultados da medição de uma resistência são influenciados por efeitos termoeléctricos, ruído térmico e resistências de fuga. Os efeitos devidos a f.e.m. de origem térmica, causados por gradientes térmicos ao longo circuito de medida, são eliminados através da inversão da polaridade da corrente de medição e seleccionando sequências de medidas apropriadas. Dunn [108] refere erros da ordem de 1 parte em  $10^8$  devido ao efeito de Peltier para resistências-padrão tipo Thomas. O efeito de resistência de fuga,  $R_f$ , na medição de elevada exactidão de uma resistência  $R$ , provoca a diminuição relativa do seu valor de  $R/R_f$ . Este efeito é minimizado pela utilização de materiais isolantes tais como *teflon* (politetrafluoretileno), que permitem obter valores de  $R_f$  da ordem de  $10^{14} \Omega$  na medição de resistências-padrão. No entanto, a utilização de outros componentes no circuito de medição, tais como, detectores, comutadores e ligadores, dificulta a obtenção de valores de resistência de fuga superiores a  $10^{11} \Omega$ . Deste modo, a medição exacta de resistências de valor nominal superior a  $100 \text{ k}\Omega$  necessita de circuitos de guarda específicos no sentido de evitar que estas correntes de fuga introduzam erros significativos no circuito de medição.

A natureza química do meio envolvente pode afectar o elemento resistivo, o seu isolamento e os respectivos contactos.

Sendo a estabilidade de um padrão um factor essencial na determinação da sua deriva é comum submeter as resistências de elevada exactidão a ciclos acelerados de envelhecimento, embora durante os dois primeiros anos de utilização ainda apresentem valores consideráveis de deriva ( $\approx$  algumas partes em  $10^6$ ). Considerando que o valor de uma resistência-padrão se altera com diversos parâmetros de influência, a sua medição deverá ser efectuada em ambiente cuidadosamente controlado, tais como, banhos de óleo ou de ar termostatzados (temperatura de referência de  $23 \text{ }^\circ\text{C}$  de acordo com a 20ª resolução do CCE de 1995). Resistências de valor nominal igual ou inferior a  $1 \text{ M}\Omega$  e que não possuem banho próprio são habitualmente medidas em banhos de óleo. Resistências de valor nominal superior são medidas em banho de ar dado que a condutividade do óleo pode alterar significativamente o seu valor óhmico. Foi observada histerese com a

temperatura em resistências tipo *Thomas*. Tipicamente, o seu valor aumenta cerca de  $1,5 \cdot 10^{-7}$  após um ciclo de temperatura de 2 °C. Para resistências-padrão de 10 kΩ não foi observada qualquer histerese, dentro de uma resolução de 1 parte em  $10^8$ , após um ciclo térmico de 16 horas, entre 20 °C - 10 °C - 20 °C, de acordo com os resultados obtidos por Witt em [106].

O coeficiente de potência de uma resistência é directamente proporcional ao coeficiente de temperatura e inversamente proporcional à eficiência com que o meio envolvente contraria e estabiliza o seu aumento de temperatura, provocado pela condução de calor quando este é percorrido por uma corrente, razão pela qual o coeficiente de potência deve ser medido *in situ*. De acordo com Elmquist e Dziuba [109], os coeficientes de potência determinados para resistências tipo Thomas são da ordem de  $(-1 \text{ a } 2) \cdot 10^{-6} / \text{W}$  e da ordem de  $(0 \pm 2) \cdot 10^{-6} / \text{W}$  para resistências de 10 kΩ tipo ESI-SR104. Devem utilizar-se valores de corrente de medição tal que a potência dissipada seja inferior ou igual a 100 mW. Considerando este valor e dado que os coeficientes de temperatura típicos são inferiores a  $10^{-5} / \text{K}$ , o calor envolvido não afecta significativamente o valor da resistência.

A variação do valor de uma resistência com a tensão de medição é dada pela expressão:

$$R_{V_1} = R_{V_2} [1 + \varphi (V_1 - V_2)] \quad (3.17)$$

sendo  $\varphi$  o coeficiente de tensão (habitualmente indicado em % / V) e  $R_{V_1}$  e  $R_{V_2}$  o valor da resistência medido com a tensão aplicada  $V_1$  ou  $V_2$ . Dado que o valor da resistência depende da polaridade da tensão aplicada é normalmente indicado um valor médio correspondente a ambas as polaridades.

### 3.4.3. Técnicas DC para a Medição de Resistências

As técnicas de medição de elevada exactidão da razão de resistências DC são actualmente efectuadas por recurso a métodos potenciométricos e pontes comparadoras de corrente. Estes métodos são seleccionados de acordo com o valor nominal a medir e o nível de incerteza pretendido, salientando-se a seguir quatro dos mais utilizados:

- Comparador de corrente contínua: constituída por um circuito primário (onde se inclui a resistência a medir) e um circuito secundário (correspondente à resistência de referência), é baseada num equilíbrio de tensões, detectado por um galvanómetro, e num equilíbrio magnético (intensidade nula de fluxo magnético na bobina de detecção), sendo o produto ampere-espira no circuito primário igual ao do circuito secundário. Permite a medição de resistências-padrão com incertezas típicas da ordem de  $10^{-7}$ ;
- Comparador criogénico de corrente contínua: princípio de funcionamento semelhante ao anterior e em que a detecção do equilíbrio é efectuada através de um SQUID. Possibilita valores típicos de incerteza da ordem de  $10^{-9}$ .
- Ponte de Wheatstone modificada: utilizada para a medição de resistências de elevado valor óhmico ( $\geq 10 \text{ M}\Omega$ ), utiliza duas referências de tensão DC, uma fixa e outra variável, e duas resistências (uma de referência e outra a medir). A detecção da situação de equilíbrio pode ser efectuada através da medição da tensão ou da corrente.
- Método Potenciométrico: sistema de comparação de resistências em série, percorridas pelo mesmo valor de corrente. A razão das diferenças de potencial aos terminais das resistências a comparar é proporcional à razão dos respectivos valores. A incerteza típica depende, entre outros factores, da estabilidade da fonte de corrente utilizada e da concepção do próprio potenciómetro. A implementação de uma variante do método potenciométrico clássico, designada potenciómetro de Josephson permite a medição de resistências com incertezas típicas da ordem de  $10^{-8}$ .

#### 3.4.3.1. Pontes de Medida e Comparadores de Corrente Contínua

O princípio de medição de resistências baseia-se essencialmente em dois processos de comparação, tipo configuração potenciométrica de tensão (Figura 3.22 – a) e comparação de corrente (Figura 3.22 – b). Os métodos convencionais de comparação de resistências a quatro terminais envolvem a comparação de diferenças de potencial, quando ambas as resistências são percorridas pelo mesmo valor de corrente (Figura 3.22 – a). O potenciómetro é utilizado para medir, sucessivamente, a diferença de potencial aos terminais de  $R_x$  e  $R_s$  (Figura 3.22 – c), constituído por uma resistência variável  $A$ , uma resistência fixa  $B$  e uma fonte de corrente. Neste método, e numa situação de equilíbrio, não existe fluxo de corrente nos condutores de ligação, sendo desprezável a sua resistência. A resolução e a exactidão são limitadas pela estabilidade dos valores da corrente  $I_1$  e  $I_2$  durante a medição. No entanto, considerando uma deriva linear da

corrente, a correcção dos resultados é efectuada por uma medição sequencial do tipo  $R_x$ ,  $R_s$ ,  $R_x$ . Considerando que  $R_x / A \approx R_s / B$ , pode utilizar-se como detector um voltímetro de elevada impedância, não sendo assim necessário anular as medidas de tensão. É utilizada apenas uma fonte de corrente, ligando directamente os terminais exteriores de  $R_x$  e  $A$  e de  $R_s$  e  $B$ , transformando a configuração anterior no circuito correspondente a uma ponte de Wheatstone (Figura 3.22 – d). A vantagem desta configuração está relacionada com o facto de possíveis instabilidades da corrente provocarem apenas efeitos de segunda ordem, tais como a alteração da sensibilidade da própria ponte de medida.

Quando se pretendem utilizar os quatro terminais das resistências  $R_x$ ,  $R_s$ ,  $A$  e  $B$  é utilizada uma forma generalizada da ponte dupla de Kelvin, designada ponte de Warshawsky, descrita por Delahaye em [110]. Esta ponte é constituída por quatro resistências colocadas em cada um dos lados de um tetraedro. Em cada um dos seus quatro ângulos são utilizadas resistências auxiliares, cuja razão nominal é igual à razão das resistências que o constituem. Este tipo de ponte é normalmente utilizado para a comparação de resistências-padrão de valor nominal 10 k $\Omega$  [111].

Na ponte de Kelvin conjugada (Figura 3.23), as resistências a comparar são percorridas por diferentes valores de corrente, sendo as respectivas diferenças de potencial iguais e opostas. O quociente entre as duas resistências é proporcional aos respectivos valores de corrente: este é também o caso do comparador de corrente contínua.

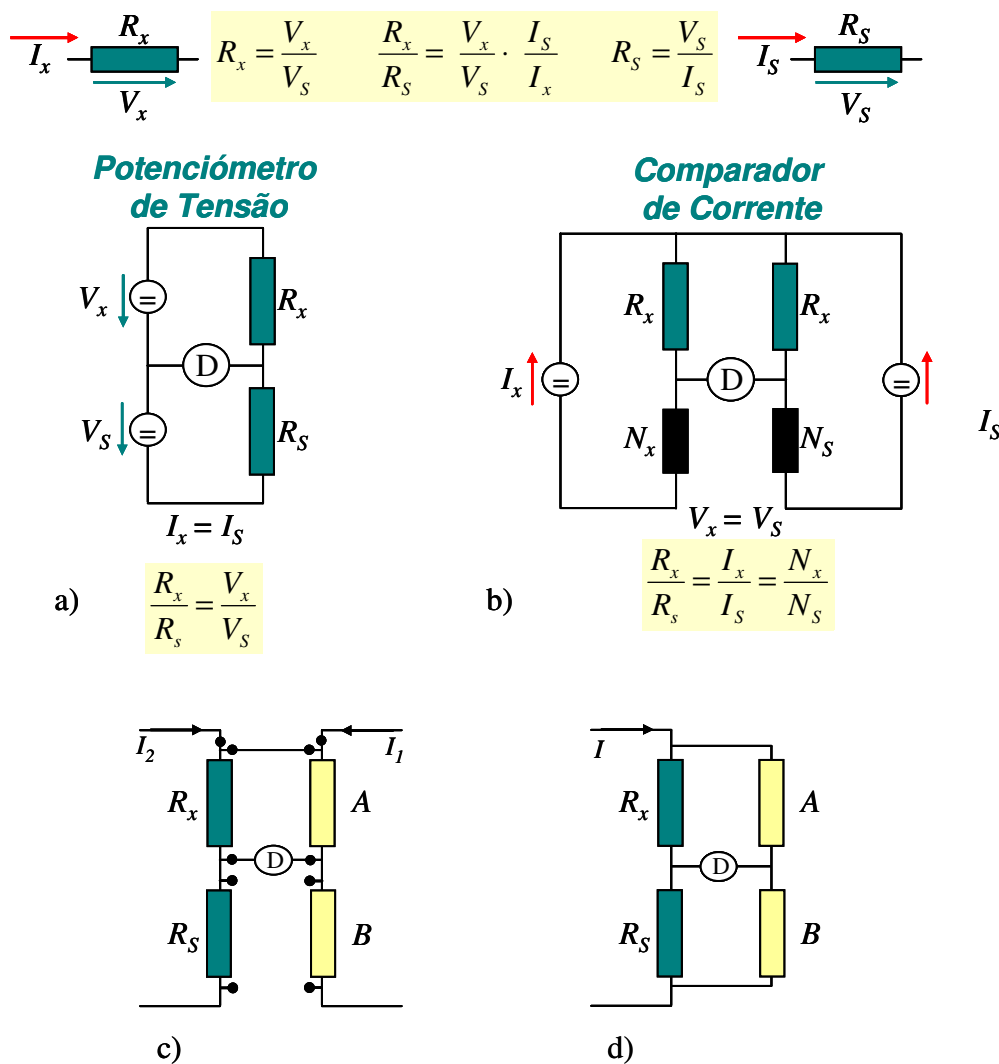


Figura 3.22 – Configurações para a medição da razão de resistências-padrão: a) potenciômetro de tensão; b) comparação de corrente; c) potenciômetro com resistências de proporção semelhante à razão a determinar ( $R_x/R_s = A/B$ ); d) transformação de c) na configuração em ponte de Wheatstone.

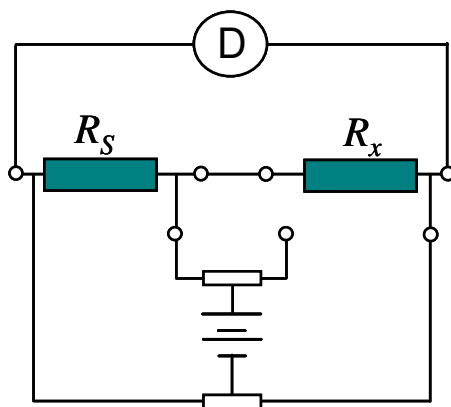


Figura 3.23 – Ponte de Kelvin conjugada.

A introdução do comparador de corrente contínua em 1964 [112] e a sua utilização como ponte de medição da razão de resistências representou um enorme progresso metrológico no domínio da resistência DC. O princípio de operação deste comparador de corrente, esquematicamente representado na Figura 3.24, consiste na medição exacta da razão das correntes  $I_s$  e  $I_x$  que percorrem, respectivamente, as resistências  $R_s$  e  $R_x$ , provocando iguais quedas de potencial aos seus terminais ( $I_s \cdot R_s = I_x \cdot R_x$ ). A razão exacta da corrente é controlada por um comparador de corrente contínua, constituído por um transformador com múltiplos enrolamentos toroidais, um enrolamento primário  $N_x$ , ajustável, e um enrolamento secundário  $N_s$ . A ponte é equilibrada através do ajuste do número de espiras  $N_x$  tal que a diferença das quedas de potencial aos terminais das resistências, detectada por  $D$  e indicada por um galvanómetro, seja nula ( $e_s = e_x$ ). Este comparador é assim utilizado para a obtenção de um equilíbrio ampere-espira, entre os enrolamentos primário e secundário, ajustando o número de enrolamentos  $N_x$  até que o fluxo DC seja nulo. O sistema de detecção avalia a diferença gerada pelos enrolamentos primário e secundário,  $N_x I_x - N_s I_s$ , produzindo um sinal de saída DC proporcional a esta diferença. Este é realimentado com o objectivo de controlar a fonte de corrente secundária (SCS), garantindo que o ganho deste ciclo seja suficientemente elevado e mantendo esta diferença desprezável. Na condição de equilíbrio, existência de fluxo DC nulo, obtém-se:

$$I_s N_s = I_x N_x$$

$$\frac{R_x}{R_s} = \frac{I_s}{I_x} = \frac{N_x}{N_s} \quad (3.18)$$

e

$$R_x = \frac{N_x}{N_s} R_s \quad (3.19)$$

Sendo  $Y = N_x / N_s$  a razão dada pelo comparador e conhecendo o valor do padrão  $R_s$ , determina-se o valor da resistência a medir,  $R_x$ .

Este comparador de corrente contínua não é sensível à resistência dos fios de ligação, não requer estabilidade do valor da corrente e permite obter uma excelente linearidade ( $\approx$  da ordem de algumas partes em  $10^8$ ), dependente apenas da razão do número de enrolamentos. As principais limitações estão associadas ao ruído e à deriva do modulador magnético do detector, assumindo em alguns casos valores da ordem de  $1 \mu\text{A}$ . No caso de pontes que funcionam com forças magneto-motrizes elevadas (ex. 100 A, correspondendo

a correntes de 100 mA num enrolamento de 1000 voltas) esta limitação não é significativa (1 parte em  $10^8$ ). No entanto, não é possível manter esta mesma resolução para menores valores de corrente, utilizados na medição de resistências de valor nominal igual a 100  $\Omega$  ou superior. Esta limitação é ultrapassada pelos comparadores de corrente criogénicos, referidos na secção seguinte.

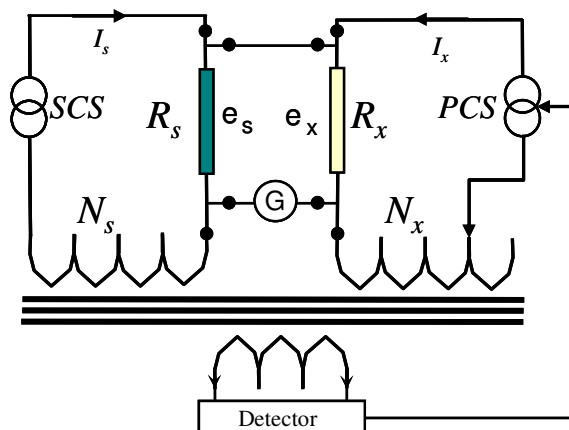


Figura 3.24 – Comparador de corrente contínua.

### 3.4.3.2. Comparadores de Corrente Criogénicos

Embora não seja a solução adoptada neste trabalho, em alguns NMI a transferência de valores quantificados de amostras de Hall para as convencionais resistências-padrão é efectuada através de comparadores de corrente criogénicos [113], os quais possibilitam a realização de medidas de elevada exactidão, com valores de incerteza de  $10^{-9}$ .

O CCC, desenvolvido nos anos 70 [114], é um dispositivo que usufrui das propriedades magnéticas de blindagem dos supercondutores. Um anel supercondutor contendo no seu interior um condutor transportando corrente tem um efeito de simetria tal que o campo magnético gerado no exterior do anel é independente da posição do condutor no interior deste. Tendo o anel vários condutores no seu interior e sendo nula a soma das correspondentes forças magneto-motrices, o campo produzido no exterior é também nulo. Considerando também a existência de magnetómetros DC extremamente sensíveis e funcionando a baixas temperaturas, como é o caso dos SQUID, foi possível implementar comparadores de corrente criogénicos de extrema sensibilidade e exactidão. A Figura 3.25 representa esquematicamente um CCC para a comparação de correntes DC  $i_1$  e  $i_2$ , com razão nominal  $i_1 / i_2 = n_1 / n_2$  (sendo  $n_1$  e  $n_2$  inteiros). Os condutores são constituídos



por dois enrolamentos circulares com número de espiras  $n_1$  e  $n_2$ , cuja razão corresponde à razão de resistências a comparar. Estes enrolamentos estão rigidamente acoplados e possuem forma toroidal. O SQUID é acoplado ao comparador de corrente através de um transformador de fluxo supercondutor. Este é constituído por um enrolamento supercondutor de indutância  $L$ , ligado às extremidades do CCC, em série com o enrolamento supercondutor de entrada do SQUID (com indutância  $L_i$ ). A incerteza associada à implementação da razão de corrente é menor que 1 parte em  $10^9$  e a resolução, expressa em termos da corrente de um enrolamento com 1 espira e utilizando um SQUID rf, é da ordem de 0,5 nA.

A primeira aplicação do CCC foi a sua utilização para a medição da razão de resistências, tal como descrito por Delahaye [115, 116]. Na Figura 3.26 é apresentado um diagrama esquemático de uma ponte automática, constituída por transformadores de fluxo DC, com enrolamentos supercondutores e por duas fontes de corrente estabilizadas,  $FC_1$  e  $FC_2$ , que alimentam as resistências a comparar,  $R_1$  e  $R_2$ . Os dois enrolamentos  $E_1$  e  $E_2$  são percorridos por dois valores distintos de corrente, tal que as diferenças de potencial  $V_1$  e  $V_2$  aos terminais das resistências sejam iguais, sendo aproximadamente nula a tensão medida pelo nanovoltímetro.

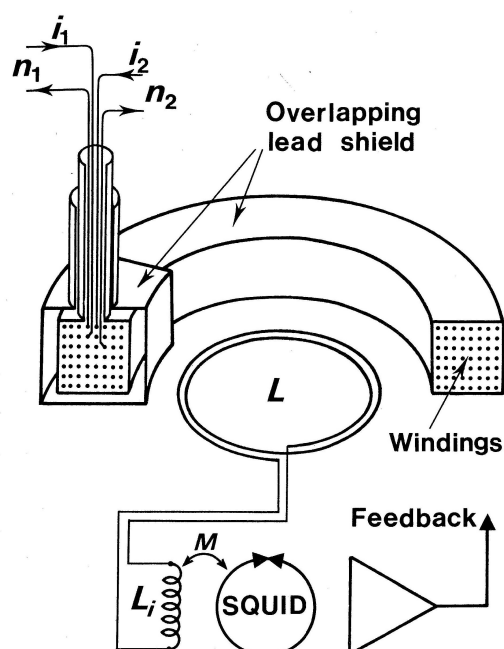


Figura 3.25 – Esquema simplificado da secção de um comparador de corrente criogénico [110].

Conhecendo-se o valor da razão entre o número de espiras destes enrolamentos e ligando-os em oposição, para que o produto ampere-espira seja igual e oposto, é determinado o valor da razão das duas resistências dado por:

$$\frac{R_1}{R_2} = \left( \frac{V_1}{I_1} \right) / \left( \frac{V_2}{I_2} \right) \quad (3.20)$$

O ajuste exacto no valor das correntes é controlado, dentro do limite de exactidão do CCC, por realimentação da saída do SQUID, sendo o seu ruído associado à componente aleatória da incerteza com maior peso.

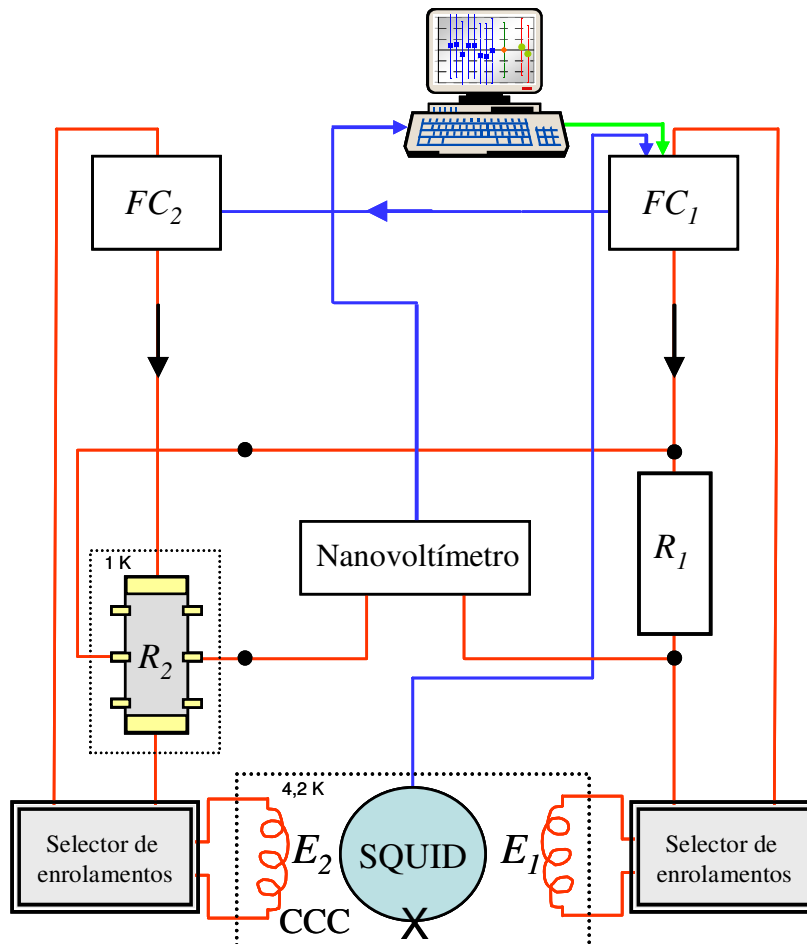


Figura 3.26 – Esquema simplificado de uma ponte de medida utilizando um comparador de corrente criogénico.

Estas pontes comparadoras baseadas em CCC representam actualmente o método de maior exactidão na comparação de razões de resistência DC, sendo um meio particularmente eficiente na transferência de valores quantificados de amostras de Hall para resistências-padrão convencionais, possibilitando a obtenção de incertezas da ordem de 1 parte em  $10^9$ .

### 3.4.3.3. Método Potenciométrico

O princípio de medição associado ao método potenciométrico, esquematicamente representado na Figura 3.27, consiste na comparação de duas resistências ligadas em série,  $R_s$  e  $R_x$ , percorridas pelo mesmo valor de corrente DC. A razão das diferenças de potencial  $V_x/V_s$ , aos terminais de cada resistência, igual a  $R_x/R_s$ , é avaliada através de um potenciómetro associado a um voltímetro (detector de zero), sendo a tensão de saída do potenciómetro ajustada sucessivamente para valores aproximados de  $V_x$  e de  $V_s$ . Sendo  $\frac{R_x}{R_s} = \frac{V_x}{V_s}$ , e conhecendo o valor do padrão  $R_s$ , a determinação de  $R_x$  é efectuada em função de  $V_s$  e  $V_x$ .

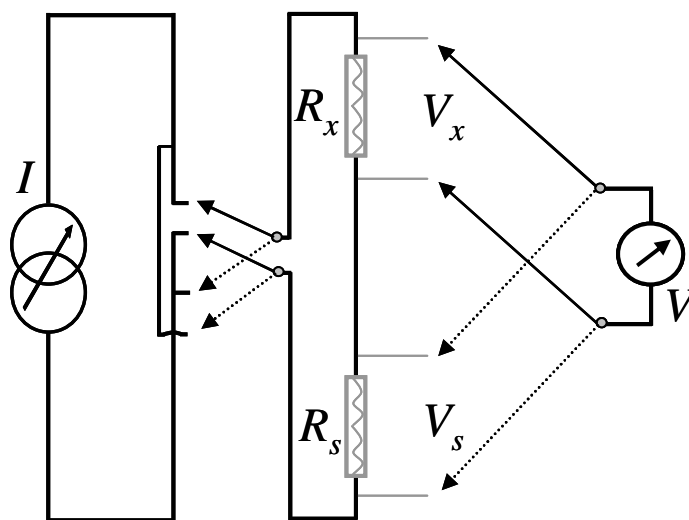


Figura 3.27 – Método Potenciométrico para a medição da razão de resistências.

A obtenção de medidas de elevada exactidão está condicionada pelos seguintes aspectos:

- Estabilidade do valor de corrente;
- Resolução, estabilidade e linearidade do voltímetro utilizado na medição de  $V_x$  e  $V_s$ ;
- O valor de corrente deverá ser tal que a potência dissipada em cada uma das resistências seja da ordem de alguns mW;
- Controlo dos parâmetros de influência, tais, como, temperatura, humidade e pressão atmosférica;
- Utilização de comutadores para a inversão da polaridade da corrente de modo a eliminar as f.e.m. de origem térmica.

Quando  $R_x$  e  $R_s$  têm o mesmo valor nominal, a relação  $V_x/V_s$  é aproximadamente unitária. Witt apresenta resultados da comparação de resistências-padrão de valor nominal 10 k $\Omega$  [117], tendo obtido valores de exactidão de  $1 \cdot 10^{-8}$  e Hartland, através de um potenciómetro semelhante efectuou a comparação da resistência de Hall quantificada com padrões convencionais do mesmo valor nominal [118].

Quando os valores nominais de  $R_x$  e  $R_s$  diferem significativamente, podem implementar-se potenciómetros de Josephson, Endo e Warnecke em [103, 104], possuindo elevada linearidade. Neste trabalho foi implementada uma variante do potenciómetro de Josephson, descrita no capítulo seguinte.

## 4. SISTEMAS EXPERIMENTAIS E MÓDULOS APLICACIONAIS IMPLEMENTADOS NO LME

Neste capítulo são apresentados os sistemas quânticos implementados, descritas as suas principais características e capacidades, bem como o nível de exactidão e desempenho proporcionado

A obtenção de medidas de elevada exactidão, associada à disponibilidade de um padrão primário quântico de resistência DC e à transferência de valores óhmicos quantificados para resistências-padrão convencionais utilizando métodos potenciométricos depende sobretudo das características da fonte de corrente utilizada, sendo a sua estabilidade um dos aspectos fundamentais a considerar. Em 4.2.2.3 é apresentado um estudo comparativo das três soluções consideradas para a fonte de corrente em que são utilizadas outras tantas referências de tensão mantendo-se inalterada a montagem em série de uma resistência de valor nominal seleccionável.

Em 4.3.2 é efectuada a descrição do potenciómetro de Josephson implementado para a medição e a calibração de resistências-padrão, em unidades SI e em termos do valor quantificado de uma amostra Hall, recorrendo aos efeitos quânticos de Josephson e Hall.

Na secção 4.4 é apresentada a definição da arquitectura do sistema de informação e de suporte lógico desenvolvido e implementado em linguagem de programação gráfica *LabView®*, que possibilita a automatização do sistema experimental de Resistência Quântica de Hall e do Potenciómetro de Josephson, através do controlo da instrumentação associada, aquisição, processamento, tratamento estatístico e gestão de dados relativos a estudos comportamentais de amostras e de padrões convencionais.

### 4.1. Efeito Josephson

O sistema experimental de Josephson implementado [119], instalado no interior de uma câmara blindada, de modo a minimizar as interferências electromagnéticas externas, ligado a um PC (exterior à câmara) por fibra óptica e controlado através de uma interface *IEEE-488*, é constituído pelos seguintes subsistemas (Figura 4.1):

- Sistema de geração de microondas:
  - Frequência de referência de 10 MHz rastreável aos relógios atômicos de césio do laboratório de tempo e frequência;
  - Geração de microondas: fonte de alimentação de baixo ruído, díodo de *Gunn* (gerador de frequência de microondas, para o intervalo 70 – 100 GHz, medida e estabilizada através de um contador digital), medidor do nível de potência injectada no topo da sonda, e atenuador (efectua um ajuste fino da potência para estabilizar a matriz de junções de Josephson);
  
- Sistema de medição:
  - Fonte de corrente de polarização da matriz de junções de Josephson: controla a sua polarização, determina a corrente crítica e o número inteiro correspondente ao degrau estabilizado e permite visualizar as curvas características tensão/corrente;
  - Voltímetro digital de 7 ½ dígitos: mede a tensão  $V$  da matriz de junções de Josephson, o que permite calcular o valor de  $n$  (arredondado para o inteiro mais próximo) e consequentemente o valor real da tensão. Este valor da tensão de Josephson correspondente ao degrau  $n$  determinado é dado por:  $V_J = n h f / 2 e$ . A correcção dos erros do voltímetro devido a tensões de origem térmica é corrigida pela inversão de polaridade.
  - Nanovoltímetro digital de 7 ½ dígitos e resolução de 0,1 nV na escala de 1 mV (1 nV na escala de 10 mV): efectua a medição das diferenças de potencial entre a tensão de Josephson e o padrão a medir;
  
- Conjunto de junções de Josephson:
 

Matriz de junções de Josephson de valor nominal 1 V ou 10 V: tipo SIS (Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Nb), constituído, respectivamente, por 2 400 ou 19 700 junções, colocado no porta-amostras de uma sonda introduzida num reservatório de <sup>4</sup>He líquido.

A cablagem de ligação da sonda inclui um conjunto de filtros rf, montados na extremidade superior de modo a evitar transições entre degraus de tensão devido a ruído induzido. São utilizados três pares de condutores de baixa condutividade térmica entre a matriz de junções e a fonte de corrente de polarização, o voltímetro e o comutador de baixo ruído térmico, utilizado para a inverter a polaridade da matriz.

A minimização de resistências de fuga é um dos aspectos essenciais para controlar os erros associados ao desempenho do sistema global, nomeadamente no que se

refere ao aparecimento de quedas de potencial, não controladas, nos fios de ligação utilizados. A sonda é normalmente referida a um ponto de massa (*terra limpa*).

A sonda deve ser lentamente introduzida no reservatório de hélio líquido de modo a minimizar os efeitos de um arrefecimento brusco, processo que demora cerca de 15 minutos. Durante este processo, a sonda não deve estar ligada a nenhum dos equipamentos de medição ou de polarização.

A frequência e a potência de microondas devem ser ajustadas de modo a que os limites da curva característica  $I/V$  no eixo  $V$  atinjam os valores nominais da matriz de junções ( $\pm 1$  V ou  $\pm 10$  V), de modo a obter degraus suficientemente largos e estáveis (figura 3.1).

O sistema experimental de Josephson foi tecnicamente validado através de uma comparação internacional com o BIPM, utilizando o seu sistema transportável. A concordância relativa entre os valores obtidos pelos dois sistemas foi de  $0,8 \cdot 10^{-10}$  com uma incerteza combinada a  $1 \sigma$  de  $4,6 \cdot 10^{-10}$  [120].

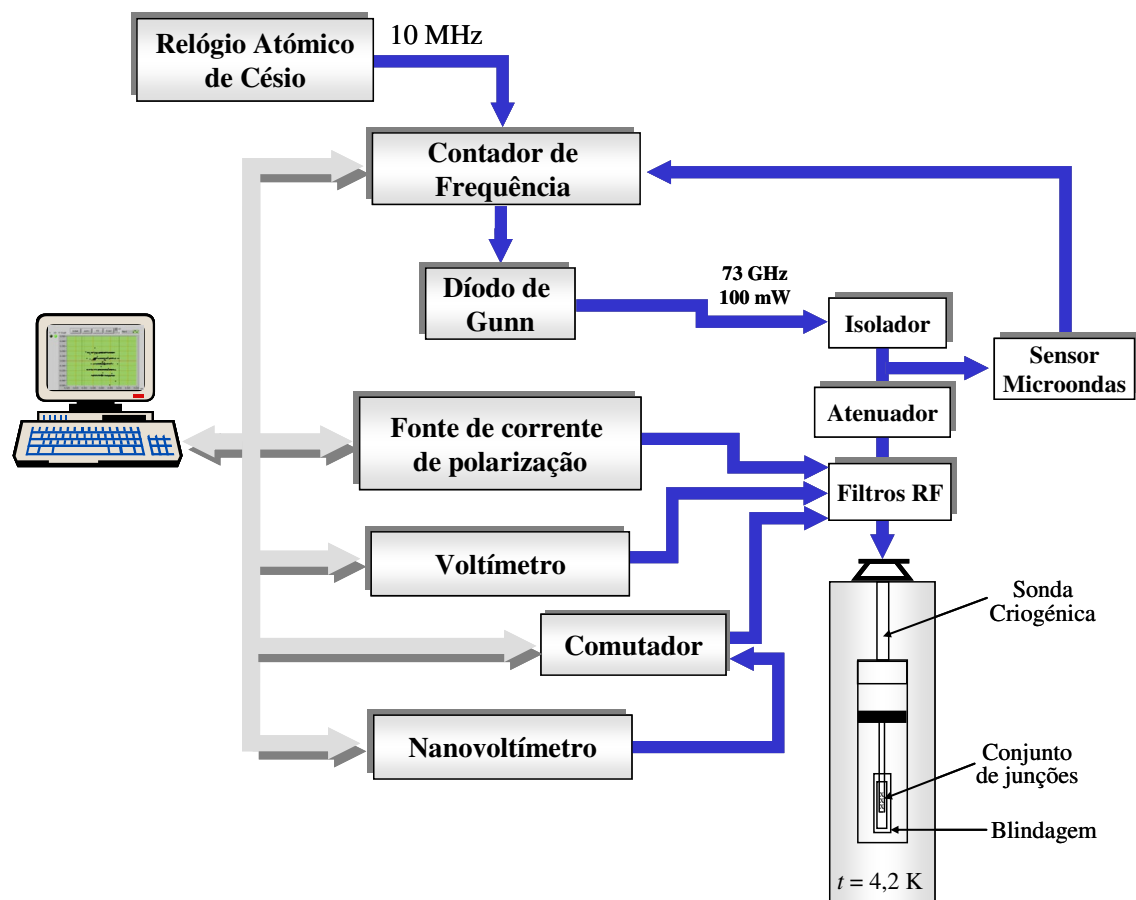


Figura 4.1 – Sistema Experimental de Efeito Josephson.

## 4.2. Efeito Hall Quântico

O sistema experimental de EQ implementado no LME [121], esquematicamente representado na Figura 4.2, é constituído essencialmente por três blocos:

- Sistema de Criogenia: baseado num crióstato de  $^4\text{He}$ , reservatório de temperatura variável – VTI, magneto supercondutor de 12 T, com possibilidade de atingir 14 T através de um sistema de *lambda plate*, termometria, porta-amostras e amostras de Hall;
- Sistema de Controlo e Medição: controlador de temperatura, fonte de alimentação do magneto, medidor de nível de hélio, fonte de corrente e volímetros digitais de elevada exactidão;
- Sistema de Alto Vácuo: bombas rotatória e turbo-molecular e respectivos medidores.

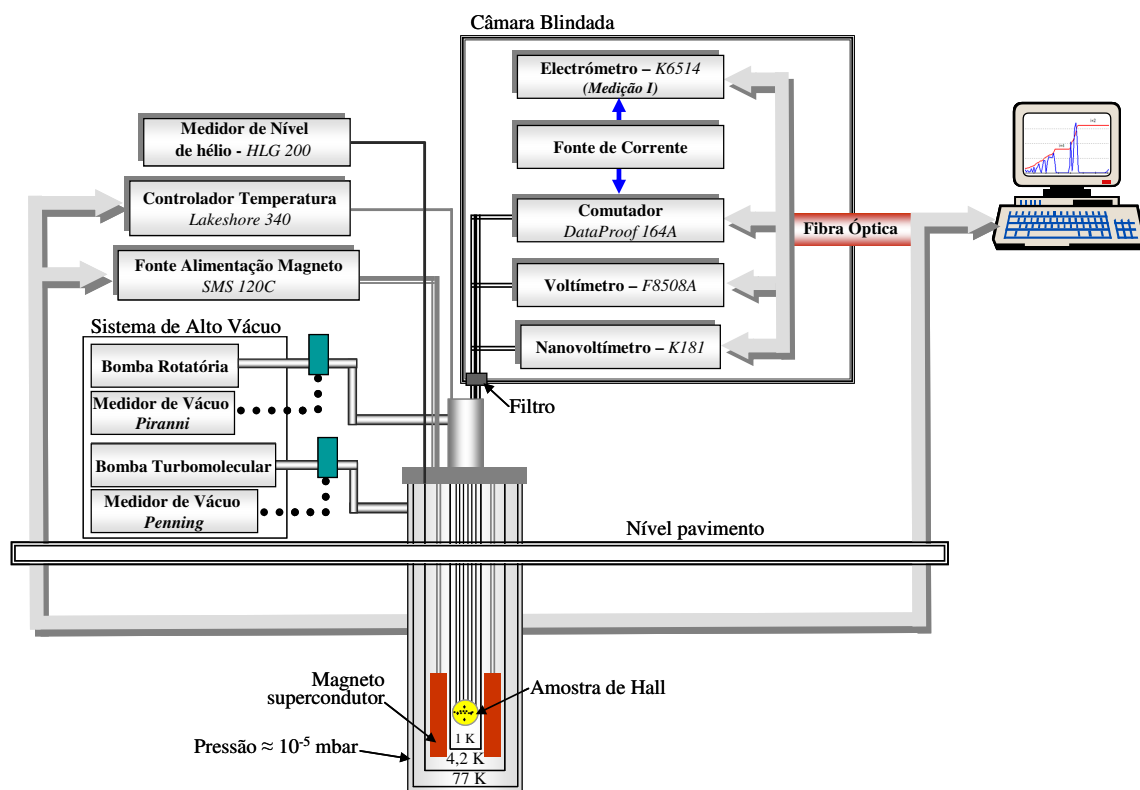


Figura 4.2 – Sistema Experimental de Efeito Hall Quântico.



#### 4.2.1. Sistema de Criogenia

O sistema de criogenia é constituído por 4 elementos principais: crióstato de hélio-4, magneto supercondutor e respectivo suporte, VTI e porta-amostras. Este sistema possui uma taxa típica de evaporação de hélio da ordem de  $160 \text{ cm}^3 / \text{hora}$  com campo magnético nulo e  $255 \text{ cm}^3 / \text{hora}$  com valores de campo da ordem de 8 tesla. Dado o laboratório não possuir recuperador de hélio, a operacionalidade experimental deverá ser cuidadosamente planeada no sentido de otimizar e rentabilizar o consumo envolvido.

O crióstato, em aço inox, é constituído por um reservatório central com capacidade de 43 l, envolvido por uma bainha com capacidade de 30 l, contendo azoto líquido, e externamente por uma bainha de vázio (pressão  $\approx 10^{-5}$  mbar).

O magneto supercondutor é constituído por dois enrolamentos, um interior de NbSn enrolado em aço inox e um externo de NbTi, envolvidos por resina epóxida, eliminando a possibilidade de qualquer deslocamento durante a energização. Encontra-se fixo a uma base de *tufnol* (material compósito), suportada por três hastes de aço inox, ligadas ao topo do crióstato através de uma base de alumínio anodizado, electricamente isolada e com tratamento anti corrosão. Acoplado a esta estrutura encontram-se os terminais de ligação à respectiva fonte de alimentação do magneto (*Cryogenic* - SMS120C), 4 resistências de protecção (com potência de 50 W), as quais, juntamente com a fonte de alimentação, permitem limitar a tensão no magneto e evitar a libertação de grandes quantidades de energia em caso de amortecimento (magneto em estado resistivo). Este magneto permite a obtenção de valores de campo magnético de 12 T (de acordo com a razão intensidade campo magnético / corrente de 0,12165 T / A, obtidas a 98,6 A) a 4,2 K e de 14 T (com 115,1 A) a 2,2 K. Este valor da temperatura é possível devido à existência de um refrigerador tipo *lambda plate* (baseado no conceito do *banho de Roubeau*), constituído essencialmente por uma válvula de agulha (VA) e uma linha de vázio, ambas ligadas a um circuito de arrefecimento. Este é constituído por um tubo colocado abaixo do suporte do magneto em forma circular e ligado a uma linha de vázio e a uma entrada de hélio controlada pela VA. Através da diminuição da pressão de vapor do LHe, que se encontra no banho principal do crióstato, é possível reduzir a temperatura, para valores da ordem de 2,2 K, dependente da quantidade de fluxo de através da válvula de agulha. Neste caso, apenas o hélio que se encontra abaixo do *lambda plate* é arrefecido, a diminuição de temperatura torna-o mais denso e desloca-o para a base do crióstato, mantendo-se a superfície do banho a 4,2 K e à pressão atmosférica. Este é um dos aspectos práticos e versáteis do sistema, possibilitando o seu re-enchimento, não alterando a temperatura do

volume de líquido arrefecido a 2,2 K e mantendo o magneto energizado. É utilizado um termómetro de RhFe, colocado na parte inferior do suporte do magneto, para monitorizar a temperatura do líquido arrefecido. O vazio é efectuado por uma bomba rotatória, com capacidade da ordem de 30 m<sup>3</sup> / hora, monitorizado por um medidor tipo *Girovac*, com intervalo de medição de 0 – 200 mbar. De modo a reduzir as fugas de calor entre os banhos a 2,2 K e a 4,2 K são utilizados condutores de cobre niquelado que possuem uma menor condutividade térmica comparativamente aos de cobre puro. A amostra de Hall na extremidade do porta-amostras é posicionada na parte central do magneto no qual existe uma homogeneidade de 10<sup>-3</sup> num diâmetro de 10 mm.

O magneto supercondutor possui uma cavidade central cilíndrica de 90 mm diâmetro, no interior da qual se insere o VTI.

O VTI de <sup>4</sup>He utilizado neste sistema permite o funcionamento num intervalo de temperatura entre 100 K – 1,2 K, é constituído por um tubo de aço inox com diâmetro interno mínimo de 30 mm, permitindo o acesso do porta-amostras, externamente envolvido por uma bainha de vazio e diâmetro externo inferior reduzido (de 88,9 mm para 50,8 mm) de modo a permitir a sua inserção na parte central do magneto supercondutor. A entrada de hélio líquido do banho principal para o VTI (com capacidade aproximada de 2,7 l), cujo fluxo é controlado por válvula de agulha, é efectuada através de um capilar e por diferença de pressão. A entrada de hélio para o espaço da amostra faz-se através de um elemento aquecedor, enrolado numa secção de cobre prateada, a qual se estende até à base do espaço da amostra. A aplicação de uma corrente ao elemento aquecedor permite variar a temperatura do gás de troca, monitorizada por um termómetro de resistência de *Cernox*. O controlo e a estabilização da temperatura no espaço da amostra é efectuada por um controlador *Lakeshore*, modelo 340.

A existência de uma *gate valve* e de um volume, com possibilidade de nele se fazer vazio, no topo do VTI permite a troca de amostras não afectando as condições existentes no seu interior (temperatura e vazio).

O porta-amostras é constituído por um tubo de aço inox, contendo no seu interior duas hastes de fibra de vidro com anéis de centragem, para amortecer eventuais oscilações. Na extremidade inferior, encapsulado, encontra-se o suporte, tipo TO8, para a colocação das amostras (Figura 4.3). O porta-amostras é introduzindo lentamente no VTI, colocando a amostra a meia altura do magneto supercondutor onde a homogeneidade do campo magnético é maior.

Considerando que inicialmente todo o sistema se encontra à temperatura ambiente, e de modo a evitar um elevado consumo inicial de hélio, é efectuado um pré-arrefecimento do sistema com azoto líquido (LN<sub>2</sub>) durante aproximadamente 12 horas, permitindo a estabilização térmica ao nível dos 77 K. O pré-arrefecimento deve ser efectuado de modo a evitar a condensação de ar ou de vapor de água o que provocaria a formação de gelo. Assim, e antes de iniciar a transferência de LN<sub>2</sub> para o banho principal, deve bombear-se a bainha externa do crióstato (até à obtenção de valores da ordem de 10<sup>-5</sup> mbar) e o VTI (com valores de pressão da ordem de 10<sup>-3</sup> mbar), mantendo a válvula de agulha aberta. Após o início da transferência do azoto e logo que o VTI atinja os valores de temperatura do LN<sub>2</sub>, fecha-se a válvula de agulha de modo a evitar a acumulação do azoto no interior do VTI (o qual deverá ser totalmente removido antes da transferência de hélio). O elemento aquecedor do VTI poderá ser utilizado para remover pequenas quantidades de azoto que eventualmente se tenham acumulado. A taxa inicial de transferência de azoto deverá ser lenta, prevenindo um choque térmico demasiado severo, podendo aumentar após a acumulação de líquido. A formação de gelo no topo do crióstato indica uma transferência demasiado rápida. Logo que esteja completa, é interrompido o vazio e aberta a VA. Após o enchimento do banho principal, o mesmo deverá acontecer com o reservatório externo do crióstato, permitindo um pré-arrefecimento mais eficiente e isolamento térmico apropriado.

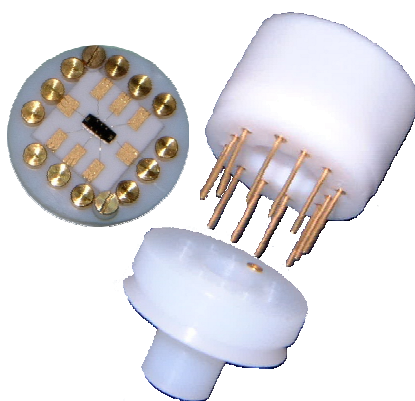


Figura 4.3 – Amostra de Hall e respectivo suporte, tipo TO8.

Antes de iniciar a transferência de hélio líquido, é essencial remover todos os vestígios de azoto, o que aliado à existência de vapor de água ou ar levaria à formação de pequenos blocos de gelo, inviabilizando o normal funcionamento do sistema. O azoto líquido que ainda permanece no banho principal após o pré-arrefecimento é reaproveitado,

sendo removido para o reservatório de azoto externo. A sua remoção é facilitada pela aplicação de azoto gás, a pressão reduzida (inferior a 0,2 bar), na saída do respectivo reservatório. Na base do crióstato encontra-se uma resistência (potência de 25 W, permitindo uma corrente máxima de 1 A) que favorece a remoção de vestígios remanescentes de azoto líquido e cuja eficácia é avaliada pela monitorização dos sensores (CCS - *carbon-ceramic sensor* e termómetro de RhFe) colocados na base do crióstato e no *lambda plate*.

A transferência de hélio líquido é efectuada através de um sifão de parede dupla e com uma bainha de vácuo ( $\approx 10^{-5}$  mbar), bombeando o VTI e mantendo a VA fechada. Após a inserção do sifão no crióstato e a entrada de hélio gás no sistema é aberta a VA, permitindo a eliminação de eventuais vestígios de azoto. A transferência de hélio não deverá ser demasiado rápida, evitando um consumo excessivo, sendo avaliada pela exaustão de gás e pela formação de gelo no topo da superfície do crióstato. São normalmente utilizados valores de pressão de hélio gás da ordem de 0,2 bar.

A acumulação de hélio líquido é monitorizada por um medidor de nível de hélio, acoplado à estrutura do suporte do magneto e ligado a uma unidade de leitura digital (HLG 200). O sensor supercondutor é constituído por um condutor de NbTi, colocado no interior de um tubo de aço inox, possui temperatura de transição superior à de ebulição do LHe e um elemento aquecedor que assegura o seu estado resistivo. A tensão gerada aos seus terminais é proporcional à profundidade equivalente de hélio (até ao máximo de 1100 mm). Este sensor tem consumos típicos entre (5 – 70) cm<sup>3</sup>/hora, taxa de actualização de (3 – 120) s e resolução de 3 ½ (1 mm).

A obtenção de temperaturas inferiores às do hélio líquido (4,2 K) é efectuada bombeando o VTI e o espaço da amostra, mantendo aberta a VA, o que permite a entrada de hélio do banho principal para o VTI. A coexistência das fases líquida e gasosa e a utilização de uma pressão da ordem de 12 mbar, controlada através da VA, permitem obter a temperatura pretendida. A temperatura da amostra é monitorizada por um termómetro de resistência de *Cernox*, colocado no espaço da amostra.

#### 4.2.2. Sistema de Controlo e Medição

O sistema de controlo e medição é constituído pelo controlador de temperatura, fonte de alimentação do magneto supercondutor, medidor de nível de hélio, fonte de corrente e por dois voltímetros digitais de elevada exactidão

#### 4.2.2.1. Controlador de temperatura

A estabilização térmica no espaço da amostra é efectuada por um controlador de temperatura tipo PID (controlo proporcional, integral e diferencial), com resolução de 0,1 mK e exactidão de  $\pm 6$  mK (a 1,4 K), controlado remotamente por interface de comunicação IEEE-488. É utilizado como sensor um termómetro criogénico de filme fino de resistência (tipo *Cernox*), calibrado no intervalo de medição entre (1,4 – 5,0) K e independente do campo magnético (para  $B \leq 19$  T).

#### 4.2.2.2. Fonte de alimentação do magneto supercondutor

A alimentação do magneto supercondutor é efectuada, por uma fonte de corrente externa, remotamente controlada por interface IEEE-488, com uma corrente máxima de 120 A e um limite de 5 V, ligada aos terminais do magneto no topo do crióstato através de dois condutores de 8 mm de secção. Possui um circuito limitador de tensão para protecção do magneto em caso de amortecimento, permitindo que o magneto liberte a energia resultante através deste circuito e activando em simultâneo um arrefecimento automático.

#### 4.2.2.3. Fonte de corrente contínua

Estando as fontes de corrente comerciais limitadas a valores típicos de estabilidade da ordem de  $10^{-6}$ , o que é manifestamente insuficiente quando se pretendem efectuar medições com incertezas típicas de  $0,01 \mu\Omega/\Omega$ , foi avaliada a implementação de uma fonte de corrente não comercial, baseada numa tensão de referência de elevada estabilidade ligada em série com uma resistência de valor nominal seleccionável, de acordo com o diagrama esquemático da Figura 4.4.

Foi realizado um estudo comparativo entre três referências de tensão: pilhas de mercúrio, usadas em diversas configurações, e duas referências electrónicas de tensão DC baseadas em díodos de zener e de valor nominal 10 V, e uma resistência de referência de elevada exactidão ( $\pm 10^{-8}$ ), tipo *Hamon* [37] (de valor nominal 100 k $\Omega$  e possibilitando a selecção de valores óhmicos no intervalo de medição entre 10 k $\Omega$  a 1 M $\Omega$ ). A Tabela 4.1 apresenta algumas das possibilidades de valores de corrente para o intervalo entre 10  $\mu$ A e 1 mA.

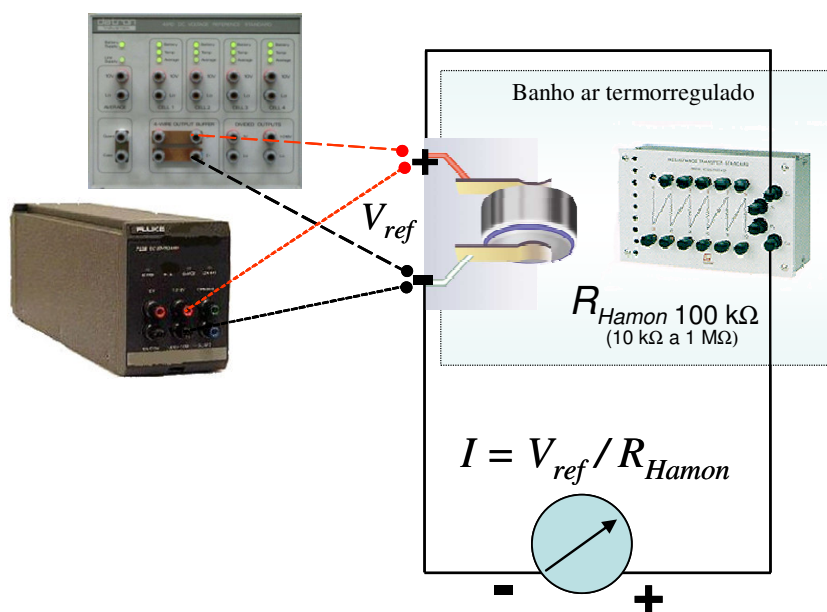


Figura 4.4 – Diagrama esquemático da fonte de corrente DC implementada, para o intervalo de medição de 10  $\mu$ A a 1 mA.

As referências electrónicas de tensão (*Datron 4910* e *Fluke 732B*), utilizadas em modo flutuante (sem alimentação de rede), possuem banho de ar termorregulado próprio, estabilidade a curto prazo de  $\pm 1 \cdot 10^{-8}$  ( $\pm 0,3 \times 10^{-6}$  a 30 dias) e limite de corrente, respectivamente, de 15 mA e 12 mA. Quer a resistência de referência quer o conjunto de pilhas de mercúrio foram imersos em banho de ar ou de óleo termorregulados, com uma estabilidade térmica de  $1 \cdot 10^{-3}$  °C.

V (V)	R ( $\Omega$ )	I (A)
Ref <sup>o</sup> Electrónica de tensão		
10	1,00E+06	1,00E-05
10	5,00E+05	2,00E-05
10	6,67E+05	1,50E-05
10	4,00E+05	2,50E-05
10	3,33E+05	3,00E-05
10	2,86E+05	3,50E-05
10	2,50E+05	4,00E-05
10	2,22E+05	4,50E-05
10	2,00E+05	5,00E-05
10	1,82E+05	5,50E-05
10	1,67E+05	6,00E-05
10	1,54E+05	6,50E-05
10	1,43E+05	7,00E-05
10	1,33E+05	7,50E-05
10	1,18E+05	8,50E-05
10	5,00E+04	2,00E-04
10	1,00E+04	1,00E-03
Pilhas de Hg		
10,824	1,00E+06	1,08E-05
1,353	2,71E+04	5,00E-05
1,353	2,46E+04	5,50E-05
1,353	2,26E+04	6,00E-05
1,353	2,08E+04	6,50E-05
1,353	1,93E+04	7,00E-05
1,353	1,80E+04	7,50E-05
1,353	1,69E+04	8,00E-05
1,353	1,59E+04	8,50E-05
1,353	1,50E+04	9,00E-05
1,353	1,35E+04	1,00E-04

Tabela 4.1 – Exemplos de combinações possíveis para a obtenção de valores de corrente no intervalo 10  $\mu$ A a 1 mA.

Os valores de estabilidade da corrente e da temperatura do banho de ar foram monitorizados respectivamente por um electrómetro com resolução de 5 pA e por um termómetro digital com resolução de  $10^{-3}$  °C, a intervalos de tempo de aproximadamente 1 hora. Na Tabela 4.2 são apresentados os valores medidos (sendo  $n$  o número total de medidas), os respectivos desvios-padrão experimentais da média e a estabilidade relativa considerando os valores medidos indicados.

$I$ nominal (A)	$I$ medido (A)	Desvio-padrão exp. da média (A) $\sqrt{\frac{1}{n} \left( \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (I_j - \bar{I})^2 \right)}$	Estabilidade Relativa $\pm (\text{Desvio-padrão exp. média} / I_{\text{medido}})$
<b>Pilhas Hg</b>			
1,00E-05	1,081E-05	9,62E-13	4,4E-08
5,00E-05	4,989E-05	5,76E-12	5,8E-08
7,00E-05	7,006E-05	4,49E-11	3,2E-07
<b>Datron 4910</b>			
1,00E-05	1,001E-05	6,04E-13	3,0E-08
1,50E-05	1,429E-05	2,14E-12	7,5E-08
2,00E-05	2,000E-05	2,07E-12	5,2E-08
2,50E-05	2,500E-05	7,35E-13	1,5E-08
4,50E-05	4,500E-05	1,28E-12	1,4E-08
<b>Fluke 723B</b>			
1,00E-05	9,903E-06	6,16E-13	3,1E-08
2,00E-05	2,000E-05	2,27E-12	5,7E-08
3,00E-05	3,333E-05	2,96E-12	4,4E-08
4,00E-05	4,000E-05	2,12E-12	2,6E-08
4,50E-05	4,500E-05	2,06E-12	2,2E-08
5,00E-05	5,000E-05	1,99E-12	2,0E-08

Tabela 4.2 – Estabilidade da corrente para valores nominais entre 10  $\mu\text{A}$  e 70  $\mu\text{A}$ , considerando como tensão de referência, um conjunto de pilhas de mercúrio e duas referências electrónicas de tensão DC baseadas em díodos de zener.

Na Figura 4.5 são apresentados, como exemplo, os valores obtidos, com as referências electrónicas de tensão e com o conjunto de pilhas de mercúrio, para uma tensão nominal de 10 V e  $R \approx 1 \text{ M}\Omega$  ( $I = 10 \mu\text{A}$ ), durante aproximadamente 1 hora.

A estabilidade de corrente foi também avaliada considerando ambas as polaridades (Figura 4.6 considerando o valor nominal de 10  $\mu\text{A}$ ), tendo-se obtido valores da mesma ordem de grandeza.



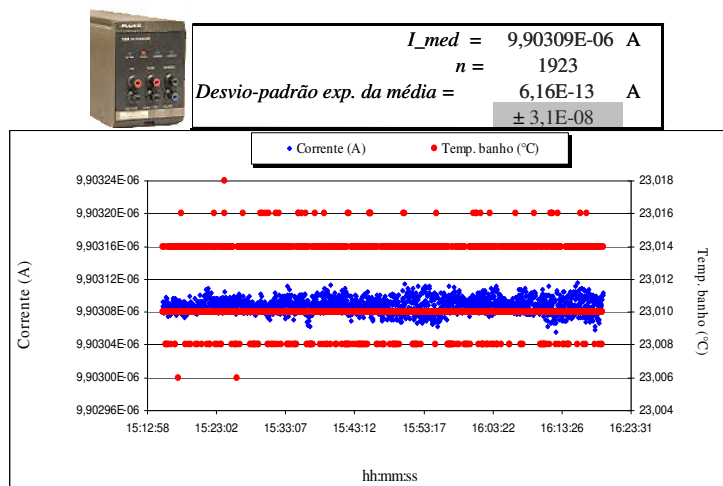
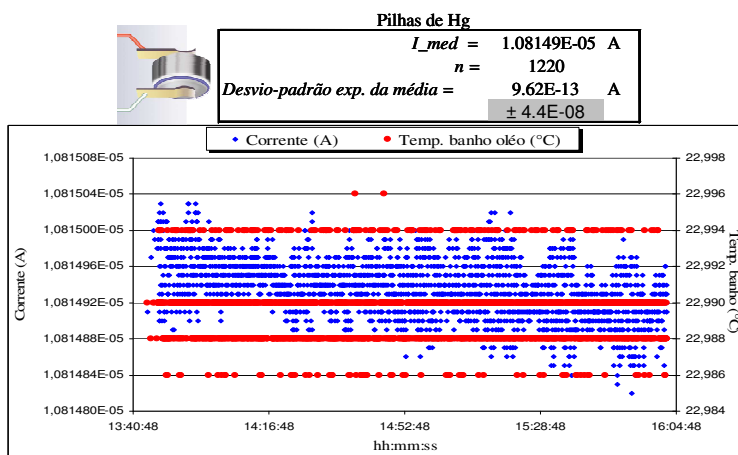
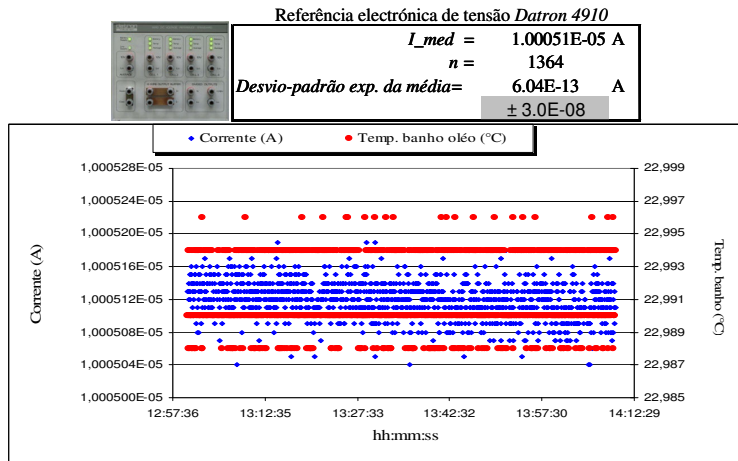
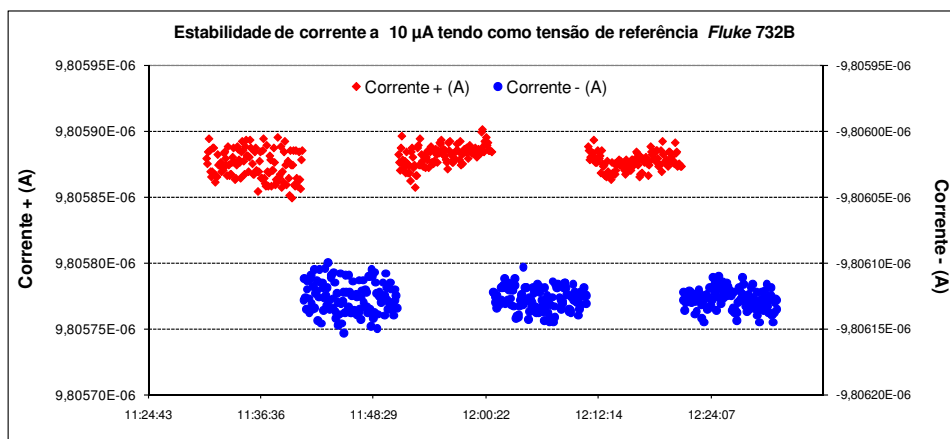


Figura 4.5 – Estabilidade de corrente DC ao nível de  $10 \mu\text{A}$  e da temperatura do banho de ar termorregulado, considerando como tensão de referência, um conjunto de pilhas de mercúrio e duas referências electrónicas de tensão DC (*Datron 4910* e *Fluke 723B*).



$I + =$	9,8059E-06 A	$I - =$	-9,8061E-06 A
STD $I =$	1,78E-11	STD $I =$	1,31E-11
$n =$	357	$n =$	357
Des.-pad. exp. Média =	9,44E-13 A	Des.-pad. exp. Média =	6,92E-13 A
Estabilidade = $\pm$	4,8E-08	Estabilidade = $\pm$	3,5E-08

Figura 4.6 – Estabilidade de  $I = \pm 10 \mu\text{A}$ , considerando a referência de tensão *Fluke 732B*.

A dispersão de valores obtida para cada caso reflecte a resolução do electrómetro usado e a estabilidade térmica associada à resistência de referência ( $\approx 1 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ ). A estabilidade de corrente obtida, considerando qualquer uma das referências de tensão, apresenta valores da mesma ordem de grandeza. No entanto, a dependência térmica das pilhas de mercúrio é significativa, tal como se observa na Figura 4.7, exigindo períodos de estabilização mais longos.

Conclui-se que de acordo com o valor de corrente pretendido é possível utilizar como referência de tensão qualquer uma das variantes consideradas, tendo as referências electrónicas a vantagem de possuir contentor termorregulado permanentemente ligado, assegurando melhor estabilidade. A solução recorrendo a pilhas de mercúrio, embora apresente uma estabilidade a curto prazo da mesma ordem de grandeza, exige períodos de estabilização mais longos; permite contudo a selecção de valores de tensão numa gama relativamente alargada (entre 1,35 V e 16,2 V), constituindo uma referência prática a ter em conta para valores diversificados de corrente. Neste trabalho foi utilizada a referência electrónica *Fluke 732B*, dado ser fisicamente de menor dimensão e mais leve, facilitando o seu manuseamento e integração nos respectivos sistemas experimentais.

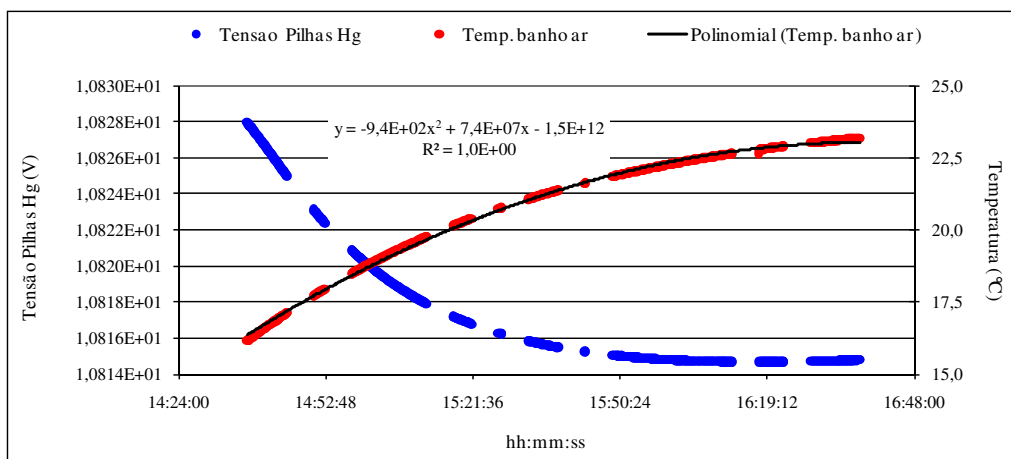


Figura 4.7 – Dependência térmica da tensão de referência das pilhas de Hg.

#### 4.2.2.4. Voltímetros digitais de elevada exactidão

A medição das diferenças de potencial  $V_H$  e  $V_{xx}$  foram efectuadas, respectivamente, através de dois voltímetros digitais, um de 8 ½ dígitos e resolução de 1 nV e outro de 6 ½ dígitos e resolução de 10 nV, previamente calibrados e caracterizados no que se refere à determinação do ganho, erro de zero e erro de linearidade, através do EJ [122, 123]:

- Determinação do ganho  $G$ : considerando um determinado intervalo de medição, são efectuadas pelo nanovoltímetro leituras da tensão de referência estabilizada de diversos degraus de Josephson, sendo determinado o ganho correspondente, dado pelo declive da recta de ajuste de acordo com o método dos mínimos quadrados;
- Determinação do erro de zero: a ordenada na origem correspondente à recta de ajuste determinada permite obter o respectivo erro de zero;
- Determinação do erro de linearidade: obtida pela equação correspondente ao ajuste polinomial de terceira ordem, cujo estudo ao longo dos anos permitiu definir como sendo o de melhor aproximação dos valores dos resíduos (diferença entre as leituras efectuadas e a recta de ganho determinada).

Dada a sua elevada impedância de entrada ( $> 10 \text{ G}\Omega$ ), é possível efectuar a medição directa da tensão aos terminais da matriz de Josephson, estabilizada sequencialmente, em vários degraus de modo a abranger o intervalo de medição considerado e abrangendo ambas as polaridades. Cada ponto corresponde ao valor médio das leituras efectuadas no mesmo degrau, num período de cerca de 150 s.

A determinação destes parâmetros caracteriza tecnicamente o desempenho do voltímetro e o respectivo comportamento ao longo do tempo, com melhor nível de exactidão dos que os correspondentes à sua especificação.

A correcção dos valores lidos em cada ponto de um intervalo de medição é dada por:

$$Y_{\text{corrigido}} = (Y_{\text{lido}} \times 1/G - \text{erro zero}) + \text{erro linearidade}$$

Nas Tabela 4.3 e Tabela 4.4 são apresentados os valores de ganho, erro de zero e erro de linearidade e as respectivas incertezas-padrão, referentes aos dois voltímetros utilizados na medição de  $V_H$  e  $V_{xx}$ , considerando os intervalos de medição 20 mV, 200 mV e 2 V.

#### Determinação do Ganho e Erro de Zero

Data	Intervalo de Medição (V)	Ganho	Incerteza - padrão do Ganho ( $\mu\text{V}/\text{V}$ )	Erro de Zero (V)	Incerteza - padrão do Erro de Zero ( $\mu\text{V}/\text{V}$ )
25-02-2010	0,2	0,99998869	5,1E-01	1,91E-07	5,0E-01
29-03-2010	2	1,00001063	5,0E-01	1,98E-06	5,0E-01

#### Determinação do Erro de Linearidade

Data	Intervalo de Medição (V)	Grau pol.	Polinómio de Ajuste	Incerteza -padrão ( $\mu\text{V}/\text{V}$ )
25-02-2010	0,2	3	$y = +115,54157\text{E}-9 + 36,62536\text{E}-9x - 7,63258\text{E}-6x^2 + 585,40855\text{E}-9x^3$	5,9E-02
29-03-2010	2	3	$y = +1,28387\text{E}-6 + 94,73800\text{E}-9x - 742,74513\text{E}-9x^2 - 46,83614\text{E}-9x^3$	5,8E-01

Tabela 4.3 – Determinação do Ganho, Erro de Zero e Erro de Linearidade do Voltímetro Utilizado para a medição de  $V_H$ .

As Figura 4.8, Figura 4.9 e Figura 4.10 exemplificam, respectivamente, a determinação do ganho e do erro de linearidade do voltímetro utilizado na medição de  $V_H$ , bem como um estudo de linearidade, evolução temporal entre 2005 e 2010, correspondente ao voltímetro utilizado na medição de  $V_{xx}$ , para o intervalo de  $\pm 0,2$  V.

### Determinação do Ganho e Erro de Zero

Data	Intervalo de Medição (V)	Ganho	Incerteza - padrão Ganho ( $\mu\text{V/V}$ )	Erro de Zero (V)	Incerteza - padrão do Erro de Zero ( $\mu\text{V/V}$ )
25-02-2010	0,2	1,0000452	6,7E-01	4,13E-07	5,0E-01
30-03-2010	0,02	1,0000441	8,7E-01	1,57E-07	5,1E-01
09-07-2009	0,002	1,0001158	1,4E+00	7,84E-07	1,1E+00

### Determinação do Erro de Linearidade

Data	Intervalo de Medição (V)	Grau pol.	Polinómio de Ajuste	Incerteza - padrão ( $\mu\text{V/V}$ )
25-02-2010	0,2	3	$y = 271,1\text{E-}9 - 8,99\text{E-}6 x - 18,8\text{E-}6 x^2 + 341,7\text{E-}6 x^3$	5,2E-01
30-03-2010	0,02	3	$y = 88,7\text{E-}9 - 9,6\text{E-}6 x - 600,4\text{E-}6 x^2 + 36,9\text{E-}3 x^3$	5,5E-02
09-07-2009	0,002	3	$y = 4,5\text{E-}9 - 6,8\text{E-}6 x - 4,9\text{E-}3 x^2 + 3,8 x^3$	8,5E-03

Tabela 4.4 – Determinação do Ganho, Erro de Zero e Erro de Linearidade do Voltímetro Utilizado para a medição de  $V_{xx}$ .

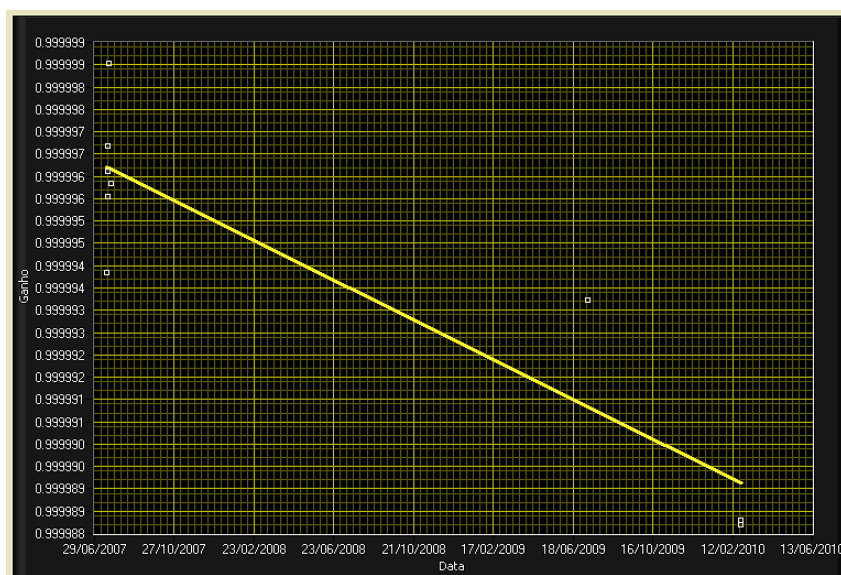


Figura 4.8 – Determinação do ganho para o voltímetro utilizado na medição de  $V_H$ , correspondente ao intervalo de medição  $\pm 0,2$  V, observando-se a sua evolução temporal ao longo de 3 anos.



Figura 4.9 – Determinação do erro de linearidade para o voltímetro utilizado na medição de  $V_H$ , para o intervalo de medição  $\pm 2$  V.

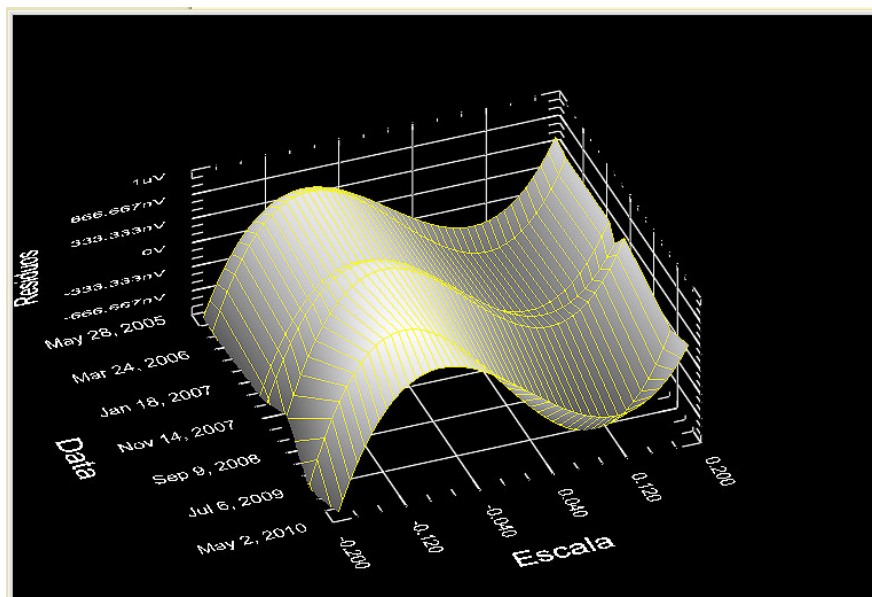


Figura 4.10 – Estudo de linearidade entre 2005 e 2010, correspondente ao voltímetro utilizado na medição de  $V_{xx}$ , para o intervalo de  $\pm 0,2$  V.

#### 4.2.3. Sistema de Alto Vácuo

O sistema de vácuo é constituído por duas bombas rotatórias de  $8 \text{ m}^3 / \text{hora}$ , com capacidades de vácuo da ordem de  $2 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$  e  $1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$ , uma bomba turbomolecular de  $0,07 \text{ m}^3 / \text{hora}$ , arrefecida a ar e com capacidade de vácuo da ordem de  $1 \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$ , e pelos respectivos sensores e medidores de pressão, Piranni 501 e Girovac CR2, com intervalos de medição de 5 a  $10^{-3} \text{ mbar}$  e de 0 a 120 mbar, e Penning AGP com intervalo de medição de  $10^{-3}$  a  $1 \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$ . O conjunto constituído pelas bombas rotatória DS 302 e turbomolecular é utilizado para efectuar vácuo na bacia externa do crióstato ( $10^{-5} \text{ mbar}$ ) e no VTI antes do pré-arrefecimento. A bomba rotatória D 25 B é utilizada para bombear o hélio que se encontra no interior do VTI, permitindo a obtenção de temperaturas inferiores às do hélio líquido através da coexistência das fases líquida e gasosa. Este conjunto encontra-se integrado num sistema móvel.

### 4.3. Rastreabilidade e Disseminação de Valores Óhmicos

#### 4.3.1. Introdução

O intervalo de valores de resistência a calibrar e a disseminar no laboratório estende-se desde  $10^{-3} \Omega$  até  $10^{12} \Omega$ .

Para efectuar a transferência do valor quantificado de uma amostra de Hall para resistências-padrão convencionais de valor nominal  $10 \text{ k}\Omega$  e para a medição da razão entre este e um padrão de  $100 \Omega$  foi implementado no LME um potenciómetro de Josephson. A disseminação destes valores para o restante intervalo de múltiplos e submúltiplos decimais é efectuada através de uma ponte comparadora de corrente contínua e de uma ponte de Wheatstone modificada descrita em [124, 125]. A

Figura 4.11 representa esquematicamente os métodos de transferência utilizados para os vários intervalos de medição.

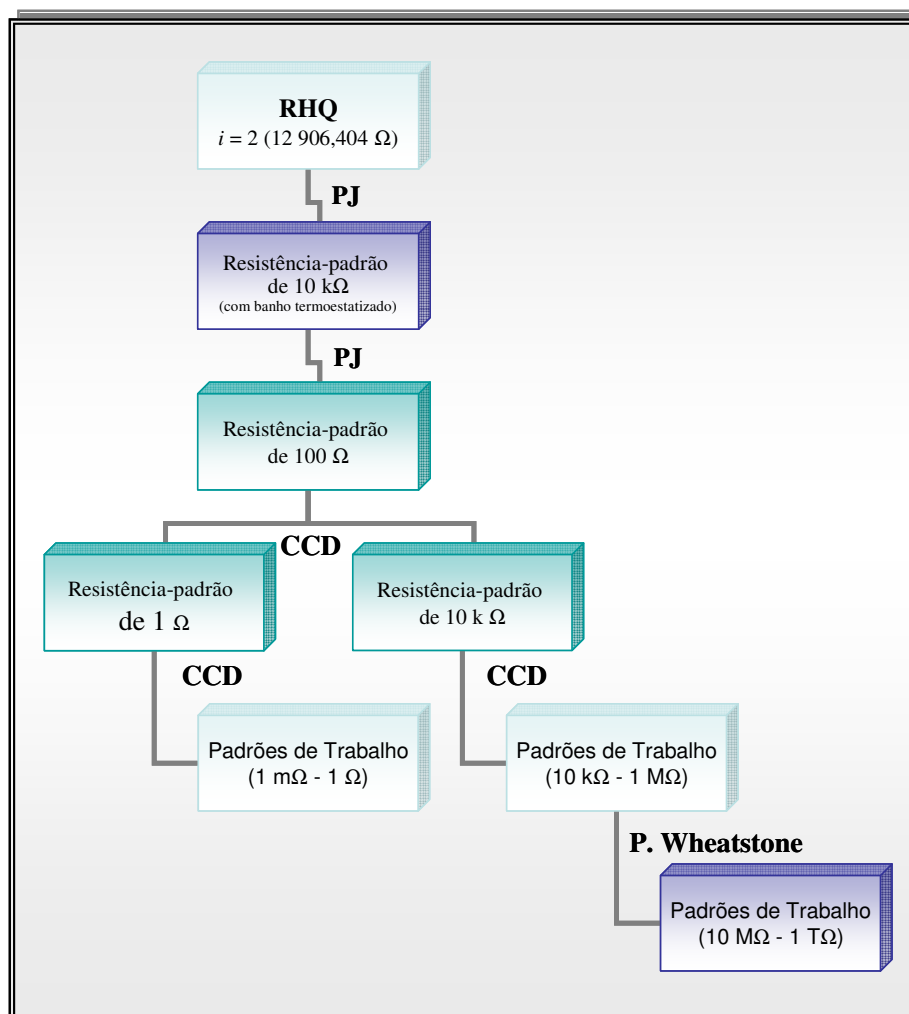


Figura 4.11 - Esquema de transferência para a calibração de resistências-padrão considerando o intervalo de 1 mΩ a 1 TΩ, tendo como referência a RHQ (Resistência de Hall quantificada).

## 4.3.2. Potenciômetro de Josephson

### 4.3.2.1. Introdução

Estando fisicamente o sistema do efeito Josephson e o sistema de controlo e medição do efeito de Hall instalados em duas câmaras blindadas distintas, foram efectuados diversos estudos e medições que permitiram determinar a melhor configuração e obter medições mais exactas, minimizando efeitos tais como correntes de fuga, tensões parasitas, efeitos termoeléctricos e deriva do sistema de medição. Foi considerada como melhor opção a instalação do potenciômetro de Josephson e da fonte de corrente no interior da câmara blindada do efeito Josephson, o que possibilita a utilização de cabos de



menor dimensão entre a amostra de Hall (no interior do crióstato), o padrão convencional a comparar e a tensão de referência de Josephson.

Foi inicialmente efectuada a comparação potenciométrica de dois padrões convencionais de valor nominal  $10\text{ k}\Omega$  em contentor termostatizado próprio com um valor de tensão Josephson e posteriormente a comparação potenciométrica de um padrão convencional com o valor quantificado de uma amostra de Hall.

São apresentados e descritos os sistemas implementados e avaliadas as principais componentes que limitam a exactidão das medidas efectuadas.

#### 4.3.2.2. Comparação potenciométrica entre dois padrões convencionais ou entre um padrão convencional e a resistência quântica de Hall

O potenciómetro de Josephson implementado, cujo diagrama de blocos se apresenta na Figura 4.12, recorre aos efeitos quânticos de Josephson e de Hall. Tem como *interface* de ligação um nanovoltímetro, de  $7\frac{1}{2}$  dígitos, com uma resolução de  $1\text{ nV}$  na gama de medição de  $10\text{ mV}$  e impedância de entrada  $> 10\text{ G}\Omega$ , como detector de equilíbrio, previamente caracterizado através do EJ no que se refere aos erros de linearidade, ganho e zero, tal como descrito em 4.3.2.3.

A resistência-padrão de valor nominal  $10\text{ k}\Omega$ , em contentor termostatizado próprio,  $R_x$  é colocada em série com a resistência quântica de Hall  $R_H$  ou com um outro padrão  $R_S$ . A corrente que as atravessa é fornecida pela fonte de corrente constante, implementada no LME e descrita na secção 4.2.2.3.

Para a minimização dos erros dos efeitos termoeléctricos e da deriva do detector, são utilizados dois comutadores de baixo ruído térmico ( $< 20\text{ nV}$ ) e elevada resistência de isolamento ( $100\text{ T}\Omega$ ), respectivamente de 16 e 32 canais. O primeiro é utilizado para a inversão da corrente que percorre as resistências a comparar e o outro para a medição alternada das diferenças de potencial entre a matriz de junções  $V_J$ , e  $V_H$  (ou  $V_S$ ) ou  $V_X$ , respectivamente,  $\Delta V_H$  (ou  $\Delta V_S$ ) e  $\Delta V_X$ , considerando ambas as polaridades.

Para minimizar as correntes de fuga foram utilizadas malhas activas no circuito de corrente, tendo como referência o ponto de *terra limpa* do laboratório, de impedância igual a  $7\ \Omega$ . A utilização de terminais de cobre e o isolamento térmico dos terminais de potencial contribui para a minimização dos efeitos das f.e.m. de origem térmica no circuito de medida do potenciómetro.

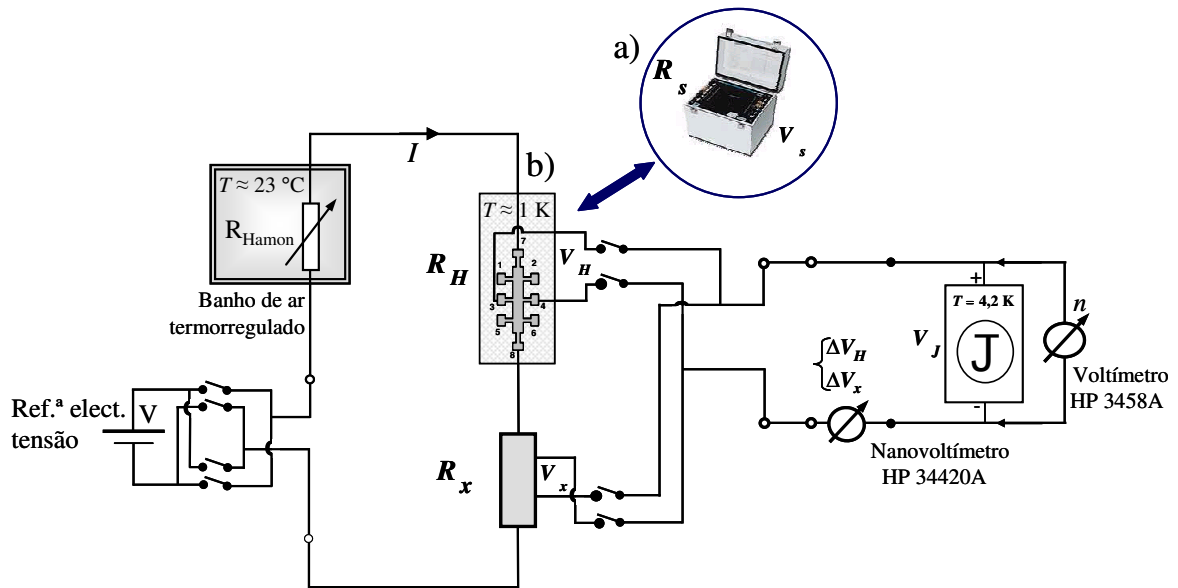


Figura 4.12 – Diagrama simplificado do Potenciômetro de Josephson considerando a comparação de: a) dois padrões convencionais de valor nominal 10 kΩ em contentor termoestático próprio; b) um padrão convencional com uma resistência quântica de Hall (no interior do criostato, estando o restante sistema no interior de uma câmara blindada).

Todo o sistema experimental, remotamente controlado por interface de comunicação IEEE-488 através de fibra óptica, se encontra no interior de uma câmara blindada, excepto o criostato, no interior do qual é colocada a amostra de Hall e a instrumentação utilizada para o EHQ.

Por uma questão de simplificação, considera-se apenas a descrição da comparação de  $R_x$  com a resistência quantificada de Hall.

A heteroestrutura de GaAs-Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>As seleccionada, depois de termicamente estabilizada, tal como descrito em 4.2, é submetida a um campo magnético com uma intensidade correspondente ao centro do patamar considerado, apresentando assim uma maior qualidade de quantificação e estabilidade, ou seja, o mais próximo possível de um estado não dissipativo ( $R_{xx} \approx 0$ ).

A razão das resistências a comparar,  $R_x / R_H$ , é igual à razão das diferenças de potencial aos seus terminais  $V_x / V_H$ , dado que ambas são percorridas pelo mesmo valor de corrente.

Após o ajuste e a estabilização da matriz de junções de Josephson no degrau  $n$ , as diferenças de potencial  $V_H$  e  $V_x$ , aos terminais de  $R_H$  e  $R_x$  são comparadas e compensadas pelas tensões de Josephson  $V_{JH}$  e  $V_{Jx}$ , ajustadas, respectivamente, para valores próximos de  $V_H$  e  $V_x$ . Considerando o patamar  $i = 2$ ,  $V_H \approx 120$  mV e  $V_x \approx 100$  mV.

É efectuado um ciclo de oito medidas, quatro para cada polaridade, de acordo com a seguinte sequência:

$$\begin{bmatrix} V_{JH}^+ V_H^+; V_{Jx}^+ V_x^+ \\ V_{JH}^- V_H^-; V_{Jx}^- V_x^- \end{bmatrix} I^+ \quad \begin{bmatrix} V_{JH}^+ V_H^-; V_{JH}^+ V_x^- \\ V_{JH}^- V_H^+; V_{JH}^- V_x^+ \end{bmatrix} I^- \quad (4.1)$$

Cada medida corresponde à média de 10 leituras validada para um desvio-padrão experimental previamente definido, tipicamente da ordem de 5 nV.

As diferenças de potencial residual  $\Delta V_H$  e  $\Delta V_x$ , entre  $V_{JH}$  e  $V_{Jx}$  e a tensão aos terminais das resistências são dadas, respectivamente, por:

$$\begin{aligned} \Delta V_H &= G_H (V_H - n_H \cdot V_{JH}) + aT_H + b_H - \varepsilon_H \\ \Delta V_x &= G_x (V_x - n_x \cdot V_{Jx}) + aT_x + b_x - \varepsilon_x \end{aligned} \quad (4.2)$$

sendo:  $G_H, G_x$  – ganho do detector relativo às medições de  $V_H$  e de  $V_x$ ;

$n_H, n_x$  – número do degrau da matriz de junções de Josephson;

$aT_H, aT_x$  – deriva do detector e efeitos termoelétricos variando com tempo;

$b_H, b_x$  – efeitos termoelétricos estáticos e correntes de fuga do sistema;

$\varepsilon_H, \varepsilon_x$  – ruído aleatório no detector relativo a  $V_H$  e  $V_x$ ;

$$V_{JH} = \frac{f_H}{K_{J-90}} = \frac{f_H}{483\,597,9 \text{ GHz} \cdot V^{-1}} \quad e \quad V_{Jx} = \frac{f_x}{K_{J-90}} = \frac{f_x}{483\,597,9 \text{ GHz} \cdot V^{-1}}.$$

O resultado destes dois ciclos de medidas, correspondente à razão de resistências  $R_H/R_x$ , é descrito através do seguinte modelo matemático:

$$\frac{R_H}{R_x + \Delta t_{R_x}} = \frac{\Delta V_H + V_{JH}}{\Delta V_x + V_{Jx}} = \frac{\Delta V_H + \left( \frac{n_H f_H h}{2e} \right)}{\Delta V_x + \left( \frac{n_x f_x h}{2e} \right)} \quad (4.3)$$

O valor da resistência a calibrar  $R_x$  é dado por:

$$R_x = R_H \left( \frac{\Delta V_x + V_{Jx}}{\Delta V_H + V_{JH}} \right) - \Delta t_{R_x} = R_H \frac{V_x}{V_H} - \Delta t_{R_x} \quad (4.4)$$

sendo:  $R_H$  – valor quantificado de resistência no patamar considerado;

$V_x / V_H$  – valor da razão da tensão aos terminais das resistências  $R_x$  e  $R_H$

$\Delta t_{R_x}$  – correcção devida à alteração do valor da resistência a calibrar com a temperatura.

Foram efectuadas medições de razões de resistências, entre o valor quantificado de uma heteroestrutura de GaAs-Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>As e uma resistência-padrão de 10 kΩ, com banho termostaticado próprio, utilizando os valores quantificados de amostras de Hall correspondentes ao patamar  $i = 2$ , que possui melhor estabilidade e exactidão comparativamente ao patamar  $i = 4$  obtendo-se assim uma razão nominal  $R_H / R_x = 12,906 \text{ k}\Omega / 10 \text{ k}\Omega$ .

Foi também efectuada a medição da razão de resistências-padrão convencionais, de valor nominal 100 Ω e 10 kΩ, em contentor termostaticado próprio, e de 1 kΩ em banho de ar termorregulado.

A determinação do valor da resistência considerada como referência foi efectuada, considerando o seu histórico e ajustando o respectivo valor para esse instante, de acordo com a sua função de deriva e as condições de medição (temperatura e corrente).

O conjunto de dados medido é gravado em ficheiro de texto (tipo *.txt*) e a determinação da razão de resistências efectuada através de uma aplicação descrita em 4.2.2.

Nas Figura 4.13 e Figura 4.14 são apresentadas imagens das montagens experimentais.

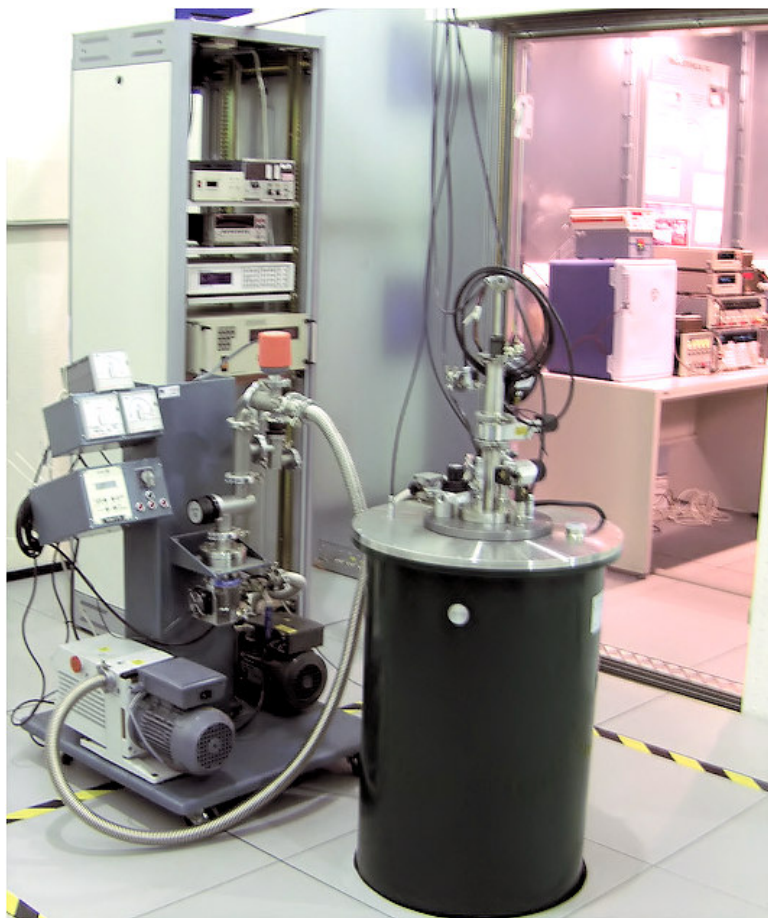


Figura 4.13 – Imagem do Sistema experimental de EHQ: crióstato de  $^4\text{He}$ , sistema de vácuo e sistema de controle.



Figura 4.14 – Imagem do sistema de medição do potenciômetro de Josephson, no interior da câmara blindada de EJ.

#### 4.3.2.3. Determinação dos erros de ganho, de linearidade e de zero do nanovoltímetro

O nanovoltímetro utilizado como detector de zero na medição da diferença entre a tensão de Josephson e a tensão aos terminais das resistências, é também previamente caracterizado no que se refere à determinação dos erros associados ao ganho, linearidade e erro de zero através do EJ, sendo ainda efectuado o estudo relativo à sua evolução temporal.

De acordo com a descrição efectuada em 4.2.2.4, são apresentados na Tabela 4.5 os valores de ganho, erro de zero e erro de linearidade, determinados para o nanovoltímetro utilizado nos intervalos de medição de 1, 10 e 100 mV, bem como a respectiva incerteza-padrão associada ( $1\sigma$ ).

##### Determinação do Ganho e Erro de Zero

Data	Intervalo de Medição (V)	Ganho	Incerteza - padrão do Ganho ( $\mu\text{V}/\text{V}$ )	Erro de Zero (V)	Incerteza - padrão do Erro de Zero ( $\mu\text{V}/\text{V}$ )
26-04-2010	0,1	1,0000160	1,0E+00	-4,2E-08	1,0E+00
29-03-2010	0,01	0,9999885	1,0E+00	-2,0E-08	1,0E+00
30-04-2010	0,001	0,9999906	2,3E+00	6,1E-09	2,2E+00

##### Determinação do Erro de Linearidade

Data	Intervalo de Medição (V)	Grau pol.	Polinómio de Ajuste	Incerteza-padrão ( $\mu\text{V}/\text{V}$ )
26-04-2010	0,1	3	$y = -18,38360\text{E-}9 - 622,57915\text{E-}9x + 4,06143\text{E-}6x^2 + 72,34980\text{E-}6x^3$	5,0E-02
29-03-2010	0,01	3	$y = -9,33103\text{E-}9 - 2,37231\text{E-}6x + 343,74015\text{E-}6x^2 + 39,61006\text{E-}3x^3$	5,9E-03
30-04-2010	0,001	3	$y = +1,19885\text{E-}9 - 2,02222\text{E-}6x - 7,10380\text{E-}3x^2 + 4,57865\text{E+}0x^3$	2,5E-03

Tabela 4.5 – Determinação do ganho, erro de zero e erro de linearidade do nanovoltímetro digital utilizado como detector de zero no potenciómetro de Josephson.

A Figura 4.15 apresenta o erro de linearidade e o respectivo polinómio de correcção, correspondente ao intervalo de medição de  $\pm 1$  mV e a Figura 4.16 a sua evolução temporal desde 2005 até 2010. A Figura 4.17 apresenta a determinação do ganho do

nanovoltímetro para o intervalo de medição de  $\pm 10$  mV, bem como a sua deriva ao longo dos últimos 6 anos.

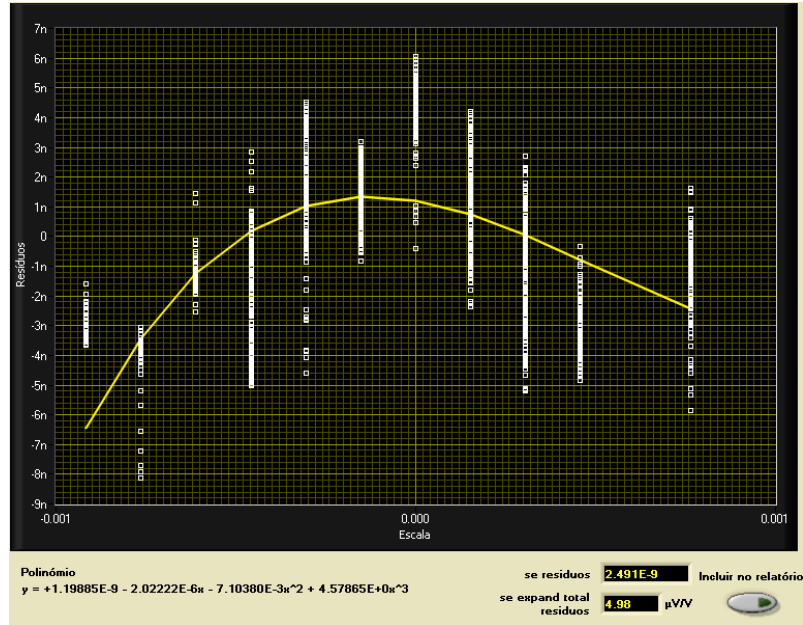


Figura 4.15 – Determinação do erro de linearidade do nanovoltímetro considerando o intervalo de medição  $\pm 1$  mV.

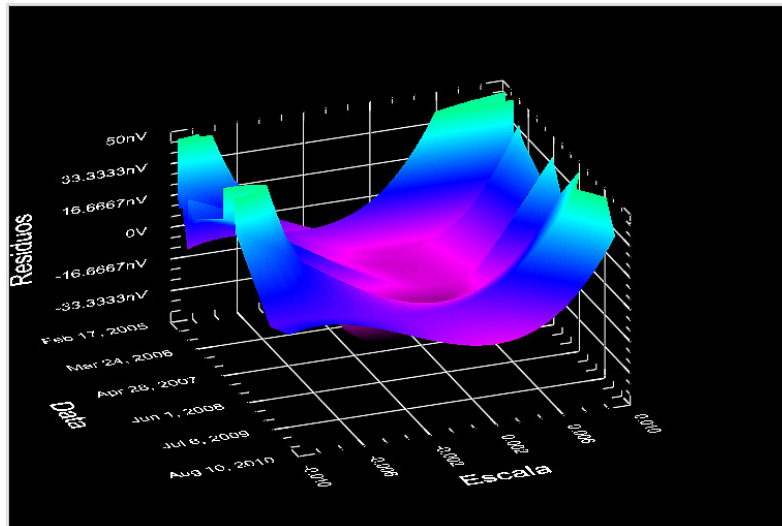


Figura 4.16 – Estudos de linearidade para o intervalo de 10 mV durante um período de 5 anos.

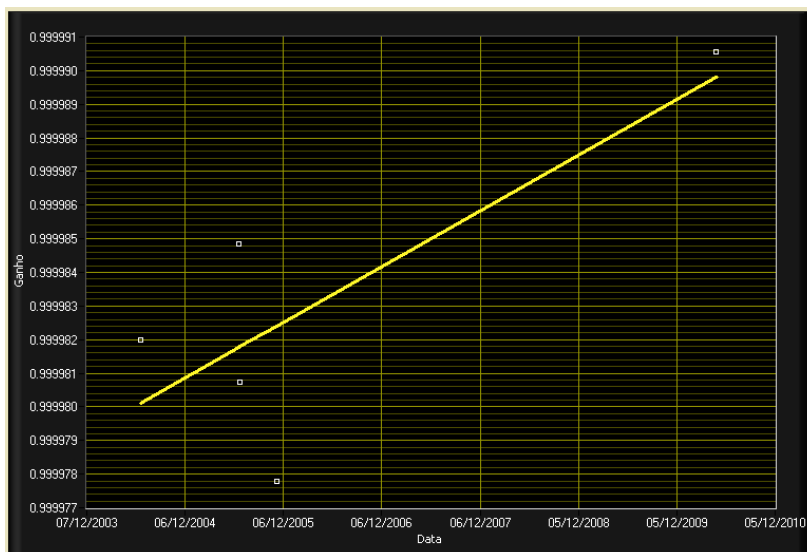


Figura 4.17 – Ganho do nanovoltímetro correspondente ao intervalo de medição  $\pm 10$  mV, observando-se a sua evolução temporal ao longo de 6 anos.

#### 4.3.2.4. Determinação do erro da frequência

O erro associado à frequência de referência (10 MHz), utilizada para medir e estabilizar a fonte de microondas, influencia directamente o erro em tensão. Sendo a frequência de referência obtida através de um relógio atómico de césio, cujo erro e respectiva incerteza são determinados através das comparações periódicas efectuadas com o BIPM, utilizou-se neste trabalho, como componente de incerteza, a especificação do próprio padrão, igual a  $1,5 \cdot 10^{-12}$ .

É internacionalmente aceite que a exactidão deste tipo de padrão é intrínseca e mantida sem necessidade de calibração devido à definição da 13ª CGPM (a frequência de ressonância hiperfina de um átomo de Césio-133 em campo magnético nulo é igual a 9,192 631 770 GHz).

#### 4.3.2.5. Correntes de fuga

A existência de correntes de fuga entre as ligações utilizadas para a medição das diferenças de potencial entre a tensão de Josephson e a tensão aos terminais das resistências, ou destas relativamente à massa, provoca o aparecimento de erros sistemáticos, não eliminados no processo de inversão de polaridades. Estas são devidas essencialmente a fugas resistivas, resultantes das características dos cabos utilizados



(resistências de isolamento e dos condutores), da existência de sujidade nos elementos dos filtros (induzidas por exemplo pelas impressões digitais) e soldaduras deficientes.

Na ligação entre o topo do porta-amostras e o equipamento de medição, foram utilizadas fichas do tipo *Fisher* e um cabo blindado com 8 condutores de cobre e isolamento de teflon minimizando assim os efeitos de ruído eléctrico e as f.e.m. de origem térmica. A resistência de isolamento entre cada um destes condutores relativamente à *terra limpa* do laboratório é da ordem de  $10^{12} \Omega$ , o que permite a obtenção de medidas com uma exactidão da ordem de  $10^{-8}$ .

#### 4.4. Módulos Aplicacionais

Considerando a diversidade de instrumentação utilizada no sistema experimental de EHQ, o elevado número de dados correspondentes à caracterização de amostras, a multiplicidade de parâmetros necessários à avaliação da sua quantificação e a necessidade de caracterizar o comportamento de padrões convencionais ao longo do tempo, tornou-se essencial o recurso a módulos aplicacionais integrados.

Foram desenvolvidas aplicações [126, 127], em ambiente de programação gráfica *LabView®*, versão 8.0, de forma a:

- Automatizar os sistemas experimentais, através do controlo da instrumentação associada e da aquisição de dados;
- Avaliar o desempenho de amostras de Hall com diversos parâmetros críticos e determinar a exactidão do valor quantificado de um patamar;
- Efectuar o tratamento estatístico e a gestão de dados relativos a estudos comportamentais de amostras, permitindo, numa primeira fase, guardar grandes conjuntos de dados e, mais tarde, recolhê-los selectivamente de acordo com objectivos específicos, tais como, tipos de amostras, parâmetros críticos do estudo efectuado;
- Gerir e analisar dados correspondentes à calibração de padrões convencionais, permitindo seleccionar dados correspondentes a intervalos de tempo definidos, eliminar valores marginais, efectuar estimativas de acordo com as respectivas equações de ajuste e determinar as incertezas-padrão combinadas.

Esta abordagem permite, entre outros aspectos, uma grande flexibilidade de operações, maior e melhor avaliação metrológica das capacidades de medição e a sua adequação aos vários domínios de actividade.

#### 4.4.1. Efeito Hall Quântico

##### 4.4.1.1. Controlo e parametrização de instrumentação, aquisição e processamento de dados

O módulo implementado para efectuar o controlo de instrumentação e aquisição de dados, cujo painel frontal se apresenta na Figura 4.18, para além de parametrizar cada um dos equipamentos utilizados, definindo parâmetros e intervalos de medição, determina a média e o desvio-padrão experimental das leituras associadas à intensidade da corrente que percorre a amostra, temperatura, campo magnético e diferenças de potencial transversal e longitudinal. Determina os valores da resistência de Hall e da resistência eléctrica da amostra, considerando as respectivas diferenças de potencial e o valor da corrente de medição. Este algoritmo permite determinar as características eléctricas globais de uma amostra, localizando, de forma expedita, os respectivos patamares em função da intensidade e polaridade de campo magnético, corrente e temperatura.

A representação gráfica de  $R_H$  e  $R_{xx}$  em função dos parâmetros medidos possibilita a avaliação prévia do comportamento dos parâmetros em estudo, com vista à respectiva validação e registo.

Para uma análise mais detalhada e processamento ulterior, todas as medidas são gravadas numa única tabela, em ficheiro tipo texto e formato predefinido.

O conhecimento e avaliação das propriedades das amostras de Hall são cruciais para a sua utilização como referência na calibração de resistências-padrão. A qualidade de uma amostra é avaliada considerando os seguintes critérios:

- Largura, estabilidade e quantificação dos seus patamares;
- Dependência com a temperatura, a corrente e a intensidade e polaridade do campo magnético.

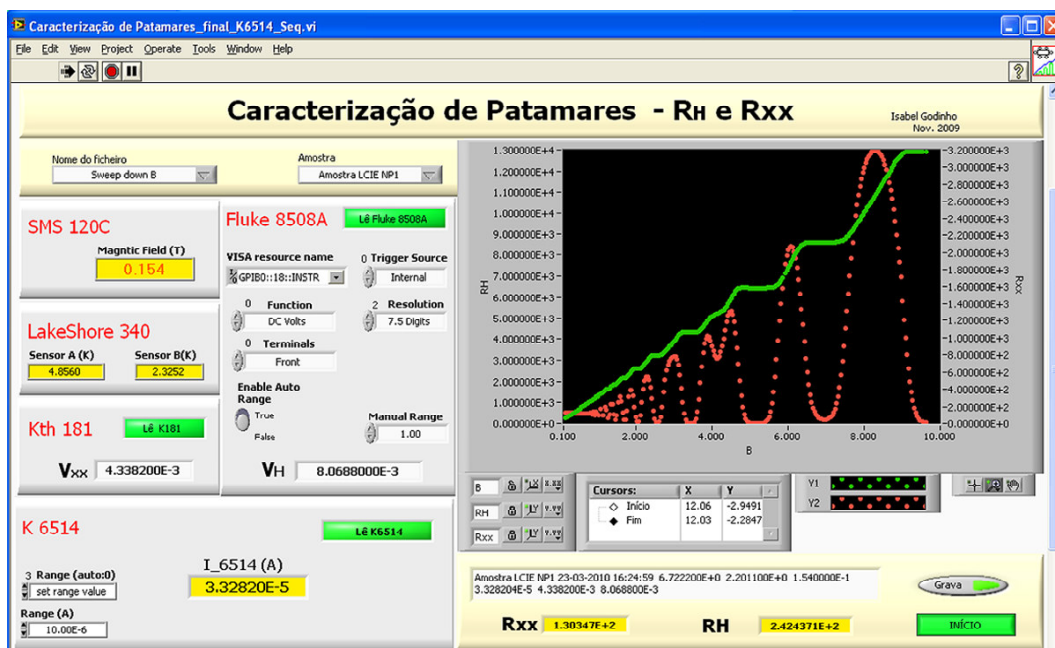


Figura 4.18 – Painel frontal do módulo de controlo de instrumentação e aquisição de dados.

Os valores de  $R_{xx}$  em regime de EHQ (estado não dissipativo  $\Rightarrow R_{xx} = 0$ ) e do desvio de  $R_H$  do seu valor quantificado aumentam gradualmente com o aumento do valor da temperatura e da intensidade de corrente. Quando esta excede um determinado valor crítico,  $R_{xx}$  aumenta subitamente várias ordens de grandeza, revelando uma quantificação imperfeita.

#### 4.4.1.2. Estudos comportamentais, caracterização e selecção de amostras de Hall

Na Figura 4.19 encontra-se representado o painel frontal correspondente ao módulo implementado para o estudo e a avaliação de desempenho de amostras de Hall com diversos parâmetros críticos, determinação da exactidão do valor quantificado do patamar e gravação de dados correspondente ao estudo efectuado. Este algoritmo avalia a exactidão do patamar, considerando a sua largura, estabilidade e quantificação, dependência com a temperatura, corrente e intensidade e polaridade do campo magnético e verifica a ausência de dissipação. Permite a visualização gráfica dos estudos efectuados e a gravação de dados em folhas de cálculo.

Após selecção e acesso ao ficheiro pretendido, a aplicação permite, numa primeira fase, seleccionar subconjuntos de dados, através da designação da amostra, valor de corrente nominal e intervalos de tempo correspondentes à aquisição de dados (parte

superior esquerda da Figura 4.19). Considerando os valores seleccionados, visualizados sob a forma de tabela, é efectuada a escolha dos parâmetros, correspondentes aos eixos  $X$  e  $Y$ , a utilizar no estudo pretendido, por recurso a “caixas de texto” (Figura 4.20), tais como, grupo data/hora, temperatura, campo magnético, intensidade de corrente, diferença de potencial ou resistência. Para o conjunto de dados seleccionado é possível eliminar valores marginais de acordo com a regra de  $3\sigma$ .

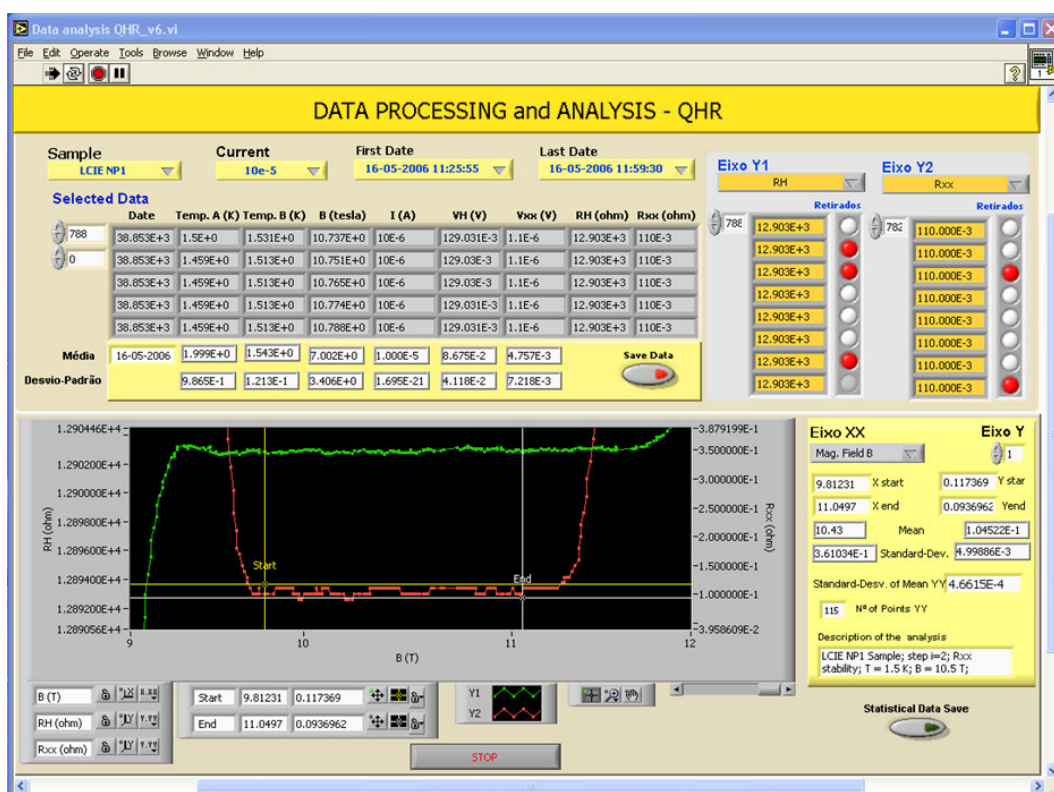


Figura 4.19 – Análise e processamento de dados: quantificação de  $i = 2$  com  $9,8\text{ T} < B < 11,0\text{ T}$  e  $T = 1,5\text{ K}$ .

Os dados seleccionados e correspondentes ao estudo pretendido são visualizados sob forma gráfica, permitindo, através da utilização de cursores móveis, a escolha de novos intervalos para os eixos  $X$  e  $Y$ , relativamente aos quais é efectuada o respectivo tratamento estatístico.

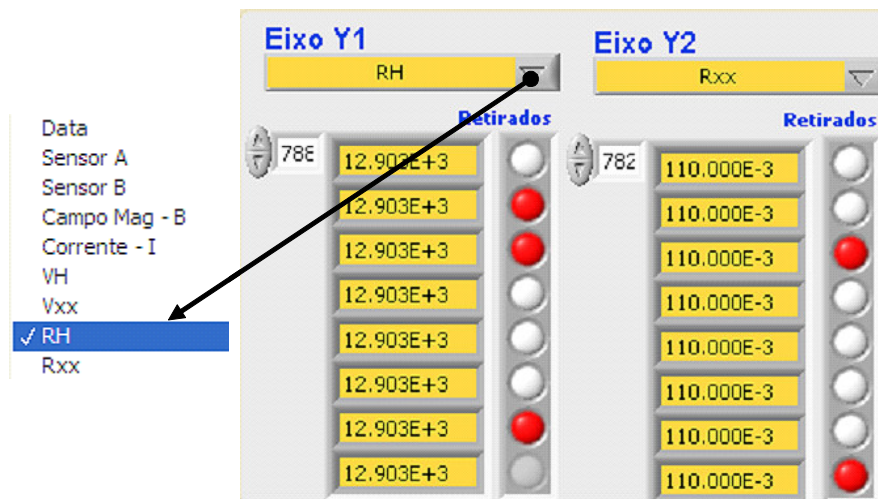


Figura 4.20 – Selecção de parâmetros e eliminação de valores marginais.

Na Figura 4.19 é apresentado, como exemplo, um estudo de exactidão e quantificação do patamar  $i = 2$  ( $R_H = 12\,906,4042\ \Omega$ ), considerando um intervalo de campo magnético entre 9,8 T e 11,0 T e um valor médio de temperatura de 1,5 K.

Os valores resultantes do estudo efectuado, bem como uma breve descrição do mesmo, a identificação da amostra, os valores correspondentes aos intervalos de  $X$  e  $Y$  considerados, o número total de pontos e os dados estatísticos resultantes (valores médios e os desvios-padrão experimentais), são gravados em folhas de cálculo para posterior utilização sob a forma de base de dados.

#### 4.4.1.3. Gestão de dados de estudos comportamentais, caracterização e selecção de amostras de Hall

A selecção de amostras de Hall é efectuada de acordo com o comportamento e a caracterização dos patamares mais utilizados em medições metrológicas ( $i = 2$  e/ou  $i = 4$ ).

O valor de referência da resistência de Hall utilizado na calibração de um padrão convencional é determinado para uma intensidade de campo magnético correspondente a um mínimo da resistência longitudinal, situação esta que mais se aproxima da de um estado não dissipativo ( $R_{xx} \cong 0$ ).

A aplicação cujo painel frontal se apresenta na Figura 4.21 é utilizada para a gestão de dados correspondentes a estudos de caracterização de amostras de Hall. Estes algoritmos permitem manipular grandes quantidades de dados e questionar as bases de

dados sob uma determinada amostra de Hall ou data de medição. Possibilitam também a aplicação de ajustes polinomiais, utilizando o método dos mínimos quadrados.

A sequência de operações efectuadas pelo algoritmo implementado pode sintetizar-se nos seguintes aspectos:

- Selecção da amostra, através da sua designação;
- Escolha do tipo de estudo em análise e do intervalo de tempo pretendido;
- Visualização dos valores correspondentes à selecção efectuada, quer sob a forma de tabela quer graficamente;
- Eliminação de valores marginais ao conjunto seleccionado e aplicação de ajuste polinomial;
- Determinação de valores médios e desvios-padrão experimentais da média.

Na Figura 4.21 é exemplificado um estudo de uma amostra de Hall com determinação de  $R_H$  em função da corrente de medição. A variabilidade dos valores da resistência de Hall com alterações significativas no valor de corrente que percorre a amostra pode revelar uma quantificação imperfeita, sendo também um meio de detecção de correntes de fuga, tal como será exemplificado através da caracterização de uma amostra de Hall efectuada no capítulo 6.

Os valores determinados possibilitam assim, em futuras utilizações dessa mesma amostra, uma transferência mais rápida dos valores quantificados para resistências-padrão, independentemente do método de calibração utilizado.

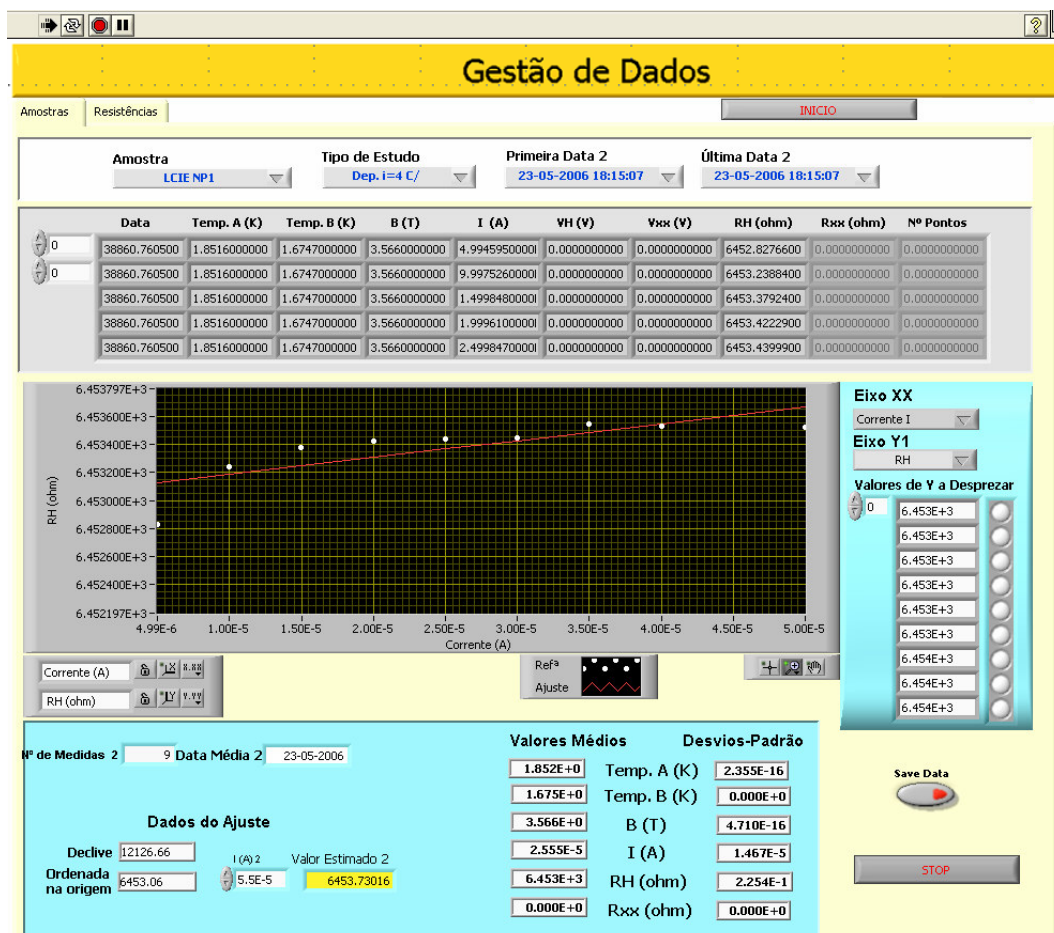


Figura 4.21 – Painel frontal do módulo para a gestão de dados de amostras de Hall.

#### 4.4.2. Potenciômetro de Josephson

A determinação do valor do padrão a calibrar,  $R_x$ , através do potenciômetro de Josephson e considerando o modelo matemático dado pela equação (4.4), é efectuada pela aplicação cujo painel frontal se apresenta na figura 4.22.

A partir dos valores  $\Delta V_H$ ,  $\left(\frac{n_H f_H h}{2e}\right)$ ,  $\Delta V_x$ ,  $\left(\frac{n_x f_x h}{2e}\right)$ , correspondentes ao

valor de referência (valor quantificado da resistência de Hall) e do padrão a calibrar, considerando ambas as polaridades de corrente e da tensão quantificada de Josephson, guardados sob a forma de texto (*txt*), são determinados os seguintes valores:

- Canal correspondente a cada medição;
- Valor médio de  $\Delta V_H$  e  $\Delta V_x$ ;
- Grupo data/hora;



- Valor médio da frequência de microondas durante a medição;
- O número do degrau de Josephson calculado a partir da tensão de Josephson ( $n = V_J / f \cdot (2e/h)$ );
- $V_J$  considerando o valor de  $n$ , acima determinado;
- $V_H$  e  $V_x$ , de acordo com  $V_{H(x)} = \Delta V_{H(x)} + V_{JH(x)}$ , e os respectivos valores médios e desvios-padrão experimentais da média.

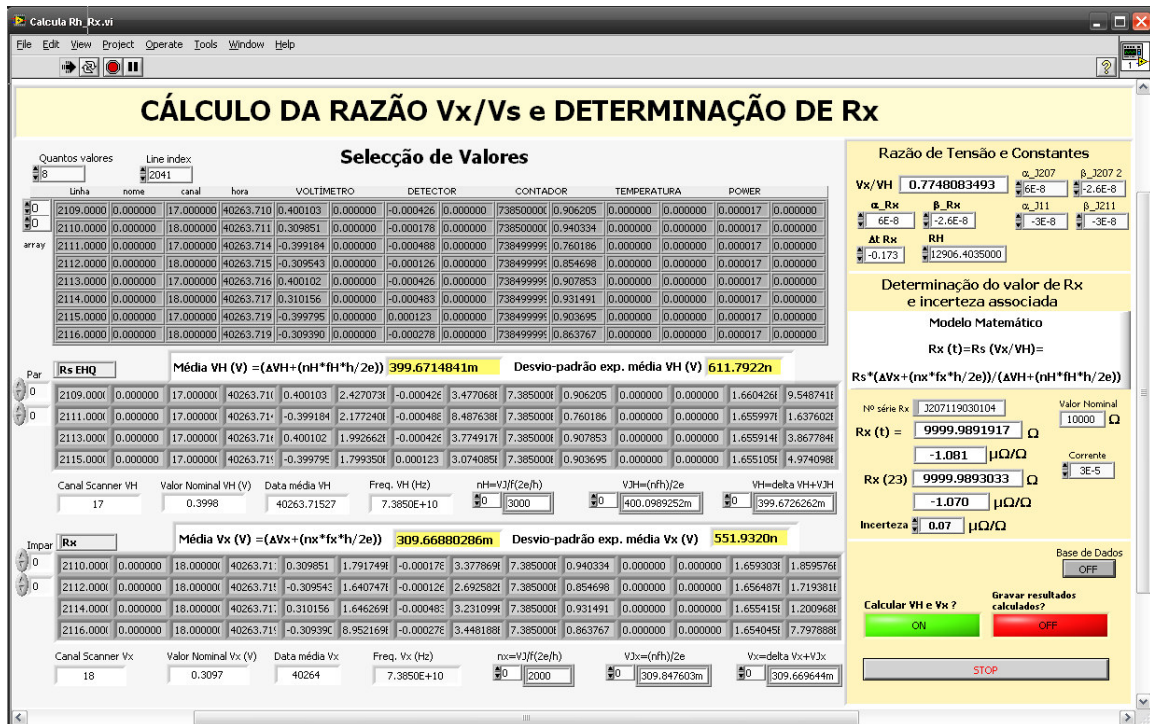


Figura 4.22 – Painel frontal do módulo aplicativo para a medição de resistências-padrão, utilizando o PJ e o valor quantificado de resistências de Hall.

A partir da razão entre  $V_H$  e  $V_x$  é calculado o valor de  $R_x$  à temperatura  $T$ , considerando o valor quantificado da resistência de Hall no patamar  $i$  (neste caso foi sempre utilizado o patamar  $i = 2$ , ou seja,  $R_H = 12\ 906,403\ 5\ \Omega$ ). É efectuada a correcção devida ao valor da temperatura e determinando o valor respectivo a  $23\ ^\circ\text{C}$ , considerando os coeficientes de 1ª e 2ª ordem e o  $\Delta t$  relativamente a  $23\ ^\circ\text{C}$ . A determinação da incerteza associada, obtida a partir do respectivo modelo matemático, a avaliação das componentes presentes no respectivo balanço, bem como a sua distribuição de densidade de



probabilidade, coeficientes de sensibilidade e número de graus de liberdade, é descrita e exemplificada no capítulo 5.

#### 4.4.3. Gestão de Dados de Resistências-Padrão

O algoritmo apresentado na Figura 4.23, para a gestão e análise de dados correspondentes à calibração de resistências-padrão, permite seleccionar dados correspondentes a intervalos de tempo definidos, eliminar valores marginais, estimar valores para uma determinada data, de acordo com a respectiva equação de ajuste polinomial de resistências-padrão e determinar as respectivas incertezas expandidas.

Esta aplicação foi desenvolvida com o objectivo de estabelecer uma base de dados que integrando toda a informação referente aos padrões do laboratório, permita um fácil acesso ao seu histórico segundo diversos critérios de filtragem, nomeadamente parâmetros de influência, tais como temperatura, corrente e/ou tensão de medição.

A selecção do padrão a estudar é efectuada através da sua identificação, número de série e valor nominal, possibilitando a escolha da respectiva temperatura de medição e do intervalo de tempo correspondente, através do grupo data/hora (parte superior da Figura 4.23). Os dados seleccionados são visualizados sob a forma de uma tabela e graficamente representados, em valor absoluto ( $\Omega$ ) ou relativo ( $\mu\Omega/\Omega$ ), em função do tempo, da temperatura, da corrente ou da tensão de medição, sendo a escolha dos vários parâmetros efectuada por recurso a *caixas de texto* (Figura 4.24).

Pela observação dos valores representados, obtidos nos estudos de deriva, é possível eliminar as medidas que se considerem marginais (parte central inferior da Figura 4.23).

Ao conjunto de medidas seleccionado é aplicado um ajuste polinomial e, de acordo com os respectivos parâmetros, estimado para uma determinada data, o valor do padrão e respectiva incerteza expandida. Esta é avaliada considerando como componentes do balanço de incerteza um majorante dos valores de incerteza determinados na medição, a incerteza associada ao ajuste e o desvio-padrão experimental da média dos valores do estudo efectuado. É ainda determinada a data média, o número total de medidas, o valor médio e o desvio-padrão experimental da média do conjunto. A representação gráfica das medidas em função dos parâmetros de influência permite determinar os respectivos coeficientes e factores de potência.



Figura 4.23 – Painel frontal de um módulo aplicativo para a gestão de dados de resistências-padrão.

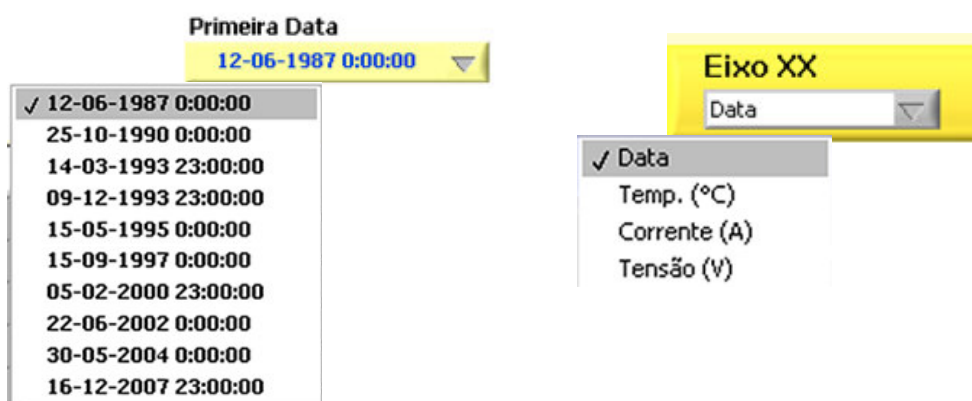


Figura 4.24 – Recurso a caixas de texto para a selecção de parâmetros de influência.

Na Figura 4.23 é apresentado, como exemplo, o estudo de deriva de uma resistência-padrão de valor nominal  $1 \Omega$ .

O algoritmo implementado permite:

- Coligir a informação referente ao histórico de padrões existentes no laboratório;
- Aceder de forma expedita a valores medidos em função dos parâmetros de influência ( $t, I, V, T$ );
- Eliminar valores marginais do conjunto seleccionado;
- Efectuar o tratamento estatístico, ajustes polinomiais e estimativas de valores e incertezas expandidas de acordo com o modelo matemático definido.

#### 4.5. Conclusões

Os sistemas experimentais implementados, nomeadamente o potenciómetro de Josephson baseado nos efeitos quânticos de Hall e de Josephson, tornaram possível a medição de resistências-padrão tendo como referência valores quantificados de amostras de Hall, ou seja, o valor convencionalmente aceite da constante de von Klitzing.

A implementação de uma fonte de corrente constante, baseada numa tensão de referência de elevada estabilidade e numa resistência de valor nominal seleccionável, disponibilizou a utilização de valores de corrente num intervalo de medição apropriado à caracterização de amostras de Hall e à calibração de resistências-padrão, com uma estabilidade da ordem de  $10^{-8}$ .

O desenvolvimento e a implementação das aplicações apresentadas, aliados à versatilidade e funcionalidades do *LabView*, nomeadamente, no que se refere à sua capacidade de comunicação e aquisição de dados e à existência de uma grande multiplicidade de *instrumentos virtuais*, dedicados a funcionalidades de tratamento estatístico e processamento de dados, permitiu automatizar o sistema experimental de efeito de Hall quântico e o potenciómetro de Josephson.

A aplicação relativa ao potenciómetro de Josephson permitiu a determinação do valor de um padrão a calibrar, tendo como referência o valor convencionalmente aceite da constante de von Klitzing.

Foi também possível constituir uma ferramenta para a gestão de grandes conjuntos de dados, correspondente ao estudo de amostras de Hall e organizar, sob a forma de base de

dados, toda a informação relativa a resistências-padrão convencionais pertencentes ao laboratório e aos seus clientes. Estas bases de dados, além de constituírem um meio de acesso fácil a qualquer registo tabelado, possibilitam a realização de estudos a longo prazo, avaliando e prevendo estatisticamente os respectivos valores e incertezas, garantindo uma maior qualidade e fiabilidade dos resultados obtidos e disseminados.

## 5. DETERMINAÇÃO DE INCERTEZAS ASSOCIADAS AOS MÉTODOS DE MEDIÇÃO CONSIDERADOS

### 5.1. Introdução

Qualquer resultado de uma medição deverá ser corrigido de todos os possíveis efeitos aleatórios e/ou sistemáticos, corresponder à melhor estimativa da mensuranda (grandeza a medir) e ter como base um modelo matemático do respectivo sistema de medição. Este modelo corresponde à relação funcional entre as grandezas de entrada e as grandezas de saída (mensuranda). A avaliação da incerteza de medição tem como principal objectivo a determinação de um intervalo que integre idealmente a distribuição de valores atribuídos à mensuranda.

A incerteza de medição é, por definição [13], um parâmetro<sup>1</sup> não negativo que caracteriza a dispersão dos valores da grandeza que são atribuídos à mensuranda, a partir das informações usadas. A incerteza-padrão combinada da medição, obtida a partir das incertezas-padrão individuais, associadas às grandezas de entrada num modelo de medição, inclui componentes aleatórias e sistemáticas, tais como componentes associadas a correcções e valores atribuídos a padrões e/ou instrumentação de medição.

A metodologia mais utilizada e aceite pela comunidade metrológica internacional para a estimativa de incerteza de medição é baseada no documento *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement – GUM* [128]. Esta metodologia está baseada na aplicação da lei de propagação de incerteza (LPI) e na caracterização da grandeza de saída por uma distribuição Normal (ou Gaussiana), avaliando, através de um modelo matemático, a incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de saída.

A abordagem do GUM é utilizada quer a nível fundamental, na realização das unidades do SI, quer no âmbito aplicado para a realização de calibrações e ensaios, adquirindo especial relevância na determinação do número de graus de equivalência entre participantes em comparações interlaboratoriais, tal como descrito por Cox [129]. A sua aplicação tem criado oportunidades para a investigação de aspectos relacionados com as técnicas de avaliação de componentes de incerteza presentes nos respectivos modelos matemáticos, com a contribuição e peso destes componentes no balanço global e ainda na

---

<sup>1</sup> O parâmetro considerado é um desvio-padrão experimental, dando origem à incerteza-padrão de medição.

identificação de ferramentas que simplifiquem todo o processo de estimativa e combinação das várias componentes na determinação do balanço de incerteza expandida de uma medição<sup>2</sup>.

Como alternativa à metodologia anterior, foi utilizado neste trabalho o método probabilístico de simulação numérica de Monte Carlo (MMC), cujos princípios se encontram descritos no suplemento 1 do GUM [130], o qual se baseia na propagação das distribuições<sup>3</sup> de probabilidade associadas às estimativas das grandezas de entrada. Em [131] Cox exemplifica a sua aplicação a determinados casos práticos, comparando e validando os resultados obtidos com a metodologia GUM, tal como é também referido por Kacker em [132].

Considerando ambas as metodologias, foram analisados três modelos matemáticos definidos para a medição de resistências-padrão e considerando os métodos e os sistemas experimentais descritos no capítulo anterior. Um deles corresponde ao método potenciométrico de Josephson e os outros dois são métodos clássicos de medição, um recorrendo a um comparador automático de corrente contínua e o outro tendo por princípio base um potenciômetro clássico, em que a medição é efectuada através de um multímetro digital de elevada resolução. Em concordância com os modelos correspondentes, foi estimado o respectivo balanço de incerteza, avaliadas as componentes presentes de acordo com a sua distribuição de densidade de probabilidade, analisados e comparados os resultados obtidos.

A utilização do MMC para a determinação de incerteza de medição teve como principal objectivo a validação da aplicabilidade da metodologia GUM para a estimativa dos resultados experimentais apresentados no capítulo 6.

Dada a diferença de abordagem entre as duas metodologias são apresentadas e discutidas algumas das respectivas vantagens e potencialidades, bem como a sua coerência no que se refere aos seguintes aspectos:

---

<sup>2</sup> Produto da incerteza-padrão combinada por um factor, designado factor de expansão, que depende do tipo de distribuição de probabilidade da grandeza de saída no modelo de medição e da probabilidade de expansão seleccionada.

<sup>3</sup> A propagação de distribuições é o método utilizado para determinar a distribuição de probabilidade de uma grandeza de saída, considerando as distribuições de probabilidade atribuídas a cada uma das grandezas de entrada.

- Metodologia GUM
  - atribuição de funções de densidade de probabilidade para cada uma das variáveis consideradas no modelo matemático, bem como o respectivo número de graus de liberdade;
  - avaliação do número de medições efectuadas, dado que, tal como referido no GUM, a fiabilidade de uma estimativa de incerteza-padrão de medição do tipo A possa ser questionada quando o número de amostras é inferior a 10;
  - determinação de coeficientes de sensibilidade;
  - aplicação correcta da Lei de Propagação de Incerteza, nomeadamente, no que se refere ao facto de se considerar a inexistência de qualquer correlação entre as grandezas de entrada.
  
- Metodologia MMC
  - adequação da linguagem de programação seleccionada (MATLAB) à realização da geração de números pseudo-aleatórios, rotinas de conversão de funções, ordenação de sequências e obtenção de percentis;
  - selecção do número de simulações tendo em consideração a exactidão associada às medições experimentais.

De acordo com os resultados obtidos, foi determinado o grau de concordância entre os intervalos de confiança correspondentes à incerteza obtida em cada caso, considerando um determinado critério de exactidão  $\delta$ . Este é obtido em termos dos limites do intervalo de confiança e corresponde ao que é dado quando se expressa a incerteza-padrão com um número significativo de dígitos, de acordo com o seguinte procedimento:

- definir o critério de exactidão  $\delta = \frac{1}{2} 10^l$  ( $l$  inteiro), associado a um resultado de medição, considerando a incerteza-padrão dada sob a forma de

$u(y) = c \cdot 10^l$  (sendo  $c$  um número inteiro contendo apenas algarismos significativos)<sup>4</sup>;

- comparar os intervalos de confiança correspondentes à incerteza obtida pelos dois métodos, a partir das diferenças absolutas dos extremos respectivos dos dois intervalos de confiança:

- 

$$d_{low} = |y - U_p - y_{low}| \quad (5.1)$$

$$d_{high} = |y + U_p - y_{high}| \quad (5.2)$$

Se  $d_{low}$  e  $d_{high}$  forem inferiores a  $\delta$ , a comparação é favorável e a incerteza determinada de acordo com a metodologia GUM pode considerar-se validada.

São apresentados exemplos numéricos, correspondentes aos métodos utilizados para a calibração de resistências-padrão, sendo efectuada a comparação dos valores médios correspondentes à grandeza de saída, avaliadas as respectivas incertezas e intervalos de confiança associados.

## 5.2. Metodologia GUM

De acordo com os princípios e os requisitos estabelecidos pela metodologia expressa no GUM para a avaliação da incerteza de medição, são apresentados de forma sintética os conceitos e as expressões utilizados neste trabalho.

A mensuranda  $Y$ , também designada grandeza de saída, depende de um certo número de grandezas de entrada  $X_i$  ( $i = 1, 2, \dots, N$ ), de acordo com uma relação funcional do tipo  $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$ , em que  $f$  modela o procedimento de medição considerado. Descreve como se obtêm os valores de  $Y$  a partir das grandezas de entrada  $X_i$ . Estas grandezas são agrupadas de acordo com o modo como são determinadas e o tipo de incerteza associada:

- grandezas determinadas directamente na medição: obtidas através de observações, simples ou repetidas, ou de avaliação baseada na experiência; incluem a

---

<sup>4</sup> Considere-se, como exemplo, que a estimativa da grandeza de saída associada à medição de uma temperatura é  $y = 0,0035 \text{ K}$  e a incerteza-padrão associada é igual a  $u(y) = 0,18 \text{ K}$ , ou seja,  $c = 18$  e  $l = -2$ , obtendo-se  $\delta = \frac{1}{2} 10^{-2} = 0,005 \text{ K}$



determinação de correcções às indicações do equipamento de medição e correcções a parâmetros de influência (temperatura, humidade relativa, pressão, corrente e /ou tensão de medição);

- grandezas cuja estimativa e incerteza associada provém de origem externa, tais como, as relacionadas com padrões de referência.

Dado que os valores verdadeiros de  $X_i$  são desconhecidos, na avaliação da incerteza de medição são utilizados valores estimados  $x_i$ , obtendo-se para a estimativa da grandeza de saída  $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$ .

As componentes de incerteza são agrupadas em duas categorias: avaliação do tipo A ou do tipo B, ambas baseadas em distribuições probabilísticas.

A avaliação de tipo A da incerteza-padrão associada a uma estimativa da grandeza de entrada é obtida a partir de uma função de densidade de probabilidade correspondente a uma distribuição de frequência de séries de observações independentes e nas mesmas condições de medição. A incerteza-padrão  $u(\bar{x})$  é dada pelo desvio-padrão experimental

da média, obtido através da determinação de uma média aritmética  $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$  ou de uma análise de regressão, de acordo com:

$$u(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}} \quad (5.3)$$

A avaliação de tipo B, baseada em meios não estatísticos, é efectuada a partir de uma função de densidade de probabilidade assumida para essa grandeza. A incerteza-padrão associada  $u(x_i)$  é avaliada pelo conhecimento científico prévio, considerando toda a informação disponível, obtida através de:

- dados de medições prévias;
- experiência ou conhecimento relacionados com o comportamento e desempenho da instrumentação de medição;
- especificações técnicas ou documentos técnico-científicos;
- dados resultantes de estudos e/ou calibrações prévias.

Considerando ainda a informação disponível para uma avaliação de tipo B e de acordo com os limites de variabilidade associados a  $x_i$ , deverá ser atribuída uma distribuição de probabilidade para a grandeza  $X_i$  e utilizados o respectivo valor esperado e a raiz quadrada da variância desta distribuição, como estimativa de  $x_i$ , e a incerteza-padrão associada  $u(x_i)$ .

Considerando o modelo matemático definido para o conjunto de variáveis de entrada é importante que a distribuição de probabilidade atribuída a cada uma seja a que melhor descreve o seu comportamento.

A distribuição uniforme ou rectangular (distribuição de probabilidade constante entre dois limites) descreve a forma da distribuição de probabilidade sempre que se conheçam os limites de variabilidade da grandeza  $X_i$  e todos os valores dentro desses limites são igualmente prováveis. A distribuição normal ou a distribuição triangular é usada quando os valores centrais da grandeza medida são mais prováveis, localizando-se o conjunto de medidas predominantemente mais próximo do centro, e a distribuição em forma-de-U para o caso em que são os valores próximos do limite os mais prováveis.

Nos balanços de melhor incerteza apresentados neste trabalho foram consideradas as distribuições de probabilidade normal e rectangular, simétricas, cujas principais características são descritas, de forma sucinta, no anexo 1.

A incerteza-padrão de  $y$  (estimativa da mensuranda  $Y$ ) é obtida através da combinação das incertezas-padrão das estimativas das grandezas de entrada,  $x_1, x_2, \dots, x_n$ . A incerteza-padrão combinada de  $y$ ,  $u_c(y)$ , é dada pela raiz quadrada positiva da respectiva variância combinada:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^n u_i^2(y) = \sum_{i=1}^n c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n c_i c_j u(x_i, x_j) + \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n \left( \frac{1}{2} c^2_{ij} + c_{ijj} \right) u^2(x_i) u^2(x_j) \quad (5.4)$$

onde o segundo termo corresponde às contribuições de possíveis correlações existentes entre as variáveis de entrada e o terceiro termo a contribuições da segunda ordem (sempre que a função modelo é não linear ou quando os coeficientes de sensibilidade são demasiado pequenos é necessário introduzir correcções de ordem superior).

Sendo os modelos considerados neste trabalho lineares e as respectivas grandezas de entrada não correlacionadas entre si obtém-se a seguinte equação simplificada para a incerteza-padrão combinada da estimativa da grandeza de saída  $y$ :

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2(y)} = \sqrt{\sum_{i=1}^n c_i^2 u^2(x_i)} \quad (5.5)$$

sendo  $u_i(y) = c_i u(x_i)$  – a contribuição associada à estimativa da grandeza de saída  $y$ , resultante da incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de entrada  $x_i$ ;

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad \text{– o coeficiente de sensibilidade associado à estimativa da grandeza}$$

de entrada  $x_i$ , dado pela derivada parcial da função modelo  $f$  em relação a cada uma das variáveis.

O coeficiente de sensibilidade descreve a influência na estimativa da grandeza de saída  $y$  da variação da estimativa da grandeza de entrada  $x_i$ .

A incerteza expandida é obtida multiplicando o factor de expansão  $k$  pela incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$  da estimativa da grandeza de saída,  $U = k u_c(y)$ .

Nas condições do Teorema do Limite Central<sup>5</sup>, o factor de expansão é obtido pela função inversa da distribuição  $t$ -Student, considerando o número de graus de liberdade efectivo  $\nu_{ef}$  (representa uma medida da fiabilidade da incerteza-padrão da estimativa de  $y$ ), correspondente à incerteza-padrão da estimativa da grandeza de saída, calculado pela fórmula de Welch-Satterthwaite:

$$\nu_{ef} = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4(y)}{\nu_i}} \quad (5.6)$$

---

<sup>5</sup> Estabelece que a distribuição de  $Y$  será aproximadamente normal com valor esperado  $E(Y) = \sum_{i=1}^n c_i E(X_i)$  e variância  $\sigma^2(Y) = \sum_{i=1}^n c_i^2 \sigma^2(X_i)$ , sendo  $E(X_i)$  o valor esperado de  $X_i$  e  $\sigma^2(X_i)$  a variância de  $X_i$ , sendo estas variáveis independentes e tendo  $\sigma^2(Y)$  valores maiores do que qualquer das componentes  $c_i^2 \sigma^2(X_i)$  de uma variável  $X_i$  com distribuição não normal.

em que  $u_i(y)$  ( $i = 1, 2, \dots, n$ ) são as contribuições para a incerteza-padrão da estimativa da grandeza de saída  $y$ , dadas pelas incertezas-padrão das estimativas das grandezas de entrada  $x_i$ , consideradas como sendo estatística e mutuamente independentes, e  $\nu_i$  o número de graus de liberdade efectivo da componente  $u_i(y)$ .

De acordo com o GUM e considerando determinados intervalos de confiança (68 %, 95 % e 99 %), o valor do factor de expansão  $k$  é obtido através de tabelas que o relacionam com o número de graus de liberdade efectivo  $\nu_{ef}$ , tal como se exemplifica na Tabela 5.1.

No caso da atribuição de uma função de densidade de probabilidade normal à estimativa da grandeza de saída  $y$  (mensuranda), é utilizado como factor de expansão o valor de  $k = 2,00$  para um intervalo de confiança de 95%.

No caso de a incerteza-padrão ser obtida por uma avaliação de Tipo A, o número de graus de liberdade efectivo é dado por  $\nu_i = n-1$ .

Quando a incerteza-padrão  $u(x_i)$  é obtida por uma avaliação de Tipo B, a metodologia expressa no GUM relaciona o número de graus de liberdade com a exactidão com que se conhece determinada grandeza:

$$\nu_i = \frac{1}{2} \left[ \frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} \right]^{-2} \quad (5.7)$$

sendo  $\Delta u(x_i)$  a estimativa da percentagem da “incerteza” associada ao valor limite atribuído à incerteza de medição  $u(x_i)$ . Considerando, por exemplo, que  $\Delta u(x_i) / u(x_i)$  é igual a 10 % (ou seja, os limites considerados incorporam 90 % de probabilidade dos valores observados estarem contidos nesse intervalo), obtém-se:

$$\nu_i = \frac{1}{2} (0,1)^{-2} = 50 \text{ graus de liberdade.} \quad (5.8)$$

$v_{ef}$	$k$ (68,27%)	$k$ (95,45%)	$k$ (99,73%)
1	1,84	13,97	235,80
2	1,32	4,53	19,21
3	1,20	3,31	9,22
4	1,14	2,87	6,62
5	1,11	2,65	5,51
6	1,09	2,52	4,90
7	1,08	2,43	4,53
8	1,07	2,37	4,28
9	1,06	2,32	4,09
10	1,05	2,28	3,96
11	1,05	2,25	3,85
12	1,04	2,23	3,76
13	1,04	2,21	3,69
14	1,04	2,20	3,64
15	1,03	2,18	3,59
16	1,03	2,17	3,54
17	1,03	2,16	3,51
18	1,03	2,15	3,48
19	1,03	2,14	3,45
20	1,03	2,13	3,42
25	1,02	2,11	3,33
30	1,02	2,09	3,27
35	1,01	2,07	3,23
40	1,01	2,06	3,20
45	1,01	2,06	3,18
50	1,01	2,05	3,16
100	1,005	2,025	3,077
$\infty$	1,000	2,000	3,000

Tabela 5.1 – Determinação do factor de expansão  $k$ , considerando o número de graus de liberdade efectivo  $v_{ef}$ , para uma distribuição  $t$ -Student avaliada para uma probabilidade de 68,27 %, 95,45 % ou 99,73 %.

A estimativa da incerteza expandida  $U$  associada a uma medida proporciona um intervalo de  $y-U$  a  $y+U$ , com determinada probabilidade, dentro do qual se encontra o verdadeiro valor da mensuranda  $Y$ , estimado por  $y$ , tal que  $Y = y \pm U = y \pm k \cdot u_c(y)$ , sendo  $k$  o factor de expansão correspondente a um determinado intervalo de confiança e  $u_c(y)$  a incerteza-padrão combinada de  $y$ .

### 5.3. Método de Monte Carlo

O método de Monte Carlo é um método de simulação estocástico (ou probabilístico), baseado na propagação das distribuições<sup>6</sup>, efectuadas através da amostragem aleatória das distribuições de probabilidade. Constitui uma alternativa prática à determinação da incerteza no âmbito da metodologia GUM, nomeadamente, sempre que se verifica qualquer das seguintes situações:

- funções modelo muito complexas;
- contribuições de incerteza de ordem de grandeza muito diversa;
- dificuldade associada à determinação dos coeficientes de sensibilidade de cada uma das grandezas de entrada (através das respectivas derivadas parciais, considerando a função modelo);
- estimativa da grandeza de saída e respectiva incerteza-padrão associada aproximadamente da mesma ordem de grandeza;
- grandezas de entrada com funções de densidade de probabilidade assimétricas.

Uma simulação de Monte Carlo proporciona assim um conjunto de resultados possíveis, através de uma distribuição de frequências. De acordo com o tipo de problema em análise, são utilizadas diferentes funções de densidade de probabilidade para cada uma das variáveis independentes, considerando o seu comportamento espectável.

O processo informático associado à geração de números aleatórios deverá satisfazer determinados critérios de aceitação, nomeadamente:

- independência estatística;
- reprodutibilidade;
- velocidade de geração;
- baixa utilização de memória.

---

<sup>6</sup> Método utilizado para a determinação da distribuição de probabilidade de uma grandeza de saída, considerando as distribuições de probabilidade atribuídas às grandezas de entrada, de que depende.

Um outro aspecto fundamental refere-se às possíveis correlações existentes entre as variáveis de entrada do modelo. O problema da correlação existe quando duas ou mais variáveis interferem de forma sistemática, condicionando-se mutuamente. A existência de variáveis correlacionadas pode distorcer os resultados obtidos, dado que a selecção dos respectivos valores, a partir das suas distribuições de probabilidades é puramente aleatória. Se os valores seleccionados não considerarem as correlações existentes, os resultados obtidos não correspondem à realidade do modelo em análise. A análise de resultados de variáveis correlacionadas é efectuada considerando coeficientes de correlação (cujo valor varia entre 0 e 1) como estimativa do grau de interferência entre as variáveis dependentes. Esta abordagem evita que o modelo adoptado gere cenários inconsistentes com a realidade, possibilitando a obtenção de resultados de elevada exactidão estatística.

A designação deste método está associada à cidade de Monte Carlo, devido à semelhança entre a simulação estatística e os jogos de azar, simbolizados pelo jogo da roleta (gerador simples de números aleatórios), no casino de Monte Carlo.

A sua utilização como ferramenta de simulação e cálculo estatístico emerge durante o desenvolvimento de estudos relativos a reactores nucleares. O matemático John von Neumann, introduziu um novo conceito, designado simulação de Monte Carlo, que consistia na simulação directa de avaliação de probabilidades relacionada com a difusão aleatória de neutrões.

O método de simulação de Monte Carlo é actualmente muito utilizado nas mais variadas áreas do conhecimento, devido ao aumento da capacidade de cálculo e processamento computacional.

A determinação de incerteza associada a uma grandeza de saída  $Y$ , utilizando o MMC compreende as seguintes fases:

- Formulação:
  - definição da grandeza de saída  $Y$  (mensuranda);
  - identificação de todas as grandezas de entrada  $X = (X_1, \dots, X_N)$ ;
  - definição da relação de dependência entre  $Y$  e  $X$  através de um modelo matemático;
  - atribuição de uma função de densidade de probabilidade (FDP) para cada  $X_i$ , de acordo com o conhecimento pré-existente.

- Simulação:
  - geração de sequências de números pseudo-aleatórios, com distribuição de probabilidade uniforme, para cada uma das grandezas de entrada do respectivo modelo matemático;
  - conversão de cada sequência numérica numa outra, em que a distribuição de probabilidade e respectivos limites, representam as funções atribuídas a cada grandeza de entrada;
  - de acordo com o modelo definido, é efectuada a combinação de sequências das várias grandezas de entrada, obtendo-se uma sequência numérica associada à grandeza de saída, bem como a sua distribuição de probabilidade;
  - ordenação da sequência associada à grandeza de saída.
- Resultados (através da FDP para a grandeza de saída  $Y$ ):
  - estimativa  $y$  da grandeza  $Y$ ;
  - desvio-padrão de  $Y$ , considerado como a incerteza-padrão associada a  $y$ ,  $u(y)$ ;
  - intervalo de confiança contendo  $Y$ , de acordo com uma probabilidade especificada.

Para a concretização e desenvolvimento das várias etapas identificadas, possibilitando a determinação da melhor estimativa da grandeza de saída, desvio-padrão associado, bem como dos respectivos valores limite do intervalo de incerteza de medição, foi utilizada como ferramenta computacional o *software MATLAB®*.

De acordo com a exactidão associada às medições efectuadas, torna-se essencial garantir que a exactidão obtida através da utilização do método de Monte Carlo para a avaliação de incertezas de medição seja compatível com a prática. Esta exigência é também importante quando se pretendem comparar resultados obtidos através das duas metodologias (GUM e MMC). O critério definido para assegurar que a exactidão obtida através da simulação numérica não é superior à determinada pelo próprio sistema de medição, está relacionado com a escolha do número de simulações. De acordo com os exemplos efectuados, considerando números de simulação de  $10^5$ ,  $10^6$  e  $5 \cdot 10^6$  foi obtida, respectivamente, uma diferença de exactidão associada à grandeza de saída da ordem de



1 parte em  $10^{10}$ , a qual é duas ordens de grandeza superior à exactidão do sistema experimental de medição utilizado.

#### 5.4. Métodos Clássicos de Comparação

Nos modelos utilizados, considerou-se que as grandezas de entrada não apresentavam correlação, tendo assim sido consideradas como independentes entre si.

Foram utilizados dois métodos de comparação e calibração de resistências-padrão, tal como descrito em 6.3, baseados em técnicas clássicas de medição de resistências: num caso através da medição de uma razão de resistências recorrendo a um comparador automático de corrente contínua (CCD) e no outro através da medição de uma razão de diferenças de potencial aos terminais das resistências a comparar, percorridas pelo mesmo valor de corrente, recorrendo a uma configuração potenciométrica clássica e utilizando um multímetro digital (MD) de elevada resolução.

O comparador automático de corrente contínua, cujo princípio de funcionamento é descrito em [133], permite a medição da razão  $Y$  de duas resistências,  $R_x$  e  $R_s$ :

$$Y = \frac{R_x}{R_s} \quad (5.9)$$

determinada pela diferença de potencial gerada aos terminais dos padrões a comparar durante o equilíbrio ampere-espira.

Este comparador de corrente possui a vantagem de um sistema potenciométrico mas em que, devido ao balanço automático ampere-espira, não é crucial o nível de estabilidade associado à corrente de medição.

O multímetro digital de 8 ½ dígitos utilizado na medição da razão de diferenças de potencial numa configuração potenciométrica clássica, possui a capacidade de medir de forma automática duas entradas distintas, apresentando o resultado sob a forma de uma razão de tensões. A utilização do mesmo intervalo de medição para as duas entradas elimina a incerteza associada a cada uma *de per si*, dado que afecta da mesma forma ambas as medições, tendo-se apenas as componentes devidas à resolução, ao ruído a curto

prazo, ao ganho e à não linearidade, de acordo com a sua caracterização efectuada em 4.2.2.4., combinados sob a forma de raiz quadrada da soma dos quadrados (rss).

#### 5.4.1. Modelos Matemáticos, Identificação e Avaliação das Componentes e Número de Graus de Liberdade Associados

As equações (5.10) e (5.11), descrevem, respectivamente, os modelos matemáticos correspondentes à comparação efectuada com o CCD e com o MD:

$$R_x = (R_S + \Delta R_S + \Delta t R_S) \cdot Y - \Delta t R_x \quad (5.10)$$

$$R_x = (R_S + \Delta R_S + \Delta t R_S) \cdot Y' - \Delta t R_x \quad (5.11)$$

sendo:  $R_x$  – valor da resistência a calibrar;

$R_S$  – valor da resistência de referência;

$\Delta R_S$  – correcção devida à deriva associada a  $R_S$ ;

$\Delta t R_S$  – correcção devida à variação da resistência  $R_S$  com a temperatura;

$\Delta t R_x$  – correcção devida à variação da resistência a calibrar  $R_x$  com a temperatura;

$Y$  – valor da razão  $R_x / R_S$  dada pelo comparador de corrente contínua;

$Y' = V_x / V_S$  – valor da razão de diferenças de potencial dada pelo MD.

Neste trabalho considerou-se o número de graus de liberdade associado a uma distribuição rectangular igual a 50 (em vez de  $\infty$ ), o que de acordo com a fórmula de Welch-Satterthwaite provoca um aumento do respectivo factor de expansão  $k$ , bem como da respectiva incerteza expandida.

Tendo em conta os modelos apresentados foram consideradas as seguintes contribuições, coeficientes de sensibilidade e número de graus de liberdade para a determinação da incerteza-padrão combinada da medição de  $R_x$ , de acordo com a avaliação e distribuição indicada:

- $u(R_S + \Delta R_S)$

Incerteza associada à rastreabilidade e à deriva da resistência de referência, a uma dada temperatura (avaliação exemplificada no anexo 2):

- Incerteza tipo B e distribuição rectangular

$u(R_s)$  - Incerteza tipo B e distribuição normal:

$u(\Delta R_s)$ : Incerteza tipo B e distribuição rectangular

- $c_{R_s} = \frac{\partial R_x}{\partial R_s} = Y$

- $\nu_i = 50$

- $u(\Delta t R_s)$

Incerteza devida à variação de  $R_s$  com a temperatura durante as medições:

considerando, por exemplo, uma variação de temperatura de  $\pm 0,5$  K e um coeficiente  $\alpha = 0,06 \cdot 10^{-6}$  / K, obtém-se uma variação relativa no valor do padrão de  $\pm 0,03 \mu\Omega/\Omega$ :

- Incerteza tipo B e distribuição rectangular

- $c_{R_s} = \frac{\partial R_x}{\partial R_s} = Y$

- $\nu_i = 50$

- $u(\Delta t' R_x)$

Incerteza devida à variação de  $R_x$  com a temperatura durante as medições:

- Incerteza tipo B e distribuição rectangular

- $c_{R_x} = \frac{\partial R_x}{\partial R_x} = -1$

- $\nu_i = 50$

- $u(Y)$

Incerteza associada ao método de medição e dada pela especificação do CCD

- Incerteza tipo B e distribuição normal

- $c_Y = \frac{\partial R_x}{\partial Y} = R_s (\Omega)$

- $\nu_i = 50$

Incerteza associada ao desvio-padrão experimental da média das medidas de  $Y$

- Incerteza tipo A e distribuição normal

- $c_Y = \frac{\partial R_x}{\partial Y} = R_S (\Omega)$
- $v_i = n - 1$

$n$  – número total de medidas

•  $u(Y')$

Incerteza associada à caracterização do MD, no que se refere à determinação da incerteza-padrão relativa à resolução, ao ganho e à não linearidade para a medição de  $V_x$  e de  $V_s$ , dada pela raiz quadrada da soma das seguintes componentes:

$u(Vx, Vs)$			
Não-Linearidade	5,8E-07	B / normal	2,90E-07
Ganho	5,0E-07	B / normal	2,50E-07
Resolução	5,0E-10	B / rectangular	2,89E-10
<b>rSS</b>			<b>5,41E-07</b>

- Incerteza tipo B e distribuição normal
- $c_{Y'} = \frac{\partial R_x}{\partial Y'} = R_S (\Omega)$
- $v_i = 50$

Incerteza associada ao desvio-padrão experimental da média das medidas de  $Y'$

- Incerteza tipo A e distribuição normal
- $c_{Y'} = \frac{\partial R_x}{\partial Y'} = R_S (\Omega)$
- $v_i = n - 1$

#### 5.4.2. Balanços de Incerteza de Medição Considerando a Metodologia GUM

Na Tabela 5.2 são apresentados dois esquemas de apresentação ordenada (balanço de incerteza), caracterizando a estimativa associada a cada grandeza de entrada  $X_i$ , incertezas-padrão, tipo de avaliação/distribuição de probabilidade e coeficientes de sensibilidade. São

consideradas as contribuições para a incerteza-padrão da medição de uma resistência-padrão  $R_x$ , de valor nominal  $10\text{ k}\Omega$ , tendo como referência um outro padrão convencional  $R_s$ , com o mesmo valor nominal. É utilizado um método por comparação, através de um comparador automático de corrente contínua (CCD) ou de um multímetro digital de elevada exactidão (MD).

Os valores das estimativas apresentados nesta tabela, bem como as respectivas incertezas associadas, correspondem a dados experimentais, apresentados no capítulo 6. Os divisores indicados referem-se aos denominadores utilizados nas expressões para a determinação dos respectivos desvios-padrão experimentais, os quais estão associados a cada uma das funções densidade de probabilidade.

Os valores obtidos e as respectivas incertezas de medição (valor arredondado para dois algarismos significativos e obtida através da lei de propagação de incerteza), são iguais a:

$$\text{CCD: } R_x = (10\,000,003\,3 \pm 2,2 \cdot 10^{-3}) \Omega \quad (5.12)$$

$$\text{MD: } R_x = (10\,000,003\,8 \pm 4,2 \cdot 10^{-3}) \Omega \quad (5.13)$$

a partir dos quais se obtém os respectivos limites, de acordo com os intervalos de confiança de  $\pm 1\sigma$ ,  $\pm 1,96\sigma$  e  $\pm 2,68\sigma$ , apresentados na Tabela 5.3:

## CCD

Grandeza de entrada ( $X_i$ )	Símbolo	Estimativa ( $x_i$ )	Incerteza-padrão $u(x_i)$		Tipo de avaliação (A ou B) / FDP	Divisor	Incerteza ( $u(x_i)$ )	Coeficiente de sensibilidade ( $c_i$ )		$u_i(y) = (c_i * u(x_i))^2$	Nº de graus de liberdade ( $\nu_i$ )
Incerteza calibração + deriva	$R_s$	9999,98980087	1,50E-03	$\Omega$	B / rectangular	$\sqrt{3}$	8,66E-04	$Y =$	1	7,50E-07 $\Omega^2$	50
Estabilidade térmica $R_s$	$R_s$	-2,33E-04	-2,33E-04	$\Omega$	B / rectangular	$\sqrt{3}$	-1,34E-04	$Y =$	1	1,806E-08 $\Omega^2$	50
Especificação CCD	$Y$	1,000001079	1,00E-07		B / normal	2	5,00E-08	$R_S =$	10000 $\Omega$	2,50E-07 $\Omega^2$	50
Desvio padrão experimental da média	$Y$		9,90E-08		A / normal		9,90E-08	$RS =$	-10000 $\Omega$	9,80E-07 $\Omega^2$	9
Estabilidade térmica $R_x$	$R_x$	-2,93E-03	-2,93E-03	$\Omega$	B / rectangular	$\sqrt{3}$	-1,69E-03		-1	2,87E-06 $\Omega^2$	50

$$V_{eff} = 83,5$$

$$10000,00329 \Omega$$

$$0,33 \mu\Omega/\Omega$$

$$\text{Incerteza-padrão combinada, } U_c(y) = 2,2E-03 \Omega$$

$$0,22 \mu\Omega/\Omega$$

## MD

Grandeza de entrada ( $X_i$ )	Símbolo	Estimativa ( $x_i$ )	Incerteza-padrão $u(x_i)$		Tipo de avaliação (A ou B) / FDP	Divisor	Incerteza ( $u(x_i)$ )	Coeficiente de sensibilidade ( $c_i$ )		$u_i(y) = (c_i * u(x_i))^2$	Nº de graus de liberdade ( $\nu_i$ )
Incerteza calibração + deriva	$R_s$	9999,98980087	1,50E-03	$\Omega$	B / rectangular	$\sqrt{3}$	8,66E-04	$Y'$	1	7,50E-07 $\Omega^2$	50
Estabilidade térmica $R_s$	$R_s$	-0,00023274	-2,33E-04	$\Omega$	B / rectangular	$\sqrt{3}$	-1,34E-04	$Y'$	1	1,806E-08 $\Omega^2$	50
Incerteza devida à não linearidade, resolução e ganho	$Y'$	1,000001398	5,41E-07		B / rectangular	$\sqrt{3}$	3,13E-07	$R_S =$	10000 $\Omega$	9,77E-06 $\Omega^2$	50
Desvio padrão experimental da média	$Y'$	0,00000000	2,65E-07		A / normal		2,65E-07	$RS =$	10000 $\Omega$	7,05E-06 $\Omega^2$	9
Estabilidade térmica $R_x$	$R_x$	-0,00022500	-2,25E-04	$\Omega$	B / rectangular	$\sqrt{3}$	-1,30E-04		-1	1,69E-08 $\Omega^2$	50

$$V_{eff} = 41,7$$

$$1,00000038E+04 \Omega$$

$$0,38 \mu\Omega/\Omega$$

$$\text{Incerteza-padrão combinada, } U_c(R_x) = 4,20E-03 \Omega$$

$$0,42 \mu\Omega/\Omega$$

Tabela 5.2 – Balanços de incerteza para a calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$  através da medição de uma razão, respectivamente, com um CCD e um MD, tendo como referência um padrão convencional.

CCD		$y (\Omega)$	$\pm u (\Omega)$
		<b>10000,0033</b>	<b>2,2E-03</b>
Probabilidade associada	Intervalo de incerteza	Limite inferior	Limite superior
68%	$Y \pm u$	10000,00108	10000,00550
95%	$Y \pm 1,96*u$	9999,99897	10000,00761
99%	$Y \pm 2,68*u$	9999,99738	10000,00920

MD		$y (\Omega)$	$\pm u (\Omega)$
		<b>10000,0038</b>	<b>4,2E-03</b>
Probabilidade associada	Intervalo de incerteza	Limite inferior	Limite superior
68%	$Y \pm u$	9999,99957	10000,00797
95%	$Y \pm 1,96*u$	9999,99555	10000,01199
99%	$Y \pm 2,68*u$	9999,99252	10000,01501

Tabela 5.3 – Intervalos de confiança considerando a determinação da incerteza associada ao CCD e ao MD, de acordo com a metodologia GUM.

#### 5.4.3. Balanços de Incerteza de Medição Considerando a Metodologia MMC

A aplicação da metodologia de simulação numérica de Monte Carlo foi efectuada de acordo com os mesmos modelos matemáticos correspondentes às expressões (5.10 e 5.11), considerando as respectivas grandezas de entrada, estimativas, FDP e intervalos associados, tal como apresentado, respectivamente, na Tabela 5.4 (para o CCD) e Tabela 5.5 (para o MD). Foi utilizado em ambos os casos, um número de simulações (ou sequências) igual a  $10^6$ .

CCD						
Grandeza de entrada ( $X_i$ )	Símbolo	Estimativa ( $x_i$ )	FDP	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Limites de variação a b -a	
Incerteza calibração + deriva	$R_s$	9999,98980087	B / Rectangular	8,66E-08	9,99998980083E+03	8,66025403784E-08
Estabilidade térmica $R_s$	$R_s$	-2,3274E-04	B / Rectangular	-1,344E-04	-1,65555116784E-04	-1,34373611678E-04
Especificação CCD	$Y$	1,000001079	B / Normal	5,000000E-08	-	-
Desvio padrão experimental da média	$Y$	0	A / Normal	9,900000E-08	-	-
Estabilidade térmica $R_x$	$R_x$	-2,9321E-03	B / Rectangular	-1,693E-03	-2,08565202187E-03	-1,69282955626E-03

Tabela 5.4 – Elementos considerados para efectuar a simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$  através do CCD.

MD						
Grandeza de entrada ( $X_i$ )	Símbolo	Estimativa ( $x_i$ )	FDP	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Limites de variação a b-a	
Incerteza calibração + deriva	$R_x$	9999,98980087	Rectangular	8,66E-08	9,999989800828E+03	8,660254037844E-08
Estabilidade térmica $R_x$	$R_x$	-2,3274E-04	Rectangular	-1,344E-04	-1,655551168E-04	-1,343736117E-04
Incerteza devida à não linearidade, resolução e ganho	$Y'$	1,000001398	Normal	3,126E-07	-	-
Desvio padrão experimental da média	$Y'$	0,00E+00	Normal	2,6547E-07	-	-
Estabilidade térmica $R_x$	$R_x$	-2,2500E-04	Rectangular	-1,299E-04	-1,600480947E-04	-1,299038106E-04

Tabela 5.5 – Elementos considerados para efectuar a simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$  através do MD.

A Figura 5.1 e Figura 5.2 apresentam dois histogramas de sequência de valores correspondentes a:

- grandeza de entrada  $Y$  associada à especificação do CCD, com distribuição de probabilidade normal e tendo como valor médio 1,000 001 079 e desvio-padrão  $\pm 5,0 \cdot 10^{-8}$ ;
- estabilidade térmica da grandeza de saída  $R_x$ , com distribuição de probabilidade rectangular, valor médio  $-2,9321 \cdot 10^{-3} \Omega$  e limites de variação  $\pm 1,693 \cdot 10^{-3} \Omega$ .

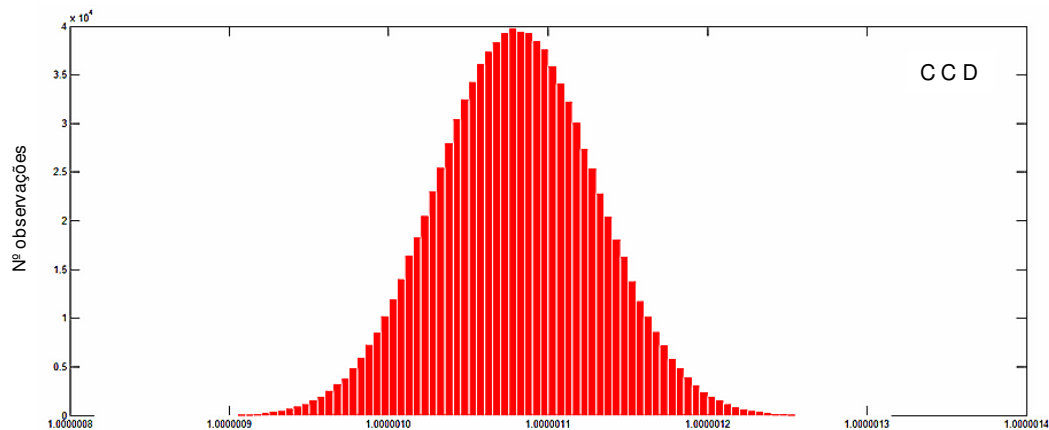


Figura 5.1 – Densidade de probabilidade da grandeza de entrada  $Y$ , associada à especificação do CCD.



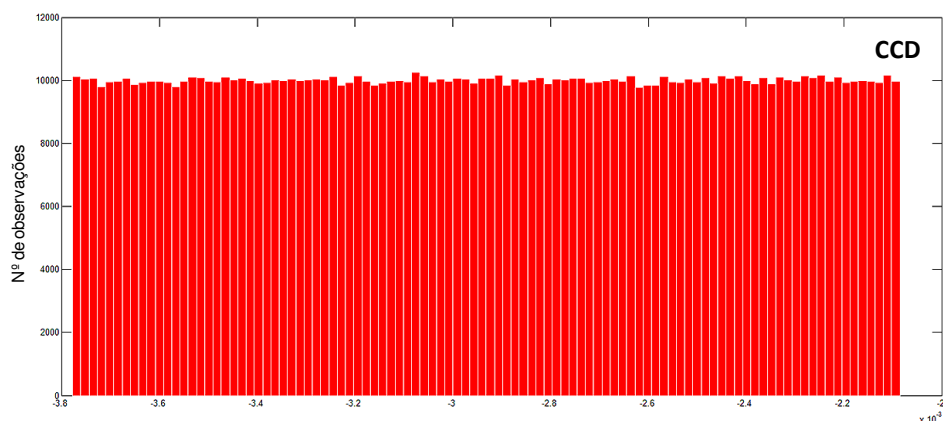


Figura 5.2 – Densidade de probabilidade associada à estabilidade térmica da grandeza de saída  $R_x$ .

A partir da simulação efectuada foram obtidos os valores apresentados na Tabela 5.6 para a grandeza  $R_x$ , com distribuição de probabilidade normal, tal como se observa na Figura 5.3.

$M$	$y(\Omega)$	$\pm u(\Omega)$		
1,0E+06	10000,0033	1,2E-03		
Probabilidade associada	Intervalo de incerteza	Limite inferior	Limite superior	
68%	$Y \pm u$	10000,00208	10000,00450	
95%	$Y \pm 1,96*u$	10000,00091	10000,00567	
99%	$Y \pm 2,68*u$	10000,00004	10000,00654	

Tabela 5.6 – Valor médio e incerteza associados à grandeza de saída  $R_x$ , obtidos por simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$  através do CCD.

De acordo com os limites obtidos, considerando a metodologia GUM (a vermelho) e MMC (a preto), conclui-se que de acordo com o modelo e os parâmetros considerados:

- Foi efectuada uma avaliação correcta das grandezas de entrada e das respectivas funções densidade de probabilidade;
- Foi obtido igual valor médio associado à grandeza de saída;
- Foi determinada uma incerteza superior associada à metodologia GUM do que a obtida através do MMC.

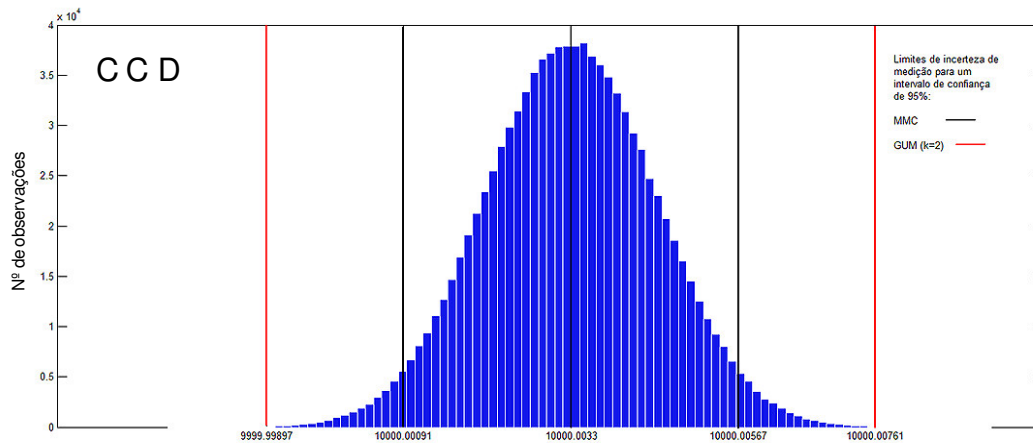


Figura 5.3 – Densidade de probabilidade associada à grandeza de saída  $R_x$  considerando o CCD.

A Figura 5.4 apresenta um histograma de sequência de valores correspondentes a: grandeza de entrada  $Y'$  associada à especificação do MD, com distribuição de probabilidade normal e tendo como valor médio  $1,000\ 001\ 398$  e desvio-padrão  $\pm 3,126 \cdot 10^{-7}$ .

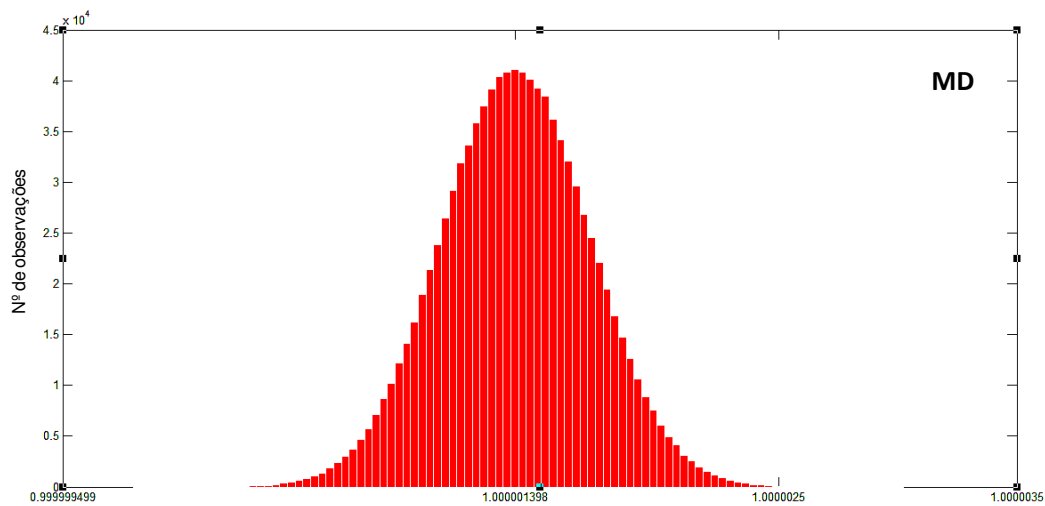


Figura 5.4 – Densidade de probabilidade da grandeza de entrada  $Y'$  associada à especificação do MD.

A Tabela 5.7 apresenta os valores obtidos, a partir da simulação efectuada, para a grandeza  $R_x$ , com distribuição de probabilidade normal, tal como se observa na Figura 5.5.

$M$	$y (\Omega)$	$\pm u (\Omega)$		
1,0E+06	10000,0038	4,1E-03		
Probabilidade associada	Intervalo de incerteza	Limite inferior	Limite superior	
68%	$Y \pm u$	9999,99969	10000,00789	
95%	$Y \pm 1,96*u$	9999,99575	10000,01182	
99%	$Y \pm 2,68*u$	9999,99280	10000,01478	

Tabela 5.7 – Valor médio e incerteza associados à grandeza de saída  $R_x$ , obtidos por simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$  através do método CCD.

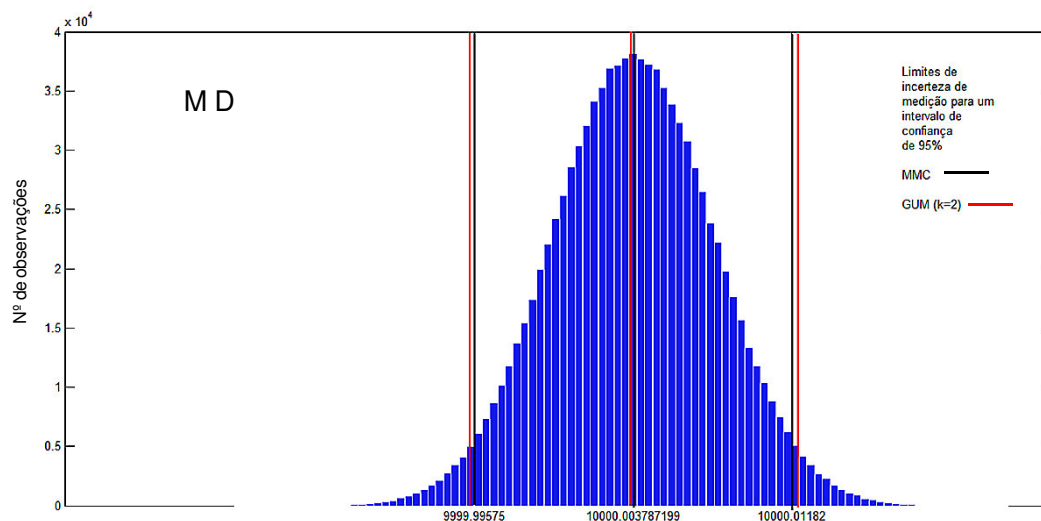


Figura 5.5 – Densidade de probabilidade da grandeza de saída  $R_x$  considerando o MD.

Tal como no caso do CCD, e de acordo os limites determinados, conclui-se que a avaliação efectuada de acordo com o GUM (sobre-avaliada relativamente ao MMC), possibilita a sua utilização com elevado grau de confiança, permitindo também descrever com exactidão o processo de medida associado ao modelo inicialmente definido.

#### 5.4.4. Comparação de Resultados

Na Tabela 5.8 é efectuada uma comparação entre os valores obtidos para a grandeza de saída  $R_x$ , através do CCD e do MD, bem como para as respectivas incertezas associadas e limites determinados para cada intervalo de medição, exemplificados, respectivamente, na Figura 5.6 e Figura 5.7.

Estes resultados evidenciam uma excelente concordância, tendo-se obtido uma diferença relativa para o valor de  $R_x$  ( $7,62 \cdot 10^{-11}$ , considerando o CCD, e de  $-1,78 \cdot 10^{-9}$  considerando o MD) desprezável face à exactidão proporcionada pelos próprios sistemas de medição.

Relativamente aos valores de incerteza calculados em cada caso, observa-se a obtenção valores superiores ( $\approx 50\%$  para o CCD e  $\approx 15\%$  para o MD) quando se utiliza a metodologia GUM.

<i>M</i>	CCD				$(u_{GUM} - u_{MMC}) / u_{GUM} (\%)$	MD				$(u_{GUM} - u_{MMC}) / u_{GUM} (\%)$
	MMC		GUM			MMC		GUM		
	$v(\Omega)$	$\pm u(\Omega)$	$v(\Omega)$	$\pm u(\Omega)$		$v(\Omega)$	$\pm u(\Omega)$	$v(\Omega)$	$\pm u(\Omega)$	
1,0E+06	10000,003 3	1,2E-03	10000,003 3	2,2E-03		10000,003 8	4,10014E-03	10000,003 8	4,2E-03	
Probabilidade associada	$u$ probabilidade	Limites	$u$ probabilidade	Limites		$u$ probabilidade	Limites	$u$ probabilidade	Limites	
68%	1,2E-03	$\frac{10000,00208}{10000,00450}$	2,2E-03	$\frac{10000,00108}{10000,00550}$	45	4,1E-03	$\frac{9999,99969}{10000,00789}$	4,2E-03	$\frac{9999,99957}{10000,00797}$	3
95%	2,2E-03	$\frac{10000,00091}{10000,00567}$	4,3E-03	$\frac{9999,99897}{10000,00761}$	50	8,0E-03	$\frac{9999,99575}{10000,01182}$	8,2E-03	$\frac{9999,99555}{10000,01199}$	2
99%	2,6E-03	$\frac{10000,00004}{10000,00654}$	5,9E-03	$\frac{9999,99738}{10000,00920}$	56	9,5E-03	$\frac{9999,99280}{10000,01478}$	1,1E-02	$\frac{9999,99252}{10000,01501}$	15

Tabela 5.8 – Comparação entre os limites associados a cada probabilidade, considerando as metodologias MMC e GUM para a determinação do valor médio e incerteza de uma resistência-padrão, através do CCD e do MD.

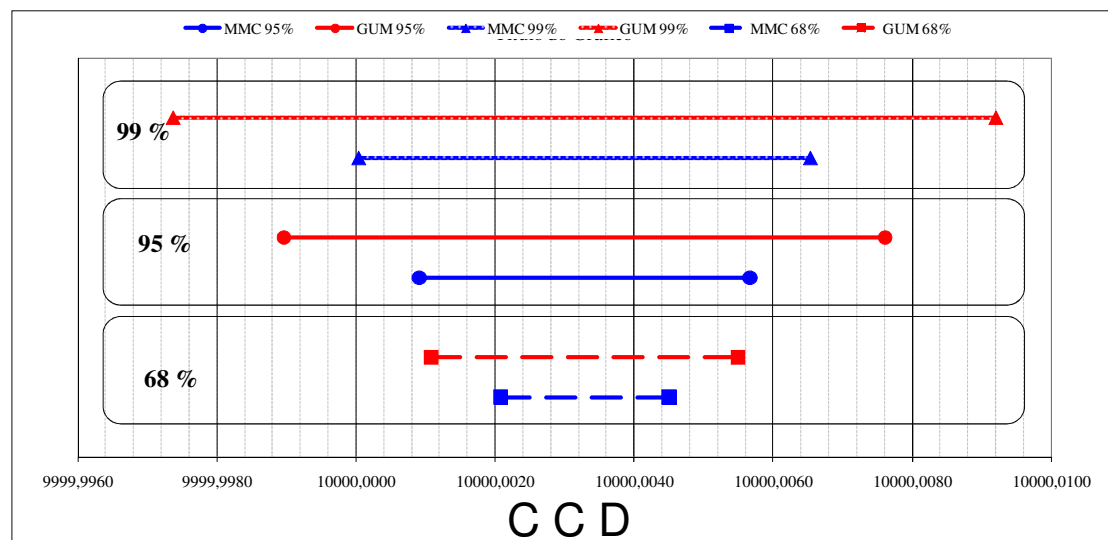


Figura 5.6 – Intervalos de incerteza de medição, considerando 68% 95% e 99% de probabilidade de acordo com o MMC e o GUM, utilizando o CCD.

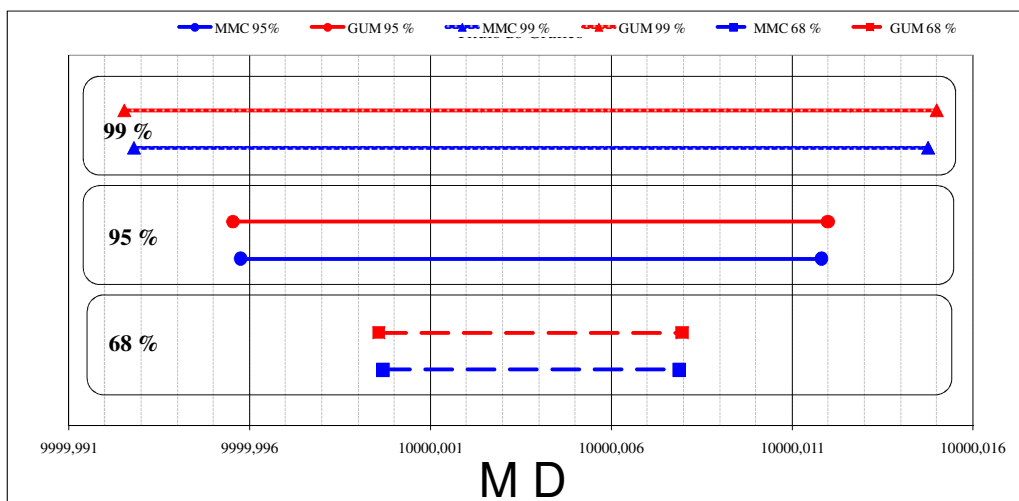


Figura 5.7 – Intervalos de incerteza de medição, considerando 68% 95% e 99% de probabilidade de acordo com o MMC e o GUM, utilizando o MD.

## 5.5. Potenciômetro de Josephson

De acordo com os métodos utilizados para a comparação potenciométrica entre dois padrões convencionais ou entre um padrão convencional e a resistência quântica de Hall, tal como descrito em 4.3.2.2., é em seguida efectuada a análise dos respectivos balanços de incerteza, identificando e caracterizando cada uma das componentes presentes nos modelos matemáticos apresentados.

O exemplo apresentado considera a comparação entre o valor quantificado de uma amostra de Hall no patamar  $i = 2$  e uma resistência-padrão de valor nominal 10 k $\Omega$  em contentor termostabilizado próprio.

### 5.5.1. Modelos Matemáticos, Identificação e Avaliação das Componentes e Número de Graus de Liberdade Associados

O potenciômetro de Josephson foi utilizado quer para a medição de uma razão de resistências-padrão convencionais, com modelo matemático dado pela equação (5.14), quer para a medição da razão entre o valor quantificado de uma amostra de Hall e o valor de uma resistência-padrão convencional, com modelo matemático dado pela equação (5.15).

$$R_x = (R_s + \Delta R_s + \Delta t R_s) \frac{\Delta V_x + \left( \frac{n_x \cdot f_x \cdot h}{2e} \right)}{\Delta V_s + \left( \frac{n_s \cdot f_s \cdot h}{2e} \right)} - \Delta t R_x \quad (5.14)$$

$$R_x = (R_H + \Delta R_H) \frac{\Delta V_x + \left( \frac{n_x \cdot f_x \cdot h}{2e} \right)}{\Delta V_H + \left( \frac{n_H \cdot f_H \cdot h}{2e} \right)} - \Delta t R_x \quad (5.15)$$

em que, além das grandezas já identificadas em 5.2.2.1:

$R_H$  – valor quantificado da RHQ no patamar considerado;

$\Delta R_H$  – correcção devida à imperfeição da quantificação do patamar;

$\Delta V_H$ ,  $\Delta V_x$ ,  $\Delta V_s$  – diferenças de potencial entre a tensão de Josephson e a tensão aos terminais, respectivamente, de  $R_H$ ,  $R_x$  ou  $R_s$ ;

$f_H$ ,  $f_x$ ,  $f_s$  – frequência de microondas associada à obtenção de cada degrau de Josephson;

$K_x$  e  $K_H$  – constantes dadas por:  $K_x = \frac{n_x \cdot h}{2 \cdot e}$ ,  $K_H = \frac{n_H \cdot h}{2 \cdot e}$ .

Considerando o modelo correspondente à equação (5.14), a determinação da incerteza-padrão combinada da medição de  $R_x$  foi efectuada de acordo com as seguintes contribuições, coeficientes de sensibilidade e número de graus de liberdade:

- $u(R_s + \Delta R_s)$

Incerteza associada à rastreabilidade e à deriva da resistência de referência a uma dada temperatura (avaliação exemplificada no anexo 1):

- Incerteza tipo B e distribuição rectangular

$u(R_s)$ : Incerteza tipo B e distribuição normal

$u(\Delta R_s)$ : Incerteza tipo B e distribuição rectangular

- $c_{R_s} = \frac{\partial R_x}{\partial R_s} = \frac{\Delta V_x + \frac{f_x \cdot h \cdot n_x}{2e}}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}$

- $\nu_i = 50$

- $u(\Delta R_s)$

Incerteza devida à variação de  $R_s$  com a temperatura durante as medições:

- Incerteza tipo B e distribuição rectangular

$$c_{R_s} = \frac{\partial R_x}{\partial R_s} = \frac{\Delta V_x + \frac{f_x \cdot h \cdot n_x}{2e}}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}$$

- $v_i = 50$

- $u(\Delta V_s)$

Incerteza devida à não linearidade, ganho, resolução e deriva do detector no intervalo de medição de  $V_s$  e à irreversibilidade do comutador:

- Incerteza tipo B e distribuição rectangular

$$c_{V_s} = \frac{\partial R_x}{\partial \Delta V_s} = - \frac{R_s \left( \Delta V_x + \frac{f_x \cdot h \cdot n_x}{2e} \right)}{\left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \quad (\Omega/V)$$

- $v_i = 50$

Incerteza associada ao desvio-padrão experimental da média das medidas de  $\Delta V_s$

- Incerteza tipo A e distribuição normal

$$c_{R_x} = \frac{\partial R_x}{\partial \Delta V_s} = - \frac{R_s \left( \Delta V_x + \frac{f_x \cdot h \cdot n_x}{2e} \right)}{\left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \quad (\Omega/V)$$

- $v_i = n - 1$

$n$  – número total de medidas

- $u(f_s)$

Dada pela rss da incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas ( $1,5 \cdot 10^{-12}$  Hz) e resolução do contador ( $1 \cdot 10^{-9}/2 = 5 \cdot 10^{-10}$  Hz):

- Incerteza tipo B e distribuição rectangular

$$\triangleright c_{f_s} = \frac{\partial R_x}{\partial f_s} = - \frac{h \cdot n_s \cdot R_s \left( \Delta V_x + \frac{f_x \cdot h \cdot n_x}{2e} \right)}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \quad (\Omega/\text{Hz})$$

$$\triangleright v_i = 50$$

Incerteza associada ao desvio-padrão experimental da média das medições de  $f_s$

➤ Incerteza tipo A e distribuição normal

$$\triangleright c_{f_s} = \frac{\partial R_x}{\partial f_s} = - \frac{h \cdot n_s \cdot R_s \left( \Delta V_x + \frac{f_x \cdot h \cdot n_x}{2e} \right)}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \quad (\Omega/\text{Hz})$$

$$\triangleright v_i = n - 1$$

•  $u(\Delta V_x)$

Incerteza devida à não linearidade, ganho, resolução e deriva do detector no intervalo de medição de  $V_x$  e à irreversibilidade do comutador:

➤ Incerteza tipo B e distribuição rectangular

$$\triangleright c_{V_x} = \frac{\partial R_x}{\partial \Delta V_x} = \frac{R_s}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}} \quad (\Omega/\text{V})$$

$$\triangleright v_i = 50$$

Incerteza associada ao desvio-padrão experimental da média das medições de  $\Delta V_x$

➤ Incerteza tipo A e distribuição normal

$$\triangleright c_{V_x} = \frac{\partial R_x}{\partial \Delta V_x} = \frac{R_s}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}} \quad (\Omega/\text{V})$$

$$\triangleright v_i = n - 1$$

•  $u(f_x)$

Dada pela rss da incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas ( $1,5 \cdot 10^{-12}$  Hz) e resolução do contador ( $1 \cdot 10^{-9}/2 = 5 \cdot 10^{-10}$  Hz):

➤ Incerteza tipo B e distribuição rectangular



$$\begin{aligned} &\triangleright c_{f_x} = \frac{\partial R_x}{\partial f_x} = -\frac{h \cdot n_x \cdot R_S}{2e \cdot \left( \Delta V_S + \frac{f_S \cdot h \cdot n_S}{2e} \right)^2} \text{ (}\Omega/\text{Hz)} \\ &\triangleright v_i = 50 \end{aligned}$$

Incerteza associada ao desvio-padrão experimental da média das medições de  $f_x$

$$\begin{aligned} &\triangleright \text{Incerteza tipo A e distribuição normal} \\ &\triangleright c_{f_x} = \frac{\partial R_x}{\partial f_x} = -\frac{h \cdot n_x \cdot R_S}{2e \cdot \left( \Delta V_S + \frac{f_S \cdot h \cdot n_S}{2e} \right)^2} \text{ (}\Omega/\text{Hz)} \\ &\triangleright v_i = n - 1 \end{aligned}$$

•  $u(\Delta R_x)$

Incerteza de  $R_x$  devida à variação de temperatura durante as medições.

$$\begin{aligned} &\triangleright \text{Incerteza tipo B e distribuição rectangular} \\ &\triangleright c_{R_x} = \frac{\partial R_x}{\partial R_x} = -1 \\ &\triangleright v_i = 50 \end{aligned}$$

A análise relativamente à equação (5.15) é em tudo análoga à (5.14) no que se refere à avaliação das componentes, coeficientes de sensibilidade e número de graus de liberdade para a grandeza de entrada  $H$ , excepto para a componente  $R_H$ , a seguir considerada:

•  $u(\Delta R_H)$  – correcção devida à imperfeição da quantificação do patamar:

Incerteza associada à exactidão da quantificação e estabilidade obtida para  $R_H$  no patamar considerado, bem como do sistema de medição utilizado

$$\begin{aligned} &\triangleright \text{Incerteza tipo B e distribuição normal} \\ &c_{R_H} = \frac{\partial R_x}{\partial \Delta R_H} = \frac{\Delta V_x + \frac{f_x \cdot h \cdot n_x}{2e}}{\Delta V_H + \frac{f_H \cdot h \cdot n_H}{2e}} \\ &\triangleright v_i = 50 \end{aligned}$$

### 5.5.2. Balanço de Incerteza de Medição Considerando a Metodologia GUM

Na Tabela 5.9 é apresentado um balanço de incerteza associado ao potenciômetro de Josephson, caracterizando a estimativa associada a cada grandeza de entrada  $X_i$ , incertezas-padrão, tipo de avaliação/FDP, coeficientes de sensibilidade e contribuições para a incerteza-padrão utilizadas na análise de incerteza, referentes à medição de uma resistência-padrão  $R_x$ , de valor nominal 10 k $\Omega$ , tendo como referência o valor da resistência de Hall quantificada para o patamar  $i = 2$ .

Os valores das estimativas apresentados nesta tabela, bem como as respectivas incertezas associadas, correspondem também a dados experimentais e de acordo com as condições apresentadas no capítulo 6. Os divisores indicados na coluna 6 referem-se aos denominadores utilizados nas expressões para a determinação dos respectivos desvios-padrão experimentais, os quais estão associados a cada uma das funções densidade de probabilidade.

O valor médio obtido e a respectiva incerteza de medição (valor arredondado para dois algarismos significativos e obtida através da lei de propagação de incerteza), é dado por:

$$R_x = (9\,999,989\,95 \pm 5,6 \cdot 10^{-4}) \, \Omega \quad (5.16)$$

a partir dos quais se obtém os respectivos intervalos de confiança para  $\pm 1 \sigma$ ,  $\pm 1,96 \sigma$  e  $\pm 2,68 \sigma$ , apresentados na Tabela 5.10.

O balanço de incerteza obtido para o caso em que se considera como referência o valor de uma resistência-padrão convencional e com o mesmo valor nominal  $R_S$ , é igual ao apresentado, excepto no que se refere à componente  $u(\Delta R_S)$ , sendo a componente quadrática da incerteza  $(c_i \cdot u(x_i))^2$  dada pela equação (5.17):

$$(c_{R_S} \cdot u(\Delta R_S))^2 = \left( \frac{u(\Delta R_S)}{2} \cdot \frac{\Delta V_X + \frac{f_x \cdot h \cdot n_x}{2e}}{\Delta V_S + \frac{f_S \cdot h \cdot n_S}{2e}} \right)^2 \quad (5.17)$$

Na Tabela 5.11 é apresentado o respectivo balanço de incerteza, indicando apenas as expressões utilizadas.

Grandeza de entrada ( $X_i$ )	Símbolo	Estimativa ( $x_i$ )	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Tipo de avaliação (A ou B) / FDP	Divisor	Incerteza ( $u(x_i)$ )	Coefficiente de sensibilidade (ci)	$u_i(y) = (ci \cdot u(x_i))^2$	Nº de graus de liberdade (v i)
Incerteza associada à quantificação do patamar ( $i=2$ )	$R_H$	1,29064035E+04	7,83E-04 $\Omega$	B / Normal	2	3,92E-04	$(x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x) / (fs \cdot h \cdot n_s + 2 \cdot \Delta V_s)$	6,815E-08 $\Omega^2$	50
Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_H$ e à irreversibilidade do comutador	$DV_H$	7,74240000E-05	7,75E-11 V	B / Rectangular	$\sqrt{3}$	4,48E-11	$2eR_s / (fs \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	1,589E-12 $\Omega^2$	50
Desvio-padrão exp. da média	$DV_H$	0	3,07E-09 V	A / Normal	1	3,07E-09	$2eR_s / (fs \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	7,478E-09 $\Omega^2$	3
Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas,	$f_H$	7,385E+10	5,00E-10 Hz	B / Rectangular	$\sqrt{3}$	2,89E-10	$h \cdot n_x \cdot R_s / (fs \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	1,131E-33 $\Omega^2$	50
Desvio-padrão exp. da média da resolução do contador	$f_H$	0	7,87E-02 Hz	A / Normal	1	7,87E-02	$h \cdot n_x \cdot R_s / (fs \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	8,405E-17 $\Omega^2$	3
Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_x$ e à irreversibilidade do comutador	$DV_x$	-3,72090E-05	-3,7257E-11 V	B / Rectangular	$\sqrt{3}$	-2,15E-11	$-2eR_s (fx \cdot h \cdot n_x + 2e \Delta V_x) / (fs \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	1,631E-13 $\Omega^2$	50
Desvio-padrão exp. da média	$DV_x$	0	3,68E-09 V	A / Normal	1	3,68E-09	$-2eR_s (fx \cdot h \cdot n_x + 2e \Delta V_x) / (fs \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	4,773E-09 $\Omega^2$	3
Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas,	$f_x$	7,385E+10	5,00E-10 Hz	B / Rectangular	$\sqrt{3}$	2,89E-10	$-h \cdot n_s \cdot R_s (fx \cdot h \cdot n_x + 2e \Delta V_x) / (fs \cdot h \cdot n_s + 2e \Delta V_s)^2$	1,130E-33 $\Omega^2$	50
Desvio-padrão exp. da média da resolução do contador	$f_x$	0	6,29E-02 Hz	A / Normal	1	6,29E-02	$-h \cdot n_s \cdot R_s (fx \cdot h \cdot n_x + 2e \Delta V_x) / (fs \cdot h \cdot n_s + 2e \Delta V_s)^2$	5,366E-17 $\Omega^2$	3
leitura da frequência	$\Delta I R_x$	1,5E-04	8,40E-04 $\Omega$	B / Rectangular	$\sqrt{3}$	4,85E-04	-1	2,352E-07 $\Omega^2$	50
Estabilidade térmica $R_s$	$K_x = (n_x \cdot h) / 2e$	4,19372E-12	-	-	-	-	-	-	-
Constante	$K_H = (n_H \cdot h) / 2e$	5,41089E-12	-	-	-	-	-	-	-
Constante									
								$V_{eff} =$	81,3
								Incerteza-padrão combinada, $U_c(y) =$	$5,6E-04 \Omega$
									$5,6E-02 \mu\Omega/\Omega$

Tabela 5.9 – Balanço de incerteza relativo à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$ , considerando o potenciômetro de Josephson e tendo como referência a resistência de Hall quantificada ( $i = 2$ )

	$y (\Omega)$	$\pm u (\Omega)$	
	9999,98995	0,00056	
Probabilidade associada	Intervalo de incerteza	Limite inferior	Limite superior
68%	$Y \pm u$	9999,98939	9999,99051
95%	$Y \pm 1,96 \cdot u$	9999,98885	9999,99105
99%	$Y \pm 2,68 \cdot u$	9999,98844	9999,99146

Tabela 5.10 – Intervalos de confiança considerando a incerteza associada ao potenciômetro de Josephson, determinada pela metodologia GUM.

Grandeza $X_i$	Estimativa $x_i$	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Tipo de avaliação (A ou B) / Distribuição Probabilidade	Coef. de sensib. ( $c_i$ )	Contribuição incerteza $u(x_i)$	Componente quadrático $(c_i \cdot u(x_i))^2$	Nº de graus de liberdade ( $\nu_i$ )	
$R_s$	Incerteza calibração + deriva	$u(R_s + \Delta R_s)$	$\Omega$	B / rectangular	$\frac{\Delta V_x + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}$	$u(R_s + \Delta R_s) / \sqrt{3}$	$\left( \frac{u(R_s + \Delta R_s)}{\sqrt{3}} \right)^2 \left( \frac{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}} \right)^2 \Omega^2$	50
$R_s$	Estabilidade térmica $R_s$	$u(R_s + \Delta R_s)$	$\Omega$	B / rectangular	$\frac{\Delta V_x + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}$	$u(R_s + \Delta R_s) / \sqrt{3}$	$\left( \frac{u(R_s + \Delta R_s)}{\sqrt{3}} \right)^2 \left( \frac{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}} \right)^2 \Omega^2$	50
$\Delta V_s$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na medição de $V_s$ e à irreversibilidade do comutador	$u(\Delta V_s)$	V	B / rectangular	$\frac{R_s \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)}{\left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2}$	$\Omega V$	$\frac{u(\Delta V_s)}{\sqrt{3}} \left( \frac{u(\Delta V_s)}{\sqrt{3}} \right)^2 \left( \frac{R_s \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)}{\left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \right)^2 \Omega^2$	50
$\Delta V_s$	Desvio-padrão exp. da média	$u(\Delta V_s)$	V	A / normal	$\frac{R_s \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)}{\left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2}$	$\Omega V$	$u(\Delta V_s) \left( \frac{R_s \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)}{\left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \right)^2 \Omega^2$	n-1
$f_s$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	$u(f_s)$	Hz	B / rectangular	$\frac{h \cdot n_s \cdot R_s \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2}$	$\Omega \text{Hz}$	$\frac{u(f_s)}{\sqrt{3}} \left( \frac{h \cdot n_s \cdot R_s \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \right)^2 \Omega^2$	50
$f_s$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	$u(f_s)$	Hz	A / normal	$\frac{h \cdot n_s \cdot R_s \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2}$	$\Omega \text{Hz}$	$u(f_s) \left( \frac{h \cdot n_s \cdot R_s \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \right)^2 \Omega^2$	n-1
$\Delta V_x$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na medição de $V_x$ e à irreversibilidade do comutador	$u(\Delta V_x)$	V	B / rectangular	$\frac{R_s}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}$	$\Omega V$	$\frac{u(\Delta V_x)}{\sqrt{3}} \left( \frac{R_s}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}} \right)^2 \Omega^2$	50
$\Delta V_x$	Desvio-padrão exp. da média	$u(\Delta V_x)$	V	A / normal	$\frac{R_s}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}}$	$\Omega V$	$u(\Delta V_x) \left( \frac{R_s}{\Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e}} \right)^2 \Omega^2$	n-1
$f_x$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	$u(f_x)$	Hz	B / rectangular	$\frac{h \cdot n_s \cdot R_s}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2}$	$\Omega \text{Hz}$	$\frac{u(f_x)}{\sqrt{3}} \left( \frac{h \cdot n_s \cdot R_s}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \right)^2 \Omega^2$	50
$f_x$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	$u(f_x)$	Hz	A / normal	$\frac{h \cdot n_s \cdot R_s}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2}$	$\Omega \text{Hz}$	$u(f_x) \left( \frac{h \cdot n_s \cdot R_s}{2e \cdot \left( \Delta V_s + \frac{f_s \cdot h \cdot n_s}{2e} \right)^2} \right)^2 \Omega^2$	n-1
$R_x$	Estabilidade térmica $R_x$	$u(\Delta R_x)$	$\Omega$	B / rectangular	-1	$u(\Delta R_x) / \sqrt{3}$	$\left( \frac{u(\Delta R_x)}{\sqrt{3}} \right)^2 \Omega^2$	50

Incerteza-padrão combinada:  $u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n c_i^2 u^2(x_i)} \Omega$   
 $(u(y)/R_x) \cdot 10^6 \mu\Omega/\Omega$

$$\nu_{ef} = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4(y)}{\nu_i}}$$

Tabela 5.11 – Pertinente ao balanço de incerteza para a calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$  através do método potenciométrico de Josephson e considerando como referência  $R_s$  um padrão convencional.

### 5.5.3. Balanço de Incerteza de Medição Considerando a Metodologia MMC

A aplicação da metodologia de simulação numérica de Monte Carlo foi efectuada de acordo com o modelo matemático apresentado pela expressão (5.15) e considerando as respectivas grandezas de entrada, estimativas, FDP e intervalos associados, de acordo com os elementos necessários para a simulação, apresentados na Tabela 5.12, e com um número de simulações (ou sequências) igual a  $10^6$ .

Grandeza de entrada ( $X_i$ )	Símbolo	Estimativa ( $x_i$ )	FDP	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Limites de variação	
					a	b -a
Incerteza associada à quantificação do patamar ( $i=2$ )	$R_H$	1,290640350E+04	B / Normal	3,917093E-04		
Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_H$ e à irreversibilidade do comutador	$\delta V_H$	7,7424E-05	B / Rectangular	4,475872E-11	7,742398E-05	4,475872E-11
Desvio-padrão exp. da média	$\delta V_H$	-	A / Normal	3,070000E-09	-	-
Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	$f_H$	7,3850E+10	B / Rectangular	2,886764E-10	7,385000E+10	2,886764E-10
Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	$f_H$	-	A / Normal	7,870000E-02	-	-
Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_x$ e à irreversibilidade do comutador	$\delta V_x$	-3,7209E-05	B / Rectangular	-2,151048E-11	-3,720899E-05	-2,151048E-11
Desvio-padrão exp. da média	$\delta V_x$	-	A / Normal	3,680000E-09	-	-
Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	$f_x$	7,3850E+10	B / Rectangular	2,886764E-10	7,385000E+10	2,886764E-10
Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	$f_x$	-	A / normal	6,290000E-02	-	-
Estabilidade térmica $R_x$	$\delta R_x$	1,4580E-04	B / Rectangular	4,849742E-04	-9,668711E-05	4,849742E-04
Constante	$K_x$	4,1937E-12	-	-	-	-
Constante	$K_H$	5,4109E-12	-	-	-	-

Tabela 5.12 – Elementos considerados para efectuar a simulação numérica de Monte de Carlo, relativa à calibração de uma resistência-padrão de 10 k $\Omega$  através do método potenciométrico de Josephson e tendo como referência a RHQ.

A Figura 5.8 apresenta o histograma de sequência de valores correspondente à grandeza de entrada  $R_H$ , com distribuição de probabilidade normal e tendo como valor médio 12 906,403 5  $\Omega$  e desvio-padrão experimental  $3,917 1 \cdot 10^{-4} \Omega$ . A

Figura 5.9 apresenta o histograma relativo à grandeza  $R_x$  com distribuição de probabilidade rectangular, valor médio  $1,458 0 \cdot 10^{-4} \Omega$  e limites de variação  $\pm 4,849 7 \cdot 10^{-4} \Omega$ .

A partir da simulação efectuada foram obtidos os valores apresentados na Tabela 5.13 para a grandeza  $R_x$ , com distribuição de probabilidade normal, tal como se observa na Figura 5.10.

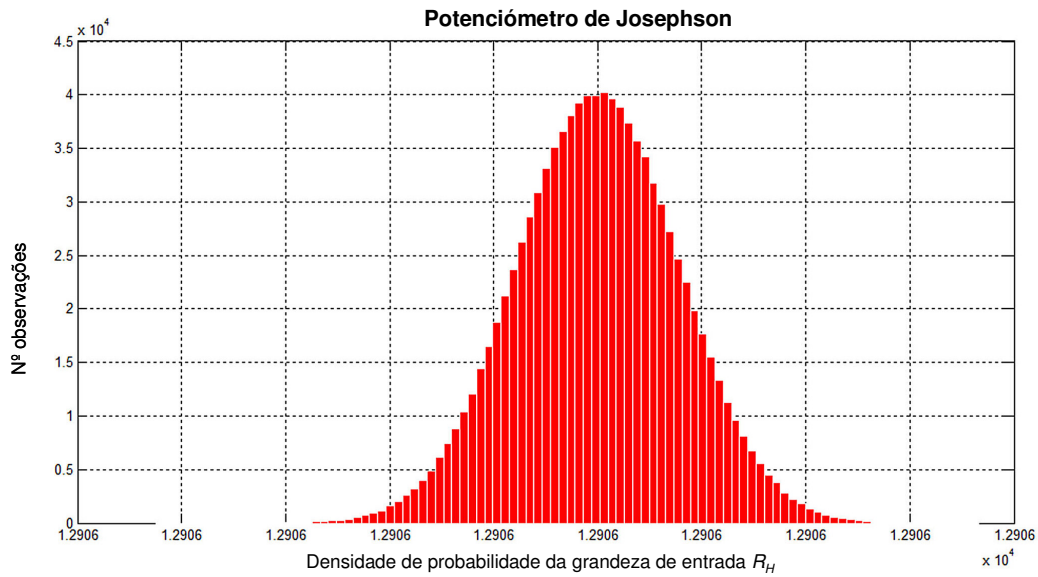


Figura 5.8 – Densidade de probabilidade da grandeza de entrada  $R_H$  associada à especificação do potenciómetro de Josephson.

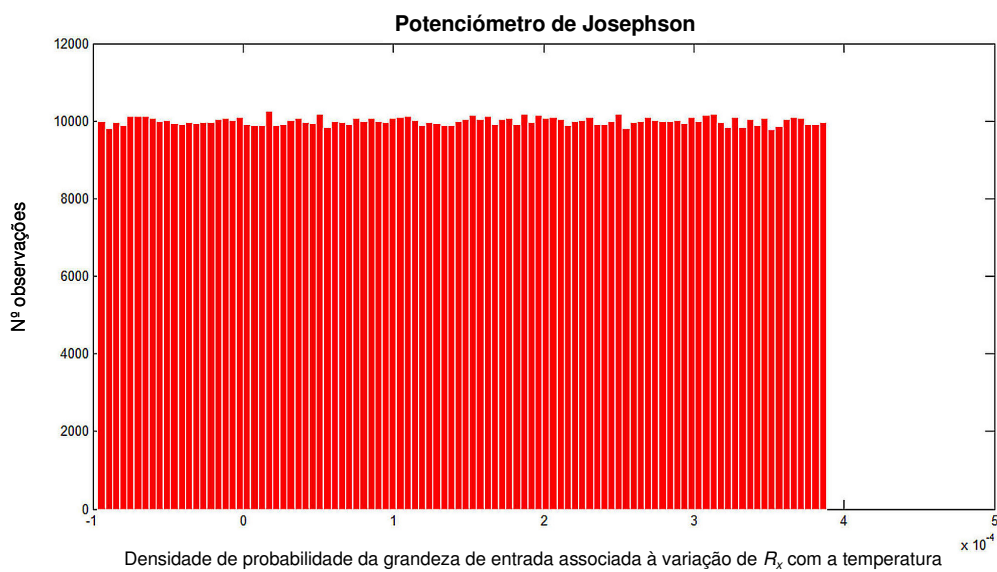


Figura 5.9 – Densidade de probabilidade associada à estabilidade térmica da grandeza de saída  $R_x$

$M$	$y (\Omega)$	$\pm u (\Omega)$
1,0E+06	9999,98995	3,6E-04

Probabilidade associada	$u_{\text{probabilidade}}$	Intervalo de incerteza	Limite inferior	Limite superior
68%	3,6E-04	$Y \pm u$	9999,98959	9999,99031
95%	7,1E-04	$Y \pm 1,96*u$	9999,98924	9999,99066
99%	8,4E-04	$Y \pm 2,68*u$	9999,98899	9999,99092

Tabela 5.13 – Resultados obtidos a partir da simulação numérica de Monte Carlo correspondente ao Potenciômetro de Josephson.

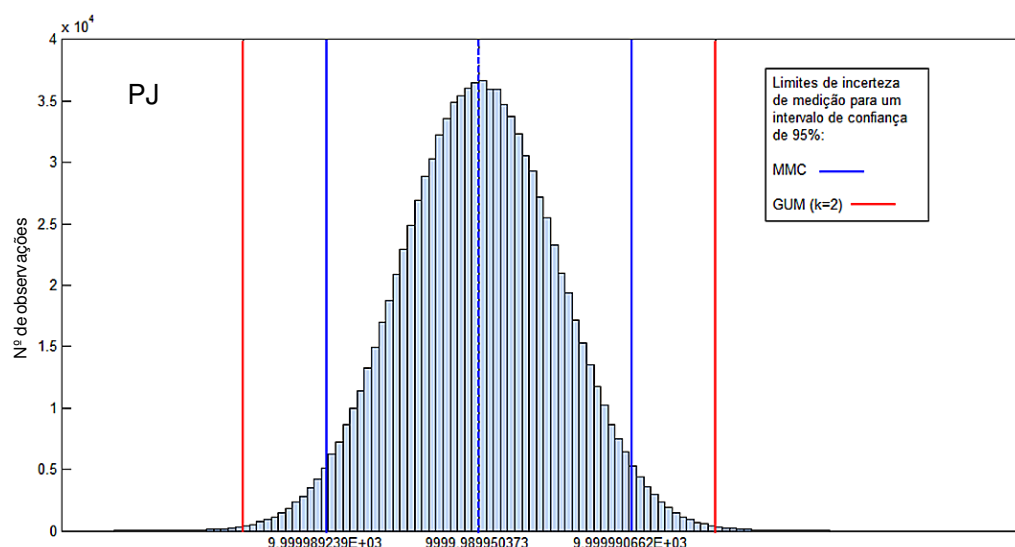


Figura 5.10 – Densidade de probabilidade associada à grandeza de saída  $R_x$  considerando o potenciômetro de Josephson.

#### 5.5.4. Comparação de Resultados

Na Tabela 5.14 é efectuada uma comparação entre os valores obtidos para a grandeza de saída  $R_x$ , bem como para a respectiva incerteza associada e limites determinados para cada intervalo de medição, exemplificados na Figura 5.11. Estes resultados evidenciam uma excelente concordância, tendo-se obtido uma diferença relativa de  $-1,3 \cdot 10^{-11}$  para o valor de  $R_x$  considerando as metodologias GUM e MMC, a qual não tem qualquer significado face à exactidão da medição experimental, bem como da respectiva incerteza associada (da ordem de algumas partes em  $10^8$ ). A obtenção de um valor de incerteza superior ( $\approx 40\%$ ) quando se utiliza a metodologia GUM, permite validar a sua aplicação relativamente ao método de medida considerado, possibilitando a sua utilização com um grau de confiança que se considera desejável face à aplicação envolvida.

<i>M</i>	MMC		GUM		
	<i>y</i> ( $\Omega$ )	$\pm u$ ( $\Omega$ )	<i>y</i> ( $\Omega$ )	$\pm u$ ( $\Omega$ )	
1,0E+06	9999,98995	3,6E-04	9999,98995	5,6E-04	
Probabilidade associada	<i>u</i> probabilidade	Limites	<i>u</i> probabilidade	Limites	$(u_{GUM} - u_{MMC}) / u_{GUM}$ (%)
68%	3,6E-04	9999,98959 9999,99031	5,6E-04	9999,98939 9999,99051	36
95%	7,1E-04	9999,98924 9999,99066	1,1E-03	9999,98885 9999,99105	35
99%	8,4E-04	9999,98899 9999,99092	1,5E-03	9999,98844 9999,99146	44

Tabela 5.14 – Comparação entre os limites associados a cada probabilidade, considerando as metodologias MMC e GUM para a determinação do valor médio e incerteza de uma resistência-padrão através do potenciômetro de Josephson, tendo como referência o valor quantificado de uma amostra de Hall.

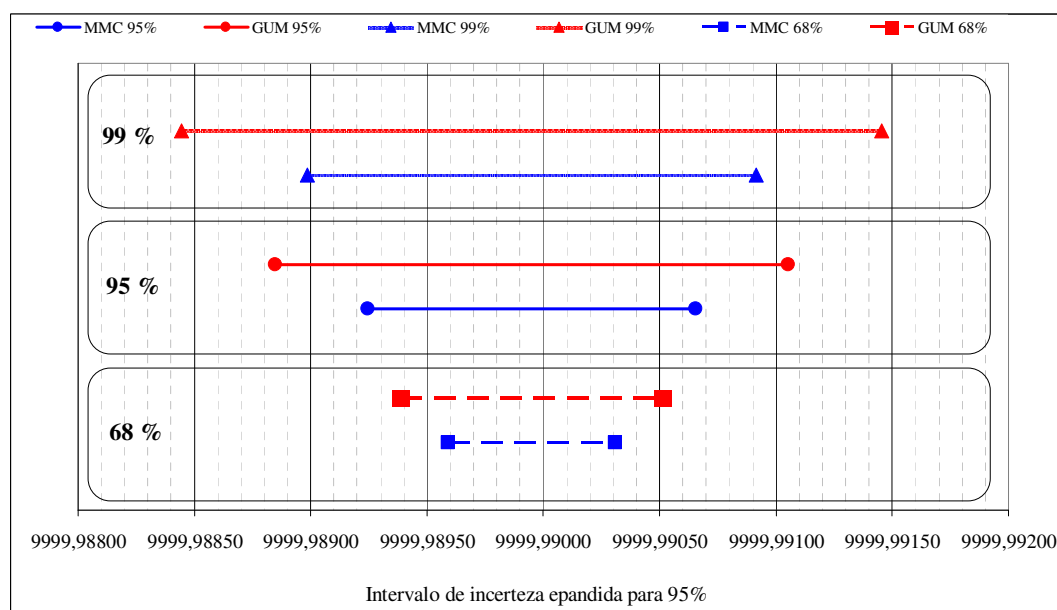


Figura 5.11 – Intervalos de incerteza de medição considerando 68% 95% e 99% de probabilidade, para o MMC e o GUM.

## 5.6. Conclusões

Uma das vantagens associadas aos resultados disponibilizados pelo MMC é a possibilidade de se aceder quer aos limites do intervalo de incerteza quer à configuração da função densidade de probabilidade associada à grandeza de saída.



A análise comparativa das metodologias associadas ao GUM e ao MMC tem aqui como objectivo a validação da primeira abordagem, a qual é utilizada no capítulo 6, nomeadamente, no contexto da realização da unidade eléctrica de resistência DC.

Considerando os valores obtidos para a avaliação de incertezas de medição, relativas aos três métodos de calibração de resistências-padrão considerados, conclui-se que:

- Os valores de incerteza associados a cada caso foram obtidos tendo por base os mesmos modelos matemáticos, tendo sido efectuada uma caracterização idêntica para cada uma das grandezas de entrada;
- Os valores associados à grandeza de saída obtidos através das metodologias GUM e MMC evidenciam uma excelente concordância, tendo-se obtido uma diferença relativa máxima de  $-1,78 \cdot 10^{-9}$ , a qual não tem qualquer significado face à exactidão da medição experimental, bem como da respectiva incerteza associada (da ordem de algumas partes em  $10^8$ );
- A obtenção de um valor de incerteza superior quando se utiliza a metodologia GUM, permite validar a sua aplicação relativamente ao método de medida considerado, possibilitando a sua utilização com um grau de confiança que se considera desejável face às aplicações envolvidas;
- Esta tendência permite validar por excesso os valores dos respectivos intervalos de confiança obtidos pelo método GUM;
- Os resultados obtidos permitem também evidenciar a adequabilidade da linguagem de programação utilizada (MATLAB).

A simulação numérica de Monte Carlo constitui uma ferramenta prática e vantajosa, especialmente, para modelos matemáticos de elevada complexidade, dado não ser necessária a determinação dos respectivos coeficientes de sensibilidade. Esta abordagem possibilita ainda a obtenção de uma descrição funcional associada à estimativa da grandeza de saída, dada pela sua função de densidade de probabilidade, bem como os respectivos intervalos de probabilidade.



## 6. Análise e Discussão de Resultados Experimentais

### 6.1. Introdução

Este capítulo apresenta os resultados experimentais relativos às medições metrológicas efectuadas com os sistemas experimentais e os módulos aplicativos descritos no capítulo 4.

A caracterização e a selecção de amostras de Hall foi efectuada considerando os critérios sugeridos por Delahaye e Jeckelmann [8] e tendo como objectivo a obtenção de uma resistência quantificada de Hall cujas características permitissem a sua utilização como padrão quântico de referência de resistência DC e a calibração de padrões convencionais com incertezas da ordem de algumas partes em  $10^8$ . Foram utilizadas heteroestruturas de GaAs/AlGaAs obtidas no âmbito de um projecto EURAMET, distribuídas pelo LCIE (fabricadas pelo LEP - Laboratoires d'Electronique Philips) e pelo DFM. Estas heteroestruturas, preparadas por deposição gasosa de materiais organometálicos, possuem contactos de AuGe/Ni e dimensões aproximadas de  $(8 \times 8 \times 0,64)$  mm. Algumas destas amostras possuem uma camada protectora de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  com o objectivo de retardar os efeitos de envelhecimento dos respectivos contactos, entre o circuito e a base da amostra (de alumina), e entre a amostra e o porta-amostras. Os valores da mobilidade e da densidade de portadores para as amostras provenientes do LCIE são, respectivamente, de  $\mu \cong 30 \text{ m}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  e  $n_s \cong 5,3 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ , e para as amostras provenientes do DFM de  $\mu \cong 40 \text{ m}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  e  $n_s \cong 5,8 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ .

Após a realização prévia de alguns testes e de uma caracterização a este grupo de amostras, foi seleccionada a amostra que revelava melhores condições de quantificação e estabilidade do patamar  $i = 2$ . Na secção 6.2. são apresentados os estudos relativos à sua caracterização, tais como a localização dos patamares em função da intensidade de campo magnético, bem como as suas condições de quantificação, estabilidade e dependência com a temperatura e a corrente.

Na secção 6.3 são apresentados os resultados da calibração de resistências-padrão através da comparação potenciométrica com valores de resistência de Hall quantificados, bem como da comparação potenciométrica de dois padrões convencionais. Tendo como objectivo a validação dos resultados obtidos por comparação potenciométrica de Josephson, foi ainda efectuada a medição da razão de resistências recorrendo a dois

comparadores automáticos de corrente contínua e a um multímetro digital de elevada resolução, numa configuração potenciométrica clássica.

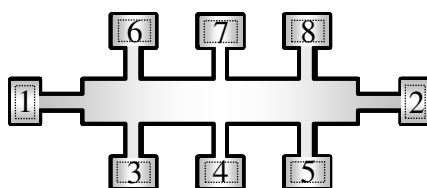
As incertezas apresentadas foram determinadas com base na metodologia GUM apresentada no capítulo 5.

## 6.2. Caracterização de Amostras de Hall

Foi efectuada a caracterização completa de uma amostra não protegida<sup>1</sup>, fabricada pelo LEP e distribuída pelo LCIE, designada por LCIE-NP1.

Foram considerados apenas os valores das resistências quantificadas correspondentes aos patamares  $i = 2$  e  $i = 4$  (respectivamente  $R_H = 12\,906,403\,5\ \Omega$  e  $6\,453,202\ \Omega$ ), devido às suas características de melhor quantificação, exactidão e estabilidade, sendo também os mais utilizados em medições metrológicas. No entanto e tendo como objectivo principal a utilização como resistência quântica de referência para a calibração de resistências-padrão convencionais de valor nominal  $10\ \text{k}\Omega$  foi dada especial relevância à caracterização do patamar  $i = 2$  devido à proximidade de valores óhmicos.

Na Figura 6.1 são esquematicamente apresentados os contactos da amostra utilizados para a passagem da corrente eléctrica e para a medição das tensões de Hall,  $V_H$ , e longitudinal,  $V_{xx}$ .



$$I : 1 - 2 \quad V_H : 4 - 7 \quad V_{xx} : 3 - 5$$

Figura 6.1 – Contactos da amostra de Hall utilizados para a passagem da corrente eléctrica e a medição das tensões de Hall,  $V_H$ , e longitudinal,  $V_{xx}$ .

---

<sup>1</sup> Algumas amostras de Hall, designadas *amostras protegidas*, possuem uma camada protectora de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  com o objectivo de evitar efeitos de envelhecimento dos respectivos contactos.

### 6.2.1. Resistência de Contactos

Contactos deficientes, caracterizados por uma elevada resistência, entre a amostra e o sistema de medida, causados por defeitos estruturais ou de metalização do próprio contacto, constituem uma das limitações à obtenção de medidas de elevada exactidão, cujos efeitos incluem as seguintes características:

- deficientes contactos de corrente induzem ruído na corrente de medição, apesar da fonte utilizada possuir um valor de impedância interna relativamente elevado face a  $R_H$ ;
- deficientes contactos de potencial podem eles próprios gerar excessivo ruído de tensão quando ligados a um nanovoltímetro;
- mesmo para níveis de ruído de tensão considerados aceitáveis, contactos de potencial imperfeitos podem gerar tensões de zero dependentes da polaridade da corrente, originando erros sistemáticos na medição da RHQ;
- o efeito combinado de contactos de corrente e de potencial imperfeitos, para valores de resistências de contactos, por exemplo, da ordem de  $1\text{ k}\Omega$  [136], provoca a quantificação imperfeita da RHQ até valores máximos da ordem de  $10^{-6}$ .

O valor da resistência de contacto, além de se deteriorar com o tempo, depende do material da amostra, do material e da espessura do próprio contacto, bem como do valor de corrente utilizado [137]. Se uma amostra permanecer a temperaturas criogénicas durante alguns dias ou se o valor de corrente utilizado for tal que o fluxo deixa de ser não dissipativo pode também verificar-se a deterioração dos seus contactos. Nestes dois casos é possível restaurar as suas características iniciais *reciclando* a amostra para a temperatura ambiente.

Foi efectuada a medição da resistência de dois pares contactos, de acordo com o diagrama esquemático da Figura 3.14, um de corrente e outro de tensão tendo-se obtido os valores apresentados na Tabela 6.1, relativamente aos quais se pode considerar esta amostra apropriada para a utilização como padrão de resistência quântica (resistência de contactos inferiores a  $100\ \Omega$  para  $i = 2$ , tal como referido em 3.2.3.5).

Amostra LCIE - NP1	
$R_c I (\Omega)$	$R_c V (\Omega)$
3,45	3,53

Tabela 6.1 – Valores de resistência de um contacto de corrente ( $R_c I$ ) e de potencial ( $R_c V$ ).

### 6.2.2. Condições de Quantificação

A grandeza a medir  $R_{x/y}$  é considerada como sendo a resistividade de Hall  $\rho_{xy}$  no patamar de um 2DEG num estado não dissipativo, ou seja, quando  $\rho_{xx} = 0$ .

Na Figura 6.2 encontra-se representado o comportamento de  $R_{xx}$  e  $R_H$  em função da intensidade do campo magnético, considerando  $I = 32 \mu A$  e  $T = 1,40 K$ . De acordo com as condições experimentais, os patamares  $i = 4$  e  $i = 2$  foram localizados, respectivamente, para os valores médios de campo magnético de 5,1 T e 10,54 T.

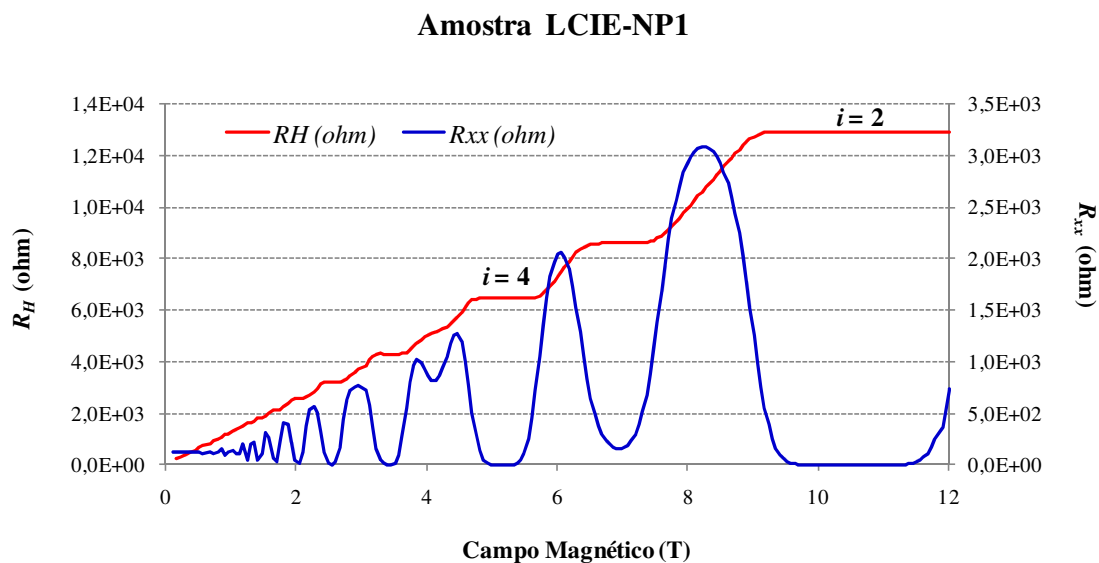


Figura 6.2 – Amostra LCIE-NP1: característica de  $R_H$  e  $R_{xx}$  em função do campo magnético, considerando  $T = 1,40 K$  e  $I = 32 \mu A$ .

### 6.2.2.1. Exactidão e Estabilidade dos Patamares 2 e 4

Na Figura 6.3 encontra-se representado o patamar  $i = 2$ , obtido com  $I = 32 \mu\text{A}$  e  $T = 1,37 \text{ K}$ . Considerando o intervalo de campo magnético  $10,0 \text{ T} < B < 11,1 \text{ T}$ , foi obtido um valor médio de  $R_H$  igual a  $12\,906,403\,46 \Omega$  e um desvio-padrão experimental da média de  $8,8 \cdot 10^{-8}$ .

O desvio relativamente ao valor quantificado para o patamar  $i = 2$  ( $12\,906,403\,50 \Omega$ ) é igual a  $-2,7 \text{ n}\Omega/\Omega$ , o que reflecte a exactidão da quantificação associada ao patamar e em particular do sistema de medida utilizado.

A Figura 6.4 representa a estabilidade do patamar  $i = 2$ , sendo  $T = 1,62 \text{ K}$  e  $I = 32 \mu\text{A}$  e considerando um intervalo de tempo de 10 minutos, valor típico necessário para a medição de uma resistência-padrão.

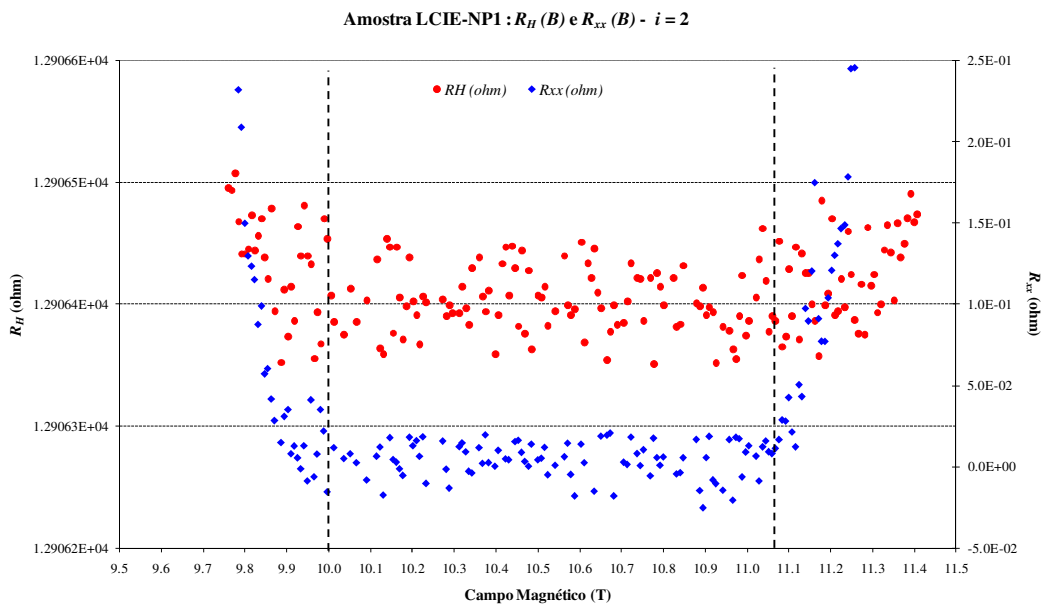


Figura 6.3 – Amostra LCIE-NP1:  $R_H$  e  $R_{xx}$  em função do campo magnético, considerando  $T = 1,37 \text{ K}$  e  $I = 32 \mu\text{A}$ .

Embora o valor médio de  $R_H$ , igual a  $12\,906,464 \Omega$ , apresente um desvio relativo de  $4,7 \cdot 10^{-6}$ , revelando uma quantificação mais imperfeita devido à elevada temperatura ( $1,62 \text{ K}$ ) a que este ensaio foi efectuada, a estabilidade obtida para  $R_H$  foi de  $6,07 \cdot 10^{-8}$ .

Amostra LCIE-NP1: Estabilidade de  $R_H$  para  $i = 2$ ,  $I = 32 \text{ mA}$  e  $t = 1,6 \text{ K}$

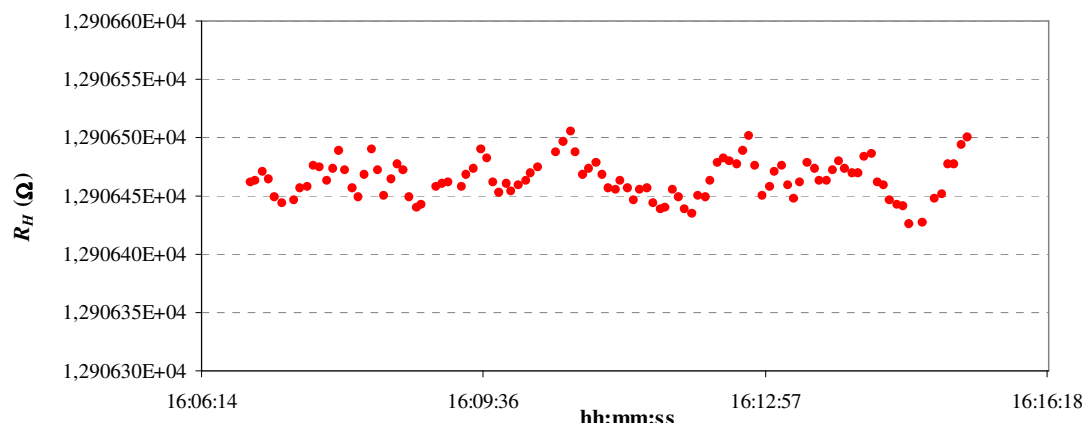


Figura 6.4 – Amostra LCIE-NP1: estabilidade de  $R_H$  no patamar  $i = 2$ , considerando  $T = 1,62 \text{ K}$  e  $I = 32 \text{ μA}$ .

A Figura 6.5 representa o patamar  $i = 4$ , obtido com  $I = 32 \text{ μA}$  e  $T = 1,55 \text{ K}$ . Considerando o intervalo de campo magnético magnético  $5,12 \text{ T} < B < 5,31 \text{ T}$ , foi obtido um valor médio de  $R_H$  igual a  $6\,453,241\,8 \text{ Ω}$  e um desvio-padrão experimental da média de  $5,2 \cdot 10^{-8}$ .

O desvio relativamente ao valor quantificado para o patamar  $i = 4$  ( $R_K/4 = 6\,453,201\,75 \text{ Ω}$ ) é igual a  $6,2 \text{ μΩ/Ω}$ .

O facto de o patamar  $i = 4$  apresentar uma quantificação mais deficiente do que a observada para  $i = 2$ , poderá também ser explicado dado que durante este teste não foi possível manter a temperatura a um nível inferior a  $1,4 \text{ K}$ , essencial para a obtenção de valores de quantificação e de exactidão da ordem de  $10^{-8}$ . A existência de uma pequena *bossa* no início do patamar é atribuída à ausência de homogeneidade e impurezas da amostra.



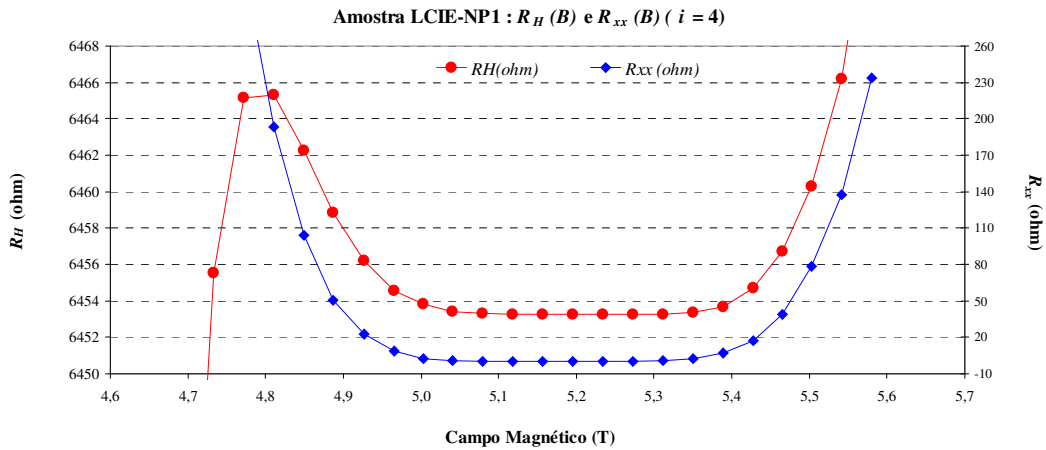


Figura 6.5 – Amostra LCIE-NP1:  $R_H$  e  $R_{xx}$  em função do campo magnético, no patamar  $i = 4$  considerando  $T = 1,55$  K e  $I = 32 \mu\text{A}$ .

#### 6.2.2.2. Avaliação da Resistividade Longitudinal Residual

O valor de  $R_H$  correspondente ao centro do patamar é determinado para o valor de campo magnético correspondente à condição de ausência de dissipação, ou seja, para o valor mínimo de  $R_{xx}$  dentro do limite de resolução do nanovoltímetro usado. Esta condição é avaliada medindo a tensão longitudinal  $V_{xx}$ , entre quaisquer dois contactos colocados no mesmo lado da amostra, variando a intensidade de campo magnético no intervalo correspondente ao patamar e utilizando o mesmo valor de corrente do que para as medições da RQH.

O valor mínimo da resistividade longitudinal  $\rho_{xx}^{min}$ , correspondente a  $V_{xx}^{min}$  é dado por:

$$\rho_{xx}^{min} = \frac{V_{xx}^{min}}{I} \cdot \frac{w}{l} \quad (6.1)$$

sendo:  $w$  – largura da amostra;

$l$  – distância entre os contactos de  $V_{xx}$ .

A equação (6.1) permite calcular um valor aproximado de  $\rho_{xx}^{min}$  devido a possíveis heterogeneidades da amostra e dado que  $w$  e  $l$  não são definidos com elevada exactidão.

São consideradas amostras de *boa qualidade* as correspondentes a valores de  $\rho_{xx}^{min} \approx 0,3 \text{ m}\Omega$  ( $i = 2$ ) e  $\rho_{xx}^{min} \approx 10 \text{ m}\Omega$  ( $i = 4$ ).

De acordo com a Figura 6.3 e considerando o intervalo de campo magnético  $10,0 \text{ T} < B < 11,07 \text{ T}$ , o valor médio da tensão longitudinal é igual a  $5,05 \cdot 10^{-8} \text{ V}$ . Para a amostra utilizada  $\frac{w}{l} = \frac{1}{4}$  e sendo  $I = 32 \mu\text{A}$ , da equação (6.1), obtém-se:

$$\rho_{xx}^{min} = \frac{5,05 \cdot 10^{-8}}{32 \cdot 10^{-6}} \cdot \frac{1}{4} = 0,39 \text{ m}\Omega \quad (6.2)$$

valor que permite considerar a amostra apropriada para a realização de medições de elevada exactidão.

### 6.2.2.3. Dependência da Temperatura

Um dos testes para a caracterização de uma amostra consiste na variação da temperatura mantendo constantes a corrente e o campo magnético. Idealmente, o valor de  $R_H$  num patamar deve manter-se inalterado, dentro do limite de resolução de equipamento de medição, ao longo de um intervalo de temperatura com início no valor mínimo obtido com o sistema criogénico usado.

No entanto, o aumento da temperatura provoca o aumento do valor de  $R_{xx}$  e o afastamento das condições de quantificação, traduzido numa variação de  $R_H$  relativamente ao respectivo valor quantificado. Num intervalo limitado de temperatura, o comportamento de  $R_H(T)$  é descrito através da seguinte expressão:

$$\Delta R_H(T) = R_H(T) - R_H(0) = s \rho_{xx}(T) \quad (6.3)$$

sendo:  $s$  – constante que depende das características da amostra, assumindo habitualmente valores entre -0,1 e -1;

$R_H(0)$  – valor de  $R_H/i$ ;

$R_H(T)$  – valor da resistência de Hall à temperatura  $T$ .

A Tabela 6.2 inclui parcialmente (por questão de simplificação) os valores de  $R_H$  em função da temperatura (Figura 6.6), de  $\rho_{xx}(T)$  e de  $\Delta R_H(T)$ , para  $B = 10,6$  T e  $I = 32$   $\mu$ A. Na Figura 6.7 são graficamente representados os valores  $\Delta R_H(t)$  em função de  $\rho_{xx}(T)$ .

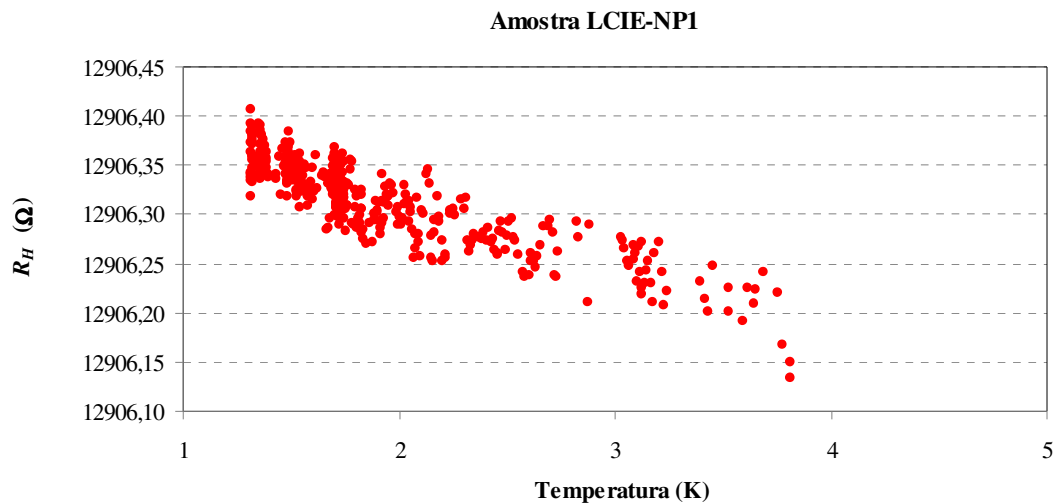


Figura 6.6 – Amostra LCIE-NP1:  $R_H$  em função da temperatura, no patamar  $i = 2$  e considerando  $B = 10,6$  T e  $I = 32$   $\mu$ A.

Tal como se observa na Tabela 6.2, o valor de  $R_H$  mantém-se constante (desvio-padrão experimental da média de  $\pm 2,4 \cdot 10^{-8}$ ), dentro do limite da resolução experimental existente, para o intervalo de temperatura entre 1,32 K e 1,55 K. À medida que a temperatura aumenta observa-se também uma maior variação de  $R_H$ .

Temp. (K)	$R_H$ (t) ( $\Omega$ )	$\rho_{xx} = R_{xx} * (w/l)$ ( $\Omega$ )	$\Delta R_H = R_H$ (t) - $R_K / i$ ( $\Omega$ )
4,08	12906,230	3,13E-03	-0,173
3,82	12906,140	3,76E-03	-0,263
3,76	12906,167	3,72E-03	-0,236
3,65	12906,238	2,89E-03	-0,165
3,55	12906,192	5,12E-03	-0,212
3,44	12906,248	2,69E-03	-0,155
3,35	12906,252	2,51E-03	-0,151
3,24	12906,251	4,02E-03	-0,153
3,14	12906,246	3,54E-03	-0,157
3,06	12906,257	1,26E-03	-0,146
2,87	12906,299	3,85E-03	-0,105
2,72	12906,282	3,92E-03	-0,122
2,62	12906,259	2,90E-03	-0,145
2,57	12906,236	6,42E-03	-0,167
2,50	12906,281	2,79E-03	-0,122
2,41	12906,271	2,70E-03	-0,133
2,31	12906,288	2,07E-03	-0,115
2,23	12906,288	3,52E-03	-0,115
2,19	12906,282	2,96E-03	-0,122
2,10	12906,297	4,38E-03	-0,107
2,03	12906,305	5,62E-03	-0,098
1,94	12906,309	5,08E-03	-0,095
1,88	12906,295	4,65E-03	-0,108
1,82	12906,295	1,82E-03	-0,108
1,78	12906,324	1,01E-03	-0,080
1,75	12906,312	4,58E-03	-0,091
1,73	12906,320	4,33E-03	-0,083
1,72	12906,323	3,49E-03	-0,081
1,71	12906,326	4,19E-03	-0,078
1,70	12906,338	3,32E-03	-0,066
1,68	12906,325	3,36E-03	-0,079
1,65	12906,350	5,84E-03	-0,053
1,62	12906,348	2,93E-03	-0,056
1,61	12906,326	3,47E-03	-0,077
1,58	12906,335	4,03E-03	-0,068
1,55	12906,353	6,70E-03	-0,051
1,53	12906,356	4,31E-03	-0,047
1,50	12906,353	2,51E-03	-0,050
1,48	12906,356	3,14E-03	-0,048
1,47	12906,356	4,00E-03	-0,048
1,46	12906,354	2,19E-03	-0,049
1,38	12906,359	9,43E-04	-0,045
1,36	12906,357	5,11E-04	-0,047
1,32	12906,357	1,28E-04	-0,046

Tabela 6.2 – Valores de  $R_H$ ,  $\rho_{xx}$  e de  $\Delta R_H$  correspondentes ao patamar  $i = 2$ .

### Amostra LCIE-NP1

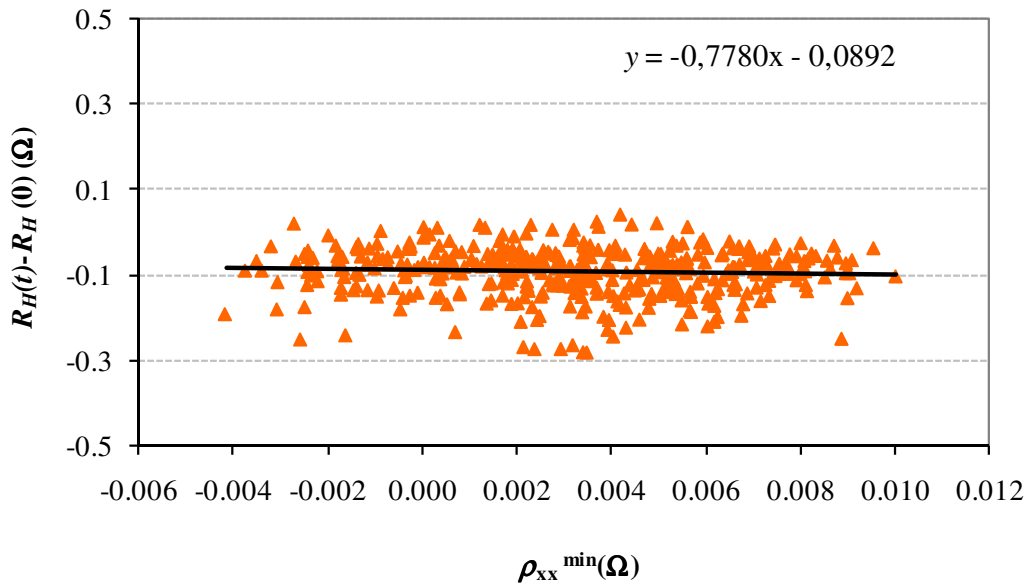


Figura 6.7 – Amostra LCIE-NP1:  $\Delta R_H$  em função de  $\rho_{xx}$  ( $R_{xx} \cdot w/l$ ) no patamar  $i = 2$ .

O valor de  $s$  obtido, dado pelo declive da recta da Figura 6.7, igual a  $-0,778$ , encontra-se dentro do intervalo teoricamente previsto.

O erro relativo associado à determinação da resistência quântica de Hall para o patamar  $i = 2$  e considerado o valor mínimo da resistividade é dado por:

$$\Delta R_H = s \rho_{xx}^{min} = 0,778 \cdot 0,39 \cdot 10^{-3} = 3,03 \cdot 10^{-4} \Omega$$

ou seja,

$$\frac{\Delta R_H}{R_H} = \frac{3,03 \cdot 10^{-4} \Omega}{12906,404 \Omega} = 2,3 \cdot 10^{-8}$$

valor este que reflecte a exactidão associada ao sistema experimental implementado.

#### 6.2.2.4. Dependência da Corrente

A variabilidade dos valores de  $R_H$  com alterações significativas no valor de corrente que percorre a amostra pode revelar uma quantificação imperfeita, sendo também um

meio de detecção de correntes de fuga. A relação de dependência entre  $R_H$  e  $R_{xx}$ , considerando os mesmos valores de corrente, deve ser linear.

O teste efectuado à amostra LCIE-NP1 considerou um intervalo de corrente nominal entre 10 e 160  $\mu\text{A}$ , mantendo fixa a temperatura, com valor médio de 1,61 K, excepto para o valor de corrente igual a 10  $\mu\text{A}$  ( $T = 1,71$  K), e um valor do campo magnético correspondente ao centro do patamar  $i = 2$ .

A Tabela 6.3 apresenta os valores de  $R_{xx}$  e de  $R_H$  obtidos com diferentes valores de corrente nominal, a Figura 6.8 representa graficamente a dependência de  $R_H$  em função de  $I$  e a Figura 6.9 a relação entre  $R_H$  e  $R_{xx}$ , considerando os mesmos valores de corrente.

Considerando a temperatura média a que o ensaio foi efectuado, a exactidão esperada para os valores medidos de  $V_{xx}$  e de  $V_H$  (tipicamente da ordem de  $10^{-7}$ ) e não considerando os valores obtidos a 10  $\mu\text{A}$ , relativamente aos quais não foi possível manter constante a temperatura durante o ensaio, conclui-se que:

- não foi observada nenhuma relação de dependência de  $R_H$  com a corrente até 40  $\mu\text{A}$ ;
- embora o valor absoluto de  $R_H$  ainda não apresentasse uma quantificação ideal devido ao elevado valor de temperatura, e desprezando os valores correspondentes a 160  $\mu\text{A}$ , foi observada uma dependência linear de  $R_H$  em função de  $R_{xx}$ .

$I$ ( $\mu\text{A}$ )	$Temp.$ (K)	$R_{xx}$ ( $\Omega$ )	$R_H$ ( $\Omega$ )
10	1,71	7,84E-02	12 898,453
25	1,61	7,31E-03	12 906,403
30	1,62	4,06E-02	12 906,404
40	1,61	-4,47E-04	12 906,412
50	1,61	2,20E-02	12 906,517
60	1,60	1,83E-02	12 906,585
64	1,60	-8,81E-04	12 906,647
82	1,60	4,28E-03	12 906,743
160	1,58	4,66E-03	12 906,983

Tabela 6.3 – Valores de  $R_H$  e de  $R_{xx}$ , considerando os mesmos valores de corrente, correspondentes ao patamar  $i = 2$ .

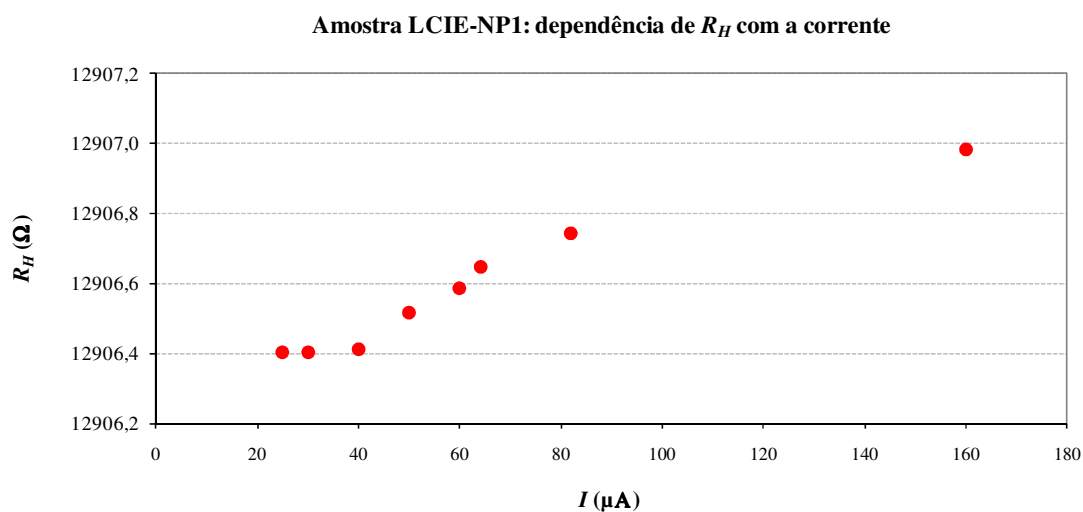


Figura 6.8 – Amostra LCIE-NP1: dependência de  $R_H$  com a corrente, mantendo fixos a temperatura e o campo magnético.

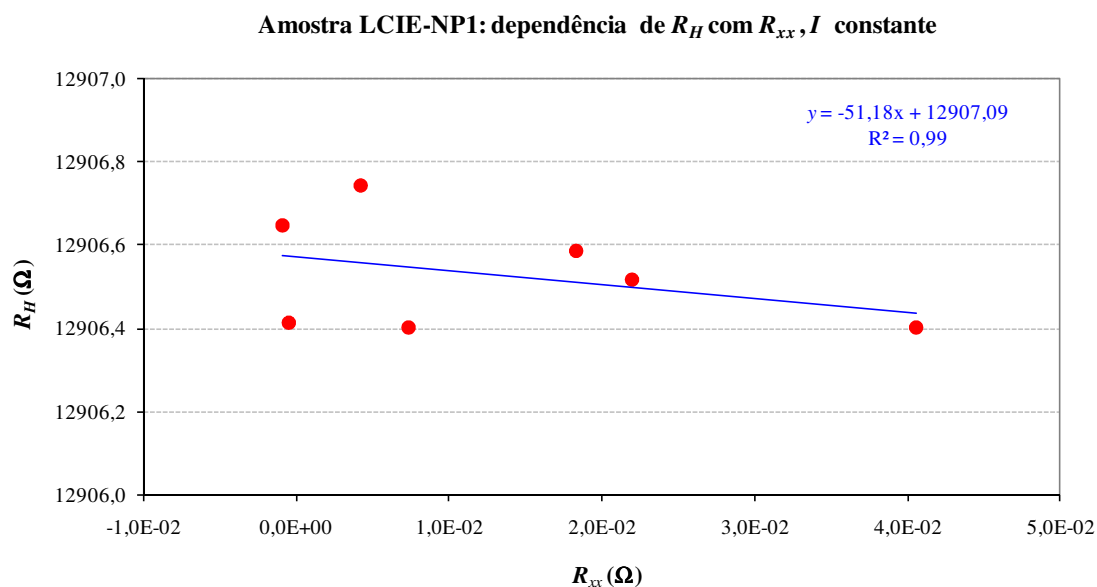


Figura 6.9 – Amostra LCIE-NP1: dependência de  $R_H$  com  $R_{xx}$  para cada valor de corrente, mantendo fixos a temperatura e o campo magnético.

### 6.3. Calibração de Resistências-Padrão

Utilizando o sistema experimental do potenciômetro de Josephson implementado, descrito em 4.3.2 e esquematicamente apresentado na Figura 4.12, fazendo uso dos efeitos quânticos Josephson e Hall, foi efectuada, numa primeira fase (Figura 4.12 – a), a medição

de uma razão de resistências-padrão convencionais e numa segunda fase (Figura 4.12 – b) a medição da razão entre o valor quantificado de uma amostra de Hall e o valor de uma resistência-padrão convencional.

A primeira fase de medições teve como principal objectivo testar o desempenho do sistema potenciométrico de Josephson, nomeadamente, no que se refere à estabilidade dos degraus de Josephson e à estabilidade das diferenças de potencial aos terminais das resistências a comparar, possibilitando a realização do conjunto de medições pré-definido.

A determinação dos desvios relativos apresentados foi efectuada considerando o histórico do padrão em estudo e ajustando o respectivo valor para esse instante, de acordo com a sua função de deriva e as condições de medição associadas aos respectivos parâmetros de influência (temperatura e corrente de medição).

A determinação das incertezas-padrão combinadas, bem como a avaliação das respectivas componentes foi efectuada de acordo com a metodologia GUM, apresentada e validada no capítulo 5, aplicada aos respectivos modelos matemáticos.

### 6.3.1. Comparação Potenciométrica de Padrões Convencionais

Foi efectuada a comparação potenciométrica de padrões convencionais de valor nominal 100  $\Omega$ , 1 k $\Omega$  e 10 k $\Omega$ , em contentor termostabilizado próprio (100  $\Omega$  e 10 k $\Omega$ ) e em banho de ar termorregulado (1 k $\Omega$ ), de acordo com as razões 1:1 e 1:10.

Inicialmente foi efectuada a comparação potenciométrica de dois padrões de valor nominal 10 k $\Omega$  em contentor termostabilizado próprio,  $R_x / R_s = 10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}} / 10 \text{ k}\Omega_{\text{J207}}$ , considerando como referência o valor do padrão 10 k $\Omega_{\text{J207}}$ . Foram efectuadas medições com diversos valores nominais de corrente, apresentadas na Tabela 6.4 e graficamente representadas na Figura 6.10, e determinados os respectivos desvios relativos:

$$\Delta R_x = (R_{xmed} - R_{xteor}) / R_{xteor} \quad (6.4)$$

sendo  $R_{xmed}$  o valor determinado a partir da razão potenciométrica de Josephson, pela aplicação referida em 4.4.2, e  $R_{xteor}$  o valor estimado, para a respectiva data e considerando



as condições de medição, de acordo com a equação de ajuste polinomial, através da aplicação apresentada em 4.4.3.

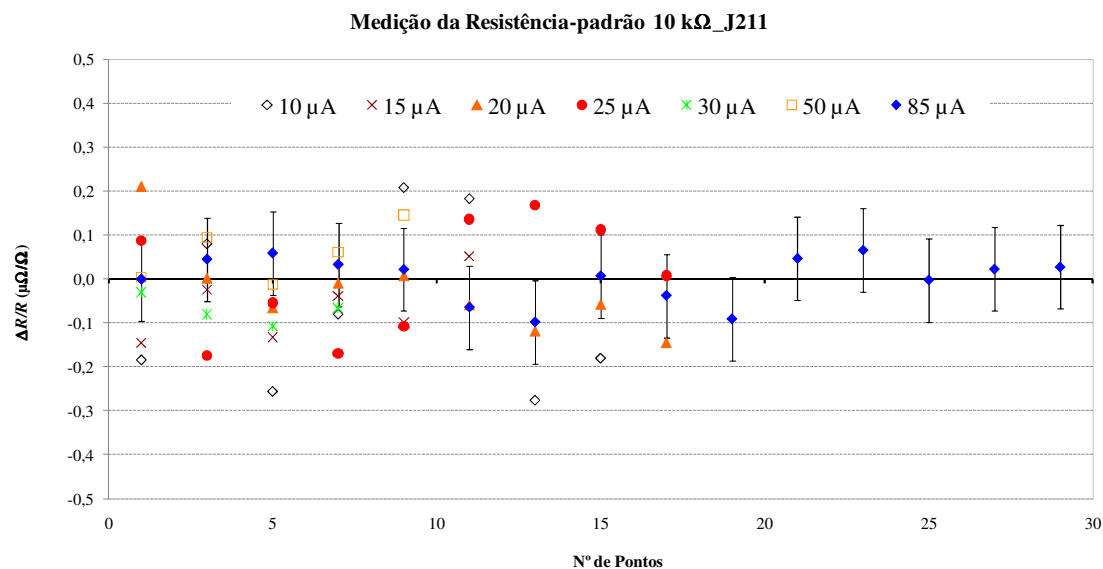


Figura 6.10 – Desvio relativo da resistência-padrão 10 k $\Omega$ \_J211, com diferentes valores de corrente de medição e tendo como referência o valor do padrão de 10 k $\Omega$ \_J207.

De acordo com a Tabela 6.4, e tal como seria espectável tendo em conta os valores nominais das resistências-padrão comparadas, os menores valores do desvio relativo, bem como o menor desvio-padrão experimental da média (0,014  $\mu\Omega/\Omega$ ), foram obtidos para o maior valor nominal de corrente de medição usado neste teste, igual a 85  $\mu\text{A}$ , correspondente a uma potência eléctrica de 0,07 mW. A concordância média obtida entre os valores medidos e o respectivo valor do padrão determinado para cada instante foi de 0,002  $\mu\Omega/\Omega$ .

O maior valor de desvio-padrão experimental da média, igual a 0,069  $\mu\Omega/\Omega$ , foi obtido para o conjunto de medidas correspondente ao valor mínimo de corrente de medição (10  $\mu\text{A}$ ).

A avaliação das respectivas incertezas-padrão foi efectuada considerando as grandezas de entrada do modelo matemático correspondente à equação (5.14) e tendo em conta a sua distribuição de densidade de probabilidade, coeficientes de sensibilidade e número de graus de liberdade, tal como foi exemplificado em 5.2.3.

A Tabela 6.5 apresenta o balanço de melhor incerteza-padrão para o valor de corrente nominal de 85  $\mu\text{A}$ .



O componente de maior peso ( $c_i \cdot u(x_i)^2 = 7,701 \cdot 10^{-7} \Omega^2$ ) está associado à incerteza do padrão de referência  $R_s$ , que tem como parcelas a incerteza da calibração devida à rastreabilidade, degradada temporalmente, e a componente associada à deriva.

Embora os coeficientes de temperatura,  $\alpha$ , associados às resistências em contentor termoestabilizado próprio sejam tipicamente da ordem de algumas partes em  $10^{-8}$  a incerteza associada à estabilidade térmica dos padrões a comparar tem também um peso significativo relativamente ao balanço total. Por exemplo, para a resistência de referência  $R_s$ , em que  $\alpha_{23} = 6 \cdot 10^{-8}$ , uma variação de temperatura de 1 °C, dá origem a um componente da mesma ordem de grandeza do anterior ( $c_i \cdot u(x_i)^2 = 1,20 \cdot 10^{-7} \Omega^2$ ).

Grandeza $X_i$	Estimativa $x_i$	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Tipo de avaliação (A ou B) / Distribuição	Coef. de sensib. $[c_i]$		Contribuição incerteza $[u(x_i)]$	Componente quadrático $[c_i \cdot u(x_i)]^2$	Nº de graus de liberdade $[v_i]$
$R_s$	Incerteza calibração + deriva	1,52E-03 $\Omega$	B / rectangular	$(f_x h_{nx} + 2 e \Delta V_s) / (f_s h_{ns} + 2 e \Delta V_s)$	1,00E+00	8,78E-04	7,701E-07 $\Omega^2$	50
$R_s$	Estabilidade térmica $R_s$	4,37E-04 $\Omega$	B / rectangular	$(f_x h_{nx} + 2 e \Delta V_s) / (f_s h_{ns} + 2 e \Delta V_s)$	1,00E+00	2,52E-04	6,356E-08 $\Omega^2$	50
$\Delta V_s$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_s$ e à irreversibilidade do comutador	3,83E-10 V	B / rectangular	$2eR_s / (f_s h_{ns} + 2e\Delta V_s)$	1,31E+04 $\Omega/V$	2,21E-10	8,379E-12 $\Omega^2$	50
$\Delta V_s$	Desvio-padrão exp. da média	5,90E-09 V	A / normal	$2eR_s / (f_s h_{ns} + 2e\Delta V_s)$	1,31E+04 $\Omega/V$	5,90E-09	5,965E-09 $\Omega^2$	3
$f_s$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10 Hz	B / rectangular	$h_{nx} R_s / (f_s h_{ns} + 2e\Delta V_s)$	1,35E-07 $\Omega/Hz$	2,89E-10	1,526E-33 $\Omega^2$	50
$f_s$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	1,12E-01 Hz	A / normal	$h_{nx} R_s / (f_s h_{ns} + 2e\Delta V_s)$	1,35E-07 $\Omega/Hz$	1,12E-01	2,298E-16 $\Omega^2$	3
$\Delta V_x$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_x$ e à irreversibilidade do comutador	1,91E-10 V	B / rectangular	$-2eR_s (f_x h_{nx} + 2 e \Delta V_s) / (f_s h_{ns} + 2e\Delta V_s)^2$	-1,31E+04 $\Omega/V$	1,11E-10	2,094E-12 $\Omega^2$	50
$\Delta V_x$	Desvio-padrão exp. da média	6,47E-09 V	A / normal	$-2eR_s (f_x h_{nx} + 2 e \Delta V_s) / (f_s h_{ns} + 2e\Delta V_s)^2$	-1,31E+04 $\Omega/V$	6,47E-09	7,173E-09 $\Omega^2$	3
$f_x$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10 Hz	B / rectangular	$h_{ns} R_s (f_x h_{nx} + 2 e \Delta V_s) / (f_s h_{ns} + 2e\Delta V_s)^2$	-1,35E-07 $\Omega/Hz$	2,89E-10	1,526E-33 $\Omega^2$	50
$f_x$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	1,01E-01 Hz	A / normal	$h_{ns} R_s (f_x h_{nx} + 2 e \Delta V_s) / (f_s h_{ns} + 2e\Delta V_s)^2$	-1,35E-07 $\Omega/Hz$	1,01E-01	1,869E-16 $\Omega^2$	3
$R_s$	Estabilidade térmica $R_s$	4,37E-04 $\Omega$	B / rectangular	-1		2,52E-04	6,356E-08 $\Omega^2$	50
Incerteza-padrão combinada, $U_c(y) =$		9,54E-04 $\Omega$						
		<b>0,095 <math>\mu\Omega/\Omega</math></b>						
						$V_{eff} =$	6,9E+01	

Tabela 6.5 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal 10 k $\Omega$ \_J211, considerando a corrente de medição de 85  $\mu$ A.

A Tabela 6.6 apresenta o conjunto de valores relativo à medição potenciométrica da razão  $R_x/R_s = 1 \text{ k}\Omega_{327231} / 10 \text{ k}\Omega_{J207}$ , graficamente representados na Figura 6.11, bem como as incertezas-padrão associadas, cujo respectivo balanço é apresentado na Tabela 6.7.

Resistências-Padrão	Data	$R_x$ ( $\Omega$ )	$R_T$ ( $\Omega$ )	$\Delta T$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$R_x^*$ ( $\Omega$ )	$I$ (A)	$V_x/V_s$	$R_{x, \text{Josephson}}(t) = (V_x/V_s) \cdot R_s$	$R_{x, 23^{\circ}\text{C}}$ ( $\Omega$ )	$R_{x, 23^{\circ}\text{C}}$ ( $\mu\Omega/\Omega$ )	$\Delta R_x = (R_{x, \text{med}} - R_{x, \text{ref}})/R_{x, \text{ref}}$ ( $\mu\Omega/\Omega$ )	Desv. pad. exp. med	Incerteza-Padrão ( $\mu\Omega/\Omega$ )
Rx 1k_327231 / Rs 10k_J207	2010-03-01	9998,49	9994,36	-0,413	9999,9895	8,50E-05	0,100 046 206	1000,461 012	1000,470 694	470,69	-0,074	0,022	0,158
	2010-03-01	9998,50	9994,47	-0,402	9999,9895		0,100 046 226	1000,461 210	1000,470 717	470,72	-0,051		
	2010-03-01	9998,49	9994,84	-0,365	9999,9895		0,100 046 243	1000,461 379	1000,470 514	470,51	-0,255		
	2010-03-01	9998,49	9994,92	-0,357	9999,9895		0,100 046 270	1000,461 653	1000,470 620	470,62	-0,149		
	2010-03-03	9998,48	9985,15	-1,333	9999,9885		0,100 045 643	1000,455 278	1000,470 623	470,62	-0,148		
	2010-03-03	9998,49	9990,25	-0,824	9999,9891		0,100 046 183	1000,460 741	1000,470 705	470,71	-0,065		
	2010-03-03	9998,49	9990,52	-0,797	9999,9891		0,100 046 172	1000,460 631	1000,470 595	470,60	-0,176		
	2010-03-03	9998,49	9990,78	-0,771	9999,9892		0,100 046 183	1000,460 747	1000,470 692	470,69	-0,079		
	2010-03-03	9998,51	9990,98	-0,753	9999,9892		0,100 046 197	1000,460 891	1000,470 690	470,69	-0,081		
	2010-03-03	9998,50	9991,17	-0,733	9999,9892		0,100 046 212	1000,461 035	1000,470 601	470,60	-0,170		
	2010-03-03	9998,49	9991,37	-0,712	9999,9892		0,100 046 249	1000,461 416	1000,470 508	470,51	-0,263		

Tabela 6.6 – Medição potenciométrica da razão  $R_x/R_s = 1 \text{ k}\Omega_{327231} / 10 \text{ k}\Omega_{J207}$ .

O desvio-padrão experimental da média correspondente às medidas efectuadas foi de  $0,022 \mu\Omega/\Omega$ , estando todos os valores dentro do intervalo correspondente à incerteza-padrão determinada, centrado no valor médio.

Também neste caso, a instabilidade térmica dos padrões é um aspecto limitador para a obtenção de menores valores de incerteza. O componente de maior peso está associado à estabilidade térmica do padrão a medir ( $1 \text{ k}\Omega_{327231}$ ). Ligeiramente inferiores, embora da mesma ordem de grandeza, são as componentes de incerteza relativas ao desvio-padrão experimental da média de  $\Delta V_x$  e da incerteza de calibração + deriva do padrão de referência ( $10 \text{ k}\Omega_{J207}$ ).

### Medição da Resistência-padrão 1k\_327231

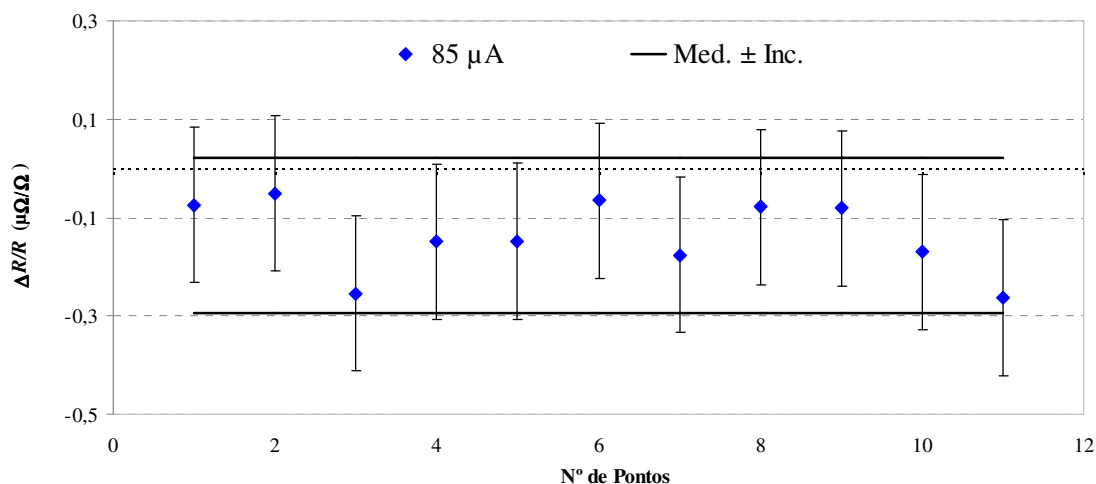


Figura 6.11 – Desvio relativo do valor medido da resistência-padrão  $1 \text{ k}\Omega_{327231}$ , tendo como referência o valor do padrão de  $10 \text{ k}\Omega_{J207}$ .

Grandeza $X_i$	Estimativa $x_i$	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Tipo de avaliação (A ou B) / Distribuição Probabilidade	Coef. de sensib. $[c_i]$		Contribuição incerteza $[u(x_i)]$	Componente quadrático $[c_i^2 u(x_i)]^2$	Nº de graus de liberdade $[v_i]$
$R_s$	Incerteza calibração + deriva	1,52E-03 $\Omega$	B / rectangular	$(f_x h n x + 2 e \Delta V_s) / (f_s h n s + 2 e \Delta V_s)$	1,00E-01	8,78E-04	7,717E-09 $\Omega^2$	50
$R_s$	Estabilidade térmica $R_s$	9,00E-06	B / rectangular	$(f_x h n x + 2 e \Delta V_s) / (f_s h n s + 2 e \Delta V_s)$	1,00E-01	5,20E-06	2,705E-13 $\Omega^2$	50
$\Delta V_s$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_s$ e à irreversibilidade do comutador	1,15E-10 V	B / rectangular	$2eR_s / (f_s h n s + 2e\Delta V_s)$	1,31E+04 $\Omega/V$	6,65E-11	7,580E-13 $\Omega^2$	50
$\Delta V_s$	Desvio-padrão exp. da média	7,01E-09 V	A / normal	$2eR_s / (f_s h n s + 2e\Delta V_s)$	1,31E+04 $\Omega/V$	7,01E-09	8,420E-09 $\Omega^2$	3
$f_s$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10 Hz	B / rectangular	$h n x R_s / (f_s h n s + 2e\Delta V_s)$	1,35E-08 $\Omega/Hz$	2,89E-10	1,526E-35 $\Omega^2$	50
$f_s$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da freq.	3,25E-02 Hz	A / normal	$h n x R_s / (f_s h n s + 2e\Delta V_s)$	1,35E-08 $\Omega/Hz$	3,25E-02	1,935E-19 $\Omega^2$	3
$\Delta V_x$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_x$ e à irreversibilidade do comutador	3,83E-10 V	B / rectangular	$-2eR_s (f_x h n x + 2 e \Delta V_s) / (f_s h n s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,31E+03 $\Omega/V$	2,21E-10	8,393E-14 $\Omega^2$	50
$\Delta V_x$	Desvio-padrão exp. da média	6,68E-09 V	A / normal	$-2eR_s (f_x h n x + 2 e \Delta V_s) / (f_s h n s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,31E+03 $\Omega/V$	6,68E-09	7,662E-11 $\Omega^2$	3
$f_x$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10 Hz	B / rectangular	$-h n s R_s (f_x h n x + 2 e \Delta V_s) / (f_s h n s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,35E-08 $\Omega/Hz$	2,89E-10	1,530E-35 $\Omega^2$	50
$f_x$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da freq.	1,67E-01 Hz	A / normal	$-h n s R_s (f_x h n x + 2 e \Delta V_s) / (f_s h n s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,35E-08 $\Omega/Hz$	1,67E-01	5,119E-18 $\Omega^2$	3
$R_x$	Estabilidade térmica $R_x$	1,58E-04 $\Omega$	B / rectangular	-1		9,36E-05	8,768E-09 $\Omega^2$	50

Incerteza-padrão combinada,  $U_c(y) = 1,58E-04 \mu\Omega$   
 $0,158 \mu\Omega$

$V_{eff} = 2,37E+01$

Tabela 6.7 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal 1 k $\Omega$ \_327231.

A Tabela 6.8 apresenta o conjunto de valores relativo à medição potenciométrica da razão  $R_x/R_s = 100 \Omega\_A2010 / 1 \text{ k}\Omega\_327231$ , utilizando uma corrente nominal de 1 mA, sendo o respectivo balanço de incerteza-padrão apresentado na Tabela 6.9. Na Figura 6.12 são graficamente representados os desvios relativos obtidos, as respectivas barras de incerteza, bem como o intervalo  $\pm$  (valor médio  $\pm$  Inc.). Todos os valores obtidos se encontram no interior deste intervalo.

De acordo com esta figura e a Tabela 6.8 e considerando o desvio-padrão experimental da média (0,015  $\mu\Omega/\Omega$ ) para este conjunto de medidas, conclui-se que a incerteza calculada é determinada pela estabilidade térmica de  $R_s$ . Se este componente apresentasse um peso desprezável face aos restantes, seria obtida uma incerteza-padrão metade da aqui conseguida.

Resistências-Padrão	Data	$R_s$ ( $\Omega$ )	$R_x$ ( $\Omega$ )	$\Delta t$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$R_s^*$ ( $\Omega$ )	$I$ (A)	$V_x/V_s$	$R_{x, Josephson}(t) = (V_x/V_s)^2 R_s$	$R_{x, 23^{\circ}\text{C}}(\Omega)$	$R_{x, 23^{\circ}\text{C}}(\mu\Omega/\Omega)$	$\Delta R_x = (R_{x, med} - R_{x, 23^{\circ}\text{C}}) / R_{x, 23^{\circ}\text{C}}(\mu\Omega/\Omega)$	Desv. pad. exp. med	Incerteza-Padrão ( $\mu\Omega/\Omega$ )
$R_x = 100 \Omega\_A2010 / R_s = 1 \text{ k}\Omega\_327231$	2010-03-02	99.986450	99.883000	-1,034	99.999970	1,0E-03	0,099 954 454	99.999 957	99.999 959	-0,41	-0,13	0,015	0,280
	2010-03-02	99.986450	99.887000	-0,994	99.999970		0,099 954 430	99.999 951	99.999 952	-0,48	-0,20		
	2010-03-02	99.986500	99.888600	-0,979	99.999970		0,099 954 403	99.999 948	99.999 950	-0,50	-0,22		
	2010-03-02	99.986700	99.891100	-0,956	99.999971		0,099 954 388	99.999 954	99.999 956	-0,44	-0,16		
	2010-03-02	99.986500	99.893200	-0,933	99.999971		0,099 954 370	99.999 951	99.999 952	-0,48	-0,20		
	1900-01-00	99.986550	99.897850	-0,887	99.999971		0,099 954 356	99.999 952	99.999 953	-0,47	-0,19		
	2010-03-02	99.986650	99.903650	-0,830	99.999971		0,099 954 332	99.999 961	99.999 961	-0,39	-0,10		
	2010-03-03	99.986050	99.909450	-0,766	99.999971		0,099 954 886	99.999 950	99.999 951	-0,49	-0,21		

Tabela 6.8 – Medição potenciométrica da razão  $R_x/R_s = 100 \Omega\_A2010 / 1 \text{ k}\Omega\_327231$ .

Grandeza $X_i$	Estimativa $x_i$	Incerteza-padrão $u(x_i)$		Tipo de avaliação (A ou B) / Distribuição ou Probabilidade	Coef. de sensib. $[c_{ij}]$		Contribuição incerteza $[u(x_i)]$	Componente quadrático $[c_{ij}^2 u(x_i)]^2$	Nº de graus de liberdade $[v_i]$
$R_s$	Incerteza calibração + deriva	1,58E-04	$\Omega$	B / rectangular	$(f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_s) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2 \cdot \Delta V_s)$	9,99E-02	9,13E-05	8,315E-11	50
$R_s$	Estabilidade térmica $R_t$	4,43E-04		B / rectangular	$(f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_s) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2 \cdot \Delta V_s)$	9,99E-02	2,56E-04	6,534E-10	50
$\Delta V_s$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_s$ e à irreversibilidade do comutador	-3,78E-11	V	B / rectangular	$2eR_s / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	1,09E+03 $\Omega/V$	-2,18E-11	5,657E-16	50
$\Delta V_s$	Desvio-padrão exp. da média	6,29E-09	V	A / normal	$2eR_s / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	1,09E+03 $\Omega/V$	6,29E-09	4,710E-11	3
$f_s$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10	Hz	B / rectangular	$h \cdot n_x \cdot R_s / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	1,35E-09 $\Omega/Hz$	2,89E-10	1,527E-37	50
$f_s$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da freq.	7,66E-02	Hz	A / normal	$h \cdot n_x \cdot R_s / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	1,35E-09 $\Omega/Hz$	7,66E-02	1,075E-20	3
$\Delta V_x$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_x$ e à irreversibilidade do comutador	3,06E-10	V	B / rectangular	$-2eR_s (f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,09E+02 $\Omega/V$	1,77E-10	3,716E-16	50
$\Delta V_x$	Desvio-padrão exp. da média	6,60E-09	V	A / normal	$-2eR_s (f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,09E+02 $\Omega/V$	6,60E-09	5,177E-13	3
$f_x$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10	Hz	B / rectangular	$-h \cdot n_x \cdot R_s (f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,35E-09 $\Omega/Hz$	2,89E-10	1,525E-37	50
$f_x$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da freq.	1,69E-01	Hz	A / normal	$-h \cdot n_x \cdot R_s (f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,35E-09 $\Omega/Hz$	1,69E-01	5,226E-20	3
$R_s$	Estabilidade térmica $R_t$	-8,40E-08	$\Omega$	B / rectangular	-1		-4,85E-08	2,352E-15	50
Incerteza-padrão combinada, $U_c(y) =$		2,80E-05	$\Omega$						$V_{eff} = 6,53E+01$
		<b>0,280</b>	<b><math>\mu\Omega/\Omega</math></b>						

Tabela 6.9 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal 100  $\Omega$ \_A2010.

### Medição da Resistência-padrão 100 $\Omega$ \_A2010

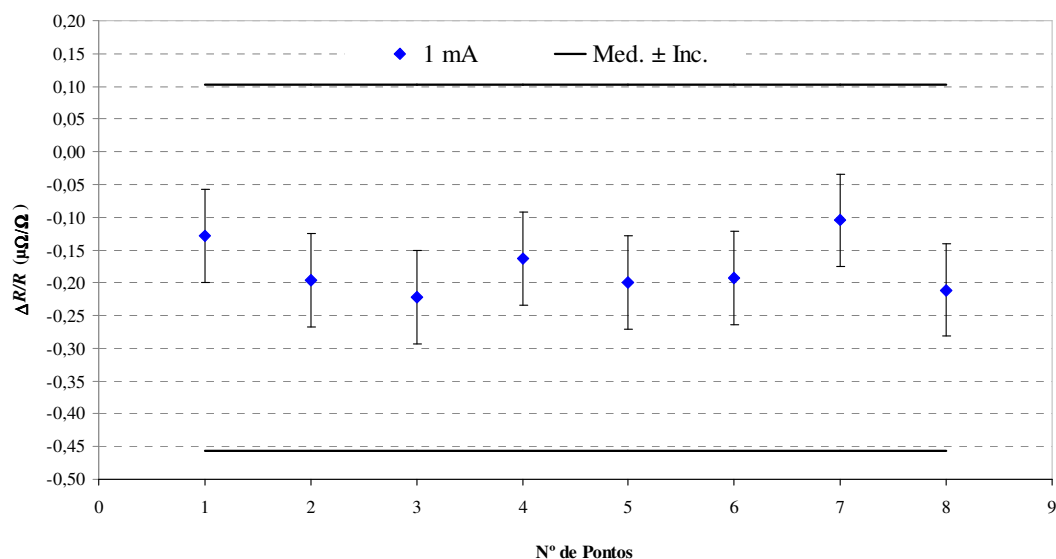


Figura 6.12 – Desvio relativo do valor medido da resistência-padrão 100  $\Omega$ \_A2010, tendo como referência o valor do padrão de 1 k $\Omega$ \_327231.

### 6.3.2. Comparação Potenciométrica entre uma Amostra de Hall e uma Resistência-Padrão

O valor quantificado do patamar  $i = 2$  da amostra LCIE-NP1 foi utilizado como valor de referência para a medição de duas resistências-padrão convencionais de 10 k $\Omega$  (J207 e J211), em contentor termostabilizado próprio. Na Tabela 6.10 são apresentadas as

condições de quantificação do patamar considerado (temperatura, campo magnético e corrente), os valores da razão potenciométrica de Josephson ( $V_x / V_s$ ), a variação térmica e os valores determinados para o padrão a medir, bem como o respectivo desvio-padrão experimental e a incerteza associada (balanço apresentado na Tabela 6.11).

De acordo com a caracterização efectuada à amostra identificada, foi considerada como componente de incerteza associada à exactidão da quantificação do patamar e do sistema de medida utilizado a estabilidade obtida para  $R_H$  ( $i = 2$ ), igual a  $6,07 \cdot 10^{-8}$ .

A avaliação das respectivas incertezas-padrão foi efectuada considerando com as grandezas de entrada do modelo matemático correspondente à equação (5.15) e tendo em conta a sua distribuição de densidade de probabilidade, coeficientes de sensibilidade e número de graus de liberdade, tal como descrito e exemplificado em 5.5.

A concordância média obtida entre os valores medidos e o valor do padrão determinado para cada instante foi de  $0,069 \mu\Omega/\Omega$ .

$R_x / R_H$	Data	$R_x$ ( $\Omega$ )	$R_H$ ( $\Omega$ )	$\Delta R_x$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$t_{\text{ref}}$ (K)	B (T)	I (A)	$V_x / V_s$	$R_{x, \text{Josephson}}(i) = V_x / R_H$	$R_{x, \text{270C}}(\Omega)$	$R_{x, \text{270C}}(\mu\Omega/\Omega)$	$\Delta R_x = (R_{x, \text{med}} - R_{x, \text{pad}}) / R_{x, \text{pad}}$ ( $\mu\Omega/\Omega$ )	Desv. pad. exp. med	Incerteza-Padrão ( $\mu\Omega/\Omega$ )
10 k $\Omega$ _J207 / LCIE-NP1	2010-03-25	9998,46	9999,55	0,109	1,674	10,60	3,0E-05	0,774 808 346	9999,989 149	9999,989 086	-1,09	-0,07	0,011	0,056
	2010-03-25	9998,47	9999,29	0,082	1,390			0,774 808 360	9999,989 327	9999,989 279	-1,07	-0,05		
	2010-03-25	9998,45	9999,98	0,153	1,384			0,774 808 271	9999,988 177	9999,988 091	-1,19	-0,17		
	2010-03-25	9998,46	10000,23	0,177	1,375			0,774 808 296	9999,988 505	9999,988 407	-1,16	-0,14		
	2010-03-25	9998,51	10000,39	0,188	1,374			0,774 808 407	9999,989 940	9999,989 836	-1,02	0,01		
	2010-03-25	9998,46	10001,02	0,256	1,375			0,774 808 311	9999,988 702	9999,988 566	-1,14	-0,12		
	2010-03-25	9998,27	10001,72	0,345	1,307			0,774 808 353	9999,989 236	9999,989 060	-1,09	-0,07		
	2010-03-25	9998,48	10002,06	0,358	1,358			0,774 808 302	9999,988 574	9999,988 393	-1,16	-0,14		
	2010-03-25	9998,52	10002,47	0,395	1,374			0,774 808 354	9999,989 248	9999,989 052	-1,09	-0,07		
	2010-03-25	9998,52	10002,72	0,419	1,376			0,774 808 429	9999,990 221	9999,990 015	-1,00	0,02		
	2010-03-25	9998,53	10002,97	0,443	1,394			0,774 808 419	9999,990 096	9999,989 881	-1,01	0,01		
	2010-03-25	9998,52	10003,18	0,467	1,397			0,774 808 349	9999,989 193	9999,988 969	-1,10	-0,08		
	2010-03-26	9998,05	9998,61	1,456	1,401			0,774 808 283	9999,988 530	9999,988 008	-1,20	-0,18		
	2010-03-26	9998,61	9998,59	-0,801	1,772			0,774 808 330	9999,988 936	9999,989 584	-1,04	-0,02		
	2010-03-26	9998,59	9991,06	-0,753	1,758			0,774 808 324	9999,988 862	9999,989 462	-1,05	-0,03		
	2010-03-26	9998,60	9991,40	-0,719	1,715			0,774 808 301	9999,988 569	9999,989 135	-1,09	-0,06		
	2010-03-26	9998,60	9991,92	-0,668	1,454			0,774 808 359	9999,989 315	9999,989 832	-1,02	0,00		
	2010-03-26	9998,57	9993,38	-0,519	1,298			0,774 808 315	9999,988 743	9999,989 125	-1,09	-0,07		
	2010-03-26	9998,58	9993,56	-0,502	1,303			0,774 808 310	9999,988 683	9999,989 050	-1,10	-0,07		
	2010-03-26	9998,56	9993,95	-0,461	1,307			0,774 808 262	9999,988 061	9999,988 392	-1,16	-0,14		
	2010-03-26	9998,58	9994,41	-0,418	1,305			0,774 808 347	9999,989 167	9999,989 463	-1,05	-0,03		
	2010-03-26	9998,60	9995,03	-0,357	1,314			0,774 808 294	9999,988 479	9999,988 727	-1,13	-0,11		
	2010-03-26	9998,60	9995,63	-0,297	1,319			0,774 808 382	9999,989 611	9999,989 812	-1,02	0,00		
	2010-03-26	9998,60	9996,23	-0,238	1,318			0,774 808 302	9999,988 577	9999,988 734	-1,13	-0,11		
	2010-03-26	9998,60	9996,87	-0,173	1,342			0,774 808 349	9999,989 191	9999,989 303	-1,07	-0,05		

Tabela 6.10 – Medição potenciométrica da razão  $R_x / R_H = 10 \text{ k}\Omega$ \_J207 / LCIE-NP1.

Grandeza $X_i$	Estimativa $x_i$	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Tipo de avaliação (A ou B) / Distribuição Probabilidade	Coef. de sensibilidade ( $c_i$ )		Contribuição incerteza ( $u(x_i)$ )	Componente quadrático ( $c_i^2 u(x_i)^2$ )	Nº de graus de liberdade ( $\nu_i$ )
$R_H$	Incerteza associada à quantificação ( $i=2$ )	7,83E-04 $\Omega$	B / normal	(fx h nx + 2 e $\Delta Vx$ ) / (fs h ns + 2 e $\Delta Vs$ )	6,67E-01	3,92E-04	6,818E-08 $\Omega^2$	50
$\Delta V_H$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_H$ e à irreversibilidade do comutador	-3,73E-11 V	B / rectangular	2eRs / (fs h ns + 2e $\Delta Vs$ )	2,82E+04 $\Omega/V$	-2,15E-11	3,674E-13 $\Omega^2$	50
$\Delta V_H$	Desvio-padrão exp. da média	3,07E-09 V	A / normal	2eRs / (fs h ns + 2e $\Delta Vs$ )	2,82E+04 $\Omega/V$	3,07E-09	7,480E-09 $\Omega^2$	3
$f_H$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10 Hz	B / rectangular	h nx Rs / (fs h ns + 2e $\Delta Vs$ )	1,17E-07 $\Omega/Hz$	2,89E-10	1,131E-33 $\Omega^2$	50
$f_H$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	7,87E-02 Hz	A / normal	h nx Rs / (fs h ns + 2e $\Delta Vs$ )	1,17E-07 $\Omega/Hz$	7,87E-02	8,408E-17 $\Omega^2$	3
$\Delta V_x$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_x$ e à irreversibilidade do comutador	3,68E-15 V	B / rectangular	-2eRs (fx h nx + 2 e $\Delta Vx$ ) / (fs h ns + 2e $\Delta Vs$ ) <sup>2</sup>	-1,88E+04 $\Omega/V$	2,13E-15	1,596E-21 $\Omega^2$	50
$\Delta V_x$	Desvio-padrão exp. da média	3,68E-09 V	A / normal	-2eRs (fx h nx + 2 e $\Delta Vx$ ) / (fs h ns + 2e $\Delta Vs$ ) <sup>2</sup>	-1,88E+04 $\Omega/V$	3,68E-09	4,776E-09 $\Omega^2$	3
$f_x$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10 Hz	B / rectangular	-h ns Rs (fx h nx + 2 e $\Delta Vx$ ) / (fs h ns + 2e $\Delta Vs$ ) <sup>2</sup>	-1,16E-07 $\Omega/Hz$	2,89E-10	1,131E-33 $\Omega^2$	50
$f_x$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	6,29E-02 Hz	A / normal	-h ns Rs (fx h nx + 2 e $\Delta Vx$ ) / (fs h ns + 2e $\Delta Vs$ ) <sup>2</sup>	-1,16E-07 $\Omega/Hz$	6,29E-02	5,369E-17 $\Omega^2$	3
$R_x$	Estabilidade térmica $R_x$	8,40E-04 $\Omega$	B / rectangular	-1		4,85E-04	2,352E-07 $\Omega^2$	50

Incerteza-padrão combinada,  $U_c(y) = 5,62E-04 \Omega$   
**0,056  $\mu\Omega/\Omega$**

$V_{\text{eff}} = 8,1E+01$

Tabela 6.11 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal 10 k $\Omega$ \_J207 tendo como referência o valor quantificado do patamar  $i = 2$  da amostra LCIE-NP1.

Tal como em todos os testes anteriormente apresentados, observa-se (Tabela 6.11) que o componente de maior peso <sup>2</sup> é devido à influência da variação da temperatura na resistência a calibrar. Um dos aspectos a melhorar para a obtenção de maior estabilidade da medição é a possibilidade de garantir a estabilização térmica mínima da ordem de  $\pm 0,5^\circ\text{C}$ , o que possibilitaria valores de incerteza-padrão combinada de 0,036  $\mu\Omega/\Omega$  (cerca de metade da actual).

<sup>2</sup> Considerando a variação máxima de temperatura observada para o conjunto de medidas  $\Delta T = 1,4^\circ\text{C}$  e sendo o coeficiente de temperatura a  $23^\circ\text{C}$ ,  $\alpha_{23} = 6,0 \cdot 10^{-8} \text{K}^{-1}$ , obtém-se  $u(x_i) = 4,85 \cdot 10^{-4}$ .



Medição da Resistência-padrão 10 kΩ\_J207 tendo como referência  $R_H$  (2)

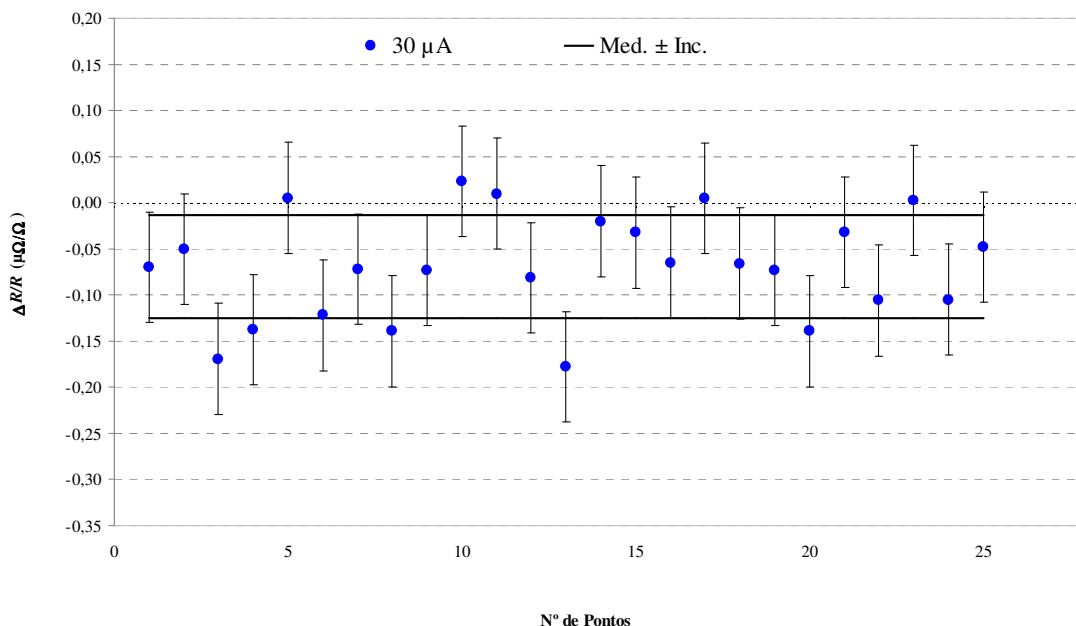


Figura 6.13 – Desvio relativo do valor medido da resistência-padrão 10 kΩ\_J207, tendo como referência o valor quantificado da amostra de Hall LCIE-NP1.

Os resultados relativos à medição da razão  $R_x/R_H = 10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}} / \text{LCIE-NP1}$  e determinação de  $R_x$ , assim como as respectivas condições de medição e incerteza-padrão calculada (Tabela 6.13) são apresentados na Tabela 6.12 e graficamente representados na Figura 6.14.

Para o conjunto de medidas efectuado foi obtido um valor do desvio-padrão experimental da média igual a 0,024  $\mu\Omega/\Omega$  e incerteza-padrão combinada de 0,045  $\mu\Omega/\Omega$ . A concordância média obtida entre os valores medidos e o valor do padrão determinado para cada instante foi de 0,076  $\mu\Omega/\Omega$ .

$R_x/R_H$	Data	$R_x$ ( $\Omega$ )	$R_H$ ( $\Omega$ )	$\Delta R_x$ ( $^\circ\text{C}$ )	$t_{\text{ref}}$ (K)	B (T)	$I$ (A)	$V_x/V_H$	$R_{x, \text{Josephson}}(t) = (V_x/V_H)R_x$	$R_{x, 20^\circ\text{C}}$ ( $\Omega$ )	$R_{x, 20^\circ\text{C}}$ ( $\mu\Omega/\Omega$ )	$\Delta R_x = (R_{x, \text{med}} - R_{x, \text{pad}}) / R_{x, \text{pad}}$ ( $\mu\Omega/\Omega$ )	Desv. pad. exp. média	Incerteza-Padrão ( $\mu\Omega/\Omega$ )
10 kΩ_J211 / LCIE-NP1	2010-03-25	9998,50	10004,80	0,630	1,380	10,60	3,0E-05	0,774 809 316	10000,001 673	10000,001 981	0,20	-0,17	0,024	0,045
	2010-03-26	9998,56	9991,82	-0,674	1,349			0,774 809 425	10000,003 069	10000,003 004	0,30	-0,07		
	2010-03-26	9998,61	9991,95	-0,665	1,382			0,774 809 448	10000,003 374	10000,003 307	0,33	-0,04		
	2010-03-26	9998,60	9992,40	-0,620	1,386			0,774 809 400	10000,002 746	10000,002 675	0,27	-0,10		
	2010-03-26	9998,60	9992,60	-0,600	1,383			0,774 809 482	10000,003 809	10000,003 737	0,37	0,00		
	2010-03-26	9998,60	9992,83	-0,577	1,418			0,774 809 366	10000,002 317	10000,002 244	0,22	-0,15		
	2010-03-26	9998,60	9993,15	-0,545	1,392			0,774 809 361	10000,002 253	10000,002 178	0,22	-0,15		
	2010-03-26	9998,62	9992,66	-0,596	1,474			0,774 809 456	10000,003 477	10000,003 405	0,34	-0,03		
	2010-03-26	9998,58	9993,42	-0,516	1,405			0,774 809 496	10000,003 985	10000,003 910	0,39	0,02		

Tabela 6.12 – Medição potenciométrica da razão  $R_x/R_H = 10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}} / \text{LCIE-NP1}$ .

Medição da Resistência-padrão 10 kΩ\_J211 tendo como referência  $R_H$  (2)

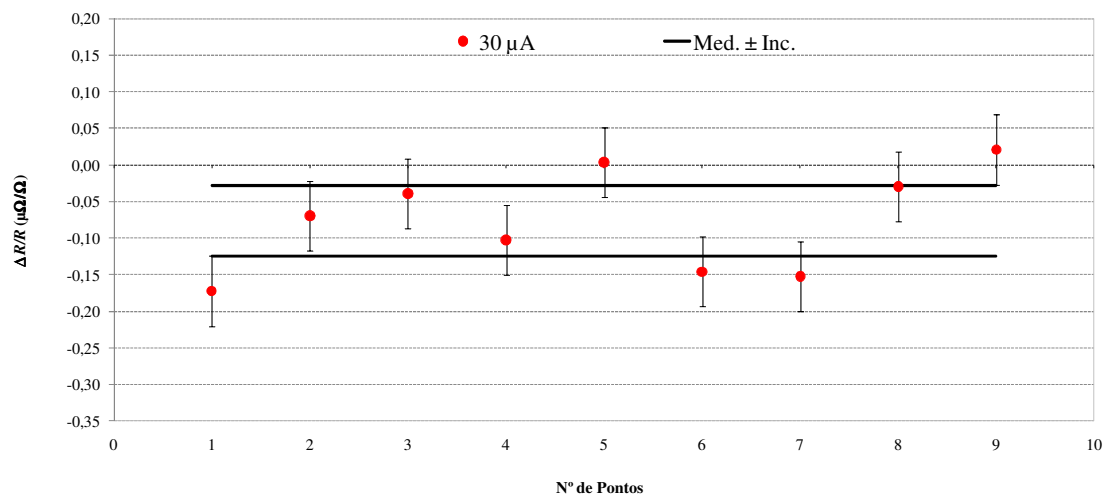


Figura 6.14 – Desvio relativo do valor medido da resistência-padrão 10 kΩ\_J211, tendo como referência o valor quantificado da amostra de Hall LCIE-NP1.

Grandeza $X_i$	Estimativa $x_i$	Incerteza-padrão $u(x_i)$		Tipo de avaliação (A ou B) / Distribuição	Coef. de sensibilidade ( $c_i$ )			Contribuição incerteza ( $u(x_i)$ )	Componente		Nº de graus de liberdade ( $\nu_i$ )
									quadrático ( $c_i^2 \cdot u(x_i)^2$ )	liberdade	
$R_H$	Incerteza associada à quantificação ( $i=2$ )	7,83E-04	Ω	B / normal	( $f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x$ ) / ( $f_s \cdot h \cdot n_s + 2 \cdot \Delta V_s$ )	6,67E-01	3,92E-04	6,822E-08	Ω <sup>2</sup>	50	
$\Delta V_H$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_H$ e à irreversibilidade do comutador	-3,72E-11	V	B / rectangular	$2eR_s / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	2,82E+04	Ω/V	-2,15E-11	3,668E-13	Ω <sup>2</sup>	50
$\Delta V_H$	Desvio-padrão exp. da média	4,70E-09	V	A / normal	$2eR_s / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	2,82E+04	Ω/V	4,70E-09	1,754E-08	Ω <sup>2</sup>	3
$f_H$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10	Hz	B / rectangular	$h \cdot n_x \cdot R_s / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	1,17E-07	Ω/Hz	2,89E-10	1,132E-33	Ω <sup>2</sup>	50
$f_H$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	3,17E-02	Hz	A / normal	$h \cdot n_x \cdot R_s / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)$	1,17E-07	Ω/Hz	3,17E-02	1,365E-17	Ω <sup>2</sup>	3
$\Delta V_x$	Incerteza devida à linearidade, ganho, resolução e deriva do detector na gama de medição de $V_x$ e à irreversibilidade do comutador	-1,52E-10	V	B / rectangular	$-2eR_s (f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,88E+04	Ω/V	-8,76E-11	2,712E-12	Ω <sup>2</sup>	50
$\Delta V_x$	Desvio-padrão exp. da média	4,11E-09	V	A / normal	$-2eR_s (f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,88E+04	Ω/V	4,11E-09	5,965E-09	Ω <sup>2</sup>	3
$f_x$	Incerteza devida à rastreabilidade da frequência de microondas, resolução do contador	5,00E-10	Hz	B / rectangular	$-h \cdot n_s \cdot R_s (f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,17E-07	Ω/Hz	2,89E-10	1,132E-33	Ω <sup>2</sup>	50
$f_x$	Desvio-padrão exp. da média da leitura da frequência	8,26E-02	Hz	A / normal	$-h \cdot n_s \cdot R_s (f_x \cdot h \cdot n_x + 2 \cdot \Delta V_x) / (f_s \cdot h \cdot n_s + 2e\Delta V_s)^2$	-1,17E-07	Ω/Hz	8,26E-02	9,272E-17	Ω <sup>2</sup>	3
$R_x$	Estabilidade térmica $R_x$	-5,79E-04	Ω	B / rectangular	-1			-3,34E-04	1,117E-07	Ω <sup>2</sup>	50
Incerteza-padrão combinada, $U_c(y) =$		4,51E-04	Ω								
		0,045	μΩ/Ω								
										$V_{\text{eff}} =$	9,1E+01

Tabela 6.13 – Balanço de melhor incerteza para a medição potenciométrica da resistência-padrão de valor nominal 10 kΩ\_J211 tendo como referência o valor quantificado do patamar  $i = 2$  da amostra LCIE-NP1.

### 6.3.3. Comparação entre o Método Potenciométrico de Josephson e Métodos Clássicos de Medição

Tendo como objectivo a validação dos resultados associados à comparação potenciométrica de resistências-padrão convencionais apresentada em 6.3.1. foi também efectuada a comparação entre estes resultados e os obtidos através dos seguintes métodos:

- medição da razão de resistências  $Y = R_x / R_s = 10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}} / 10 \text{ k}\Omega_{\text{J207}}$  recorrendo a dois comparadores automáticos de corrente contínua (CCD\_6675A e CCD\_6622B);
- medição da razão de diferenças de potencial aos terminais das resistências a comparar,  $Y' = V_x / V_s$ , percorridas pelo mesmo valor de corrente (utilizando a fonte descrita em 4.2.2.3), recorrendo a uma configuração potenciométrica clássica e utilizando um multímetro digital (MD) de elevada resolução.

Foram considerados, respectivamente, os modelos matemáticos dados pelas equações (5.10) e (5.11) e a avaliação das componentes efectuada em 5.4.2. Na Tabela 6.14 encontram-se especificadas as condições e os resultados da medição, indicando as respectivas incertezas-padrão combinadas, avaliadas de acordo com a Tabela 6.5 relativamente ao método potenciométrico e de acordo com a Tabela 5.2, apresentada no capítulo 5, para os métodos clássicos de medição. Foi obtido um desvio relativo máximo de  $0,027 \mu\Omega/\Omega$  relativamente ao comparador CCD\_6622B. A Figura 6.15 representa graficamente os respectivos valores de desvio relativo  $\Delta R_{10 \text{ k}\Omega_{\text{J211}}}$  em função do tempo.

Considerando, por exemplo, o intervalo correspondente ao valor da incerteza-padrão combinada determinada para o PJ ( $0,095 \mu\Omega/\Omega$  - Tabela 6.5), todos os valores obtidos se encontram no interior deste intervalo, o que permite validar quer o modelo matemático utilizado para o método potenciométrico de Josephson quer o respectivo balanço de melhor incerteza.

$R_x / R_s =$ $10\text{ k}\Omega_{J211} / 10\text{ k}\Omega_{J207}$	Data	$I$ (A)	$\Delta R_x =$ $(R_{x\_med} - R_{x\_teor}) / R_{x\_teor}$ ( $\mu\Omega/\Omega$ )	Desv. pad. exp. med	Incerteza- Padrão ( $\mu\Omega/\Omega$ )
<b>CCD_6675A</b>	2009-07-08	1,0E-03	-0,007	0,026	0,220
	2009-07-08		0,005		
	2009-09-03		-0,047		
	2010-02-18		0,079		
	2010-02-19		0,092		
<b>CCD_6622B</b>	2009-09-02	1,0E-03	0,044	0,069	0,220
	2009-09-02		-0,094		
<b>MD</b>	2010-02-15	3,3E-04	0,072	0,021	0,420
	2010-02-17		-0,062		
	2010-02-17		0,009		
	2010-02-17		0,002		
	2010-02-17		0,001		
<b>PJ 10 k<math>\Omega</math></b>	2010-02-26	8,5E-05	-0,001	0,014	0,095
	2010-02-26		0,045		
	2010-02-26		0,059		
	2010-02-26		0,033		
	2010-03-01		0,022		
	2010-03-01		-0,065		
	2010-03-01		-0,099		
	2010-03-01		0,007		
	2010-03-03		-0,038		
	2010-03-03		-0,091		
	2010-03-04		0,047		
	2010-03-04		0,065		
	2010-03-04		-0,002		
	2010-03-04		0,022		
	2010-03-04		0,027		

Tabela 6.14 – Desvio relativo da resistência-padrão 10 k $\Omega$ \_J211, tendo como referência o valor do padrão de 10 k $\Omega$ \_J207 e utilizando dois CCD e um MD.

#### 6.4. Conclusões

Foi efectuada a caracterização completa de uma amostra de Hall, tendo sido possível reproduzir as características associadas ao EHQ, bem como utilizar os seus valores quantificados para a calibração de resistências-padrão.

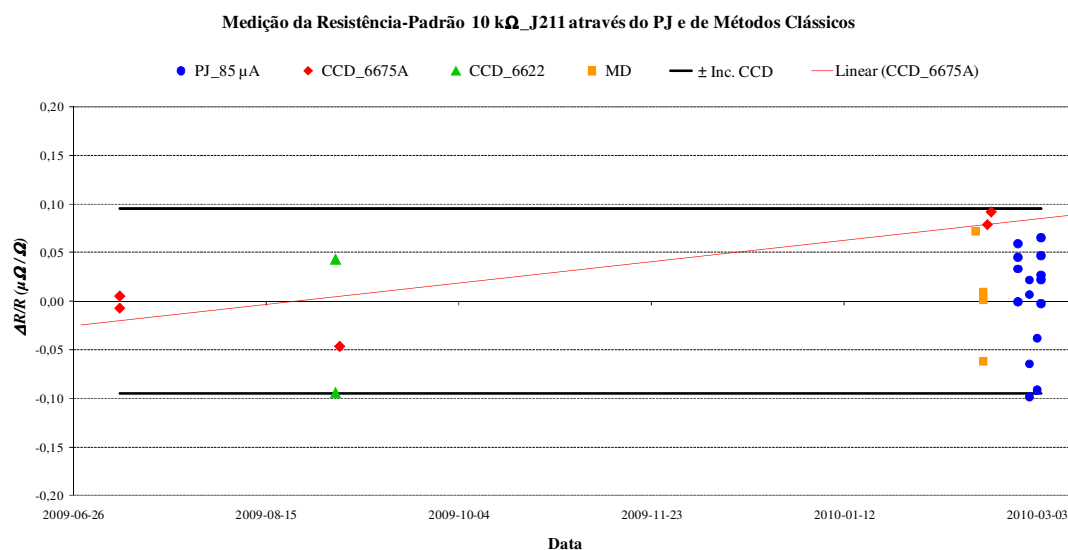


Figura 6.15 – Desvio relativo da resistência-padrão 10 k $\Omega$ \_J211, tendo como referência o padrão 10 k $\Omega$ \_J207 e considerando o PJ e métodos clássicos de comparação (CCD ou MD).

De acordo com os sistemas experimentais e os módulos aplicativos implementados foi realizada a calibração absoluta de duas resistências-padrão convencionais de valor nominal 10 k $\Omega$  (J207 e J211), em contentor termostatizado próprio, utilizando um potenciômetro de Josephson e tendo como referência o valor quantificado  $R_K/i$  associado à constante de von Klitzing. Foi possível obter valores de desvio-padrão experimental da média de 2 partes em  $10^8$  (0,024  $\mu\Omega/\Omega$ ) e incerteza-padrão combinada da mesma ordem de grandeza (0,048  $\mu\Omega/\Omega$ ).

A utilização do potenciômetro de Josephson mostrou também ser um método de excelente desempenho para a medição de razões (1:1 e 1:10) entre resistências convencionais, tendo sido efectuada a calibração de 3 resistências-padrão de valor nominal 100  $\Omega$ , 1 k $\Omega$ , 10 k $\Omega$ , com incertezas-padrão, respectivamente, de 0,280  $\mu\Omega/\Omega$ , 0,158  $\mu\Omega/\Omega$  e 0,095  $\mu\Omega/\Omega$ , obtendo-se para o padrão de 10 k $\Omega$  uma concordância média de 0,002  $\mu\Omega/\Omega$ .

De acordo com os balanços de incerteza apresentados e a partir da avaliação das componentes de incerteza associadas às grandezas de entrada dos respectivos modelos matemáticos, conclui-se que a componente de maior peso está sistematicamente relacionada com a estabilidade térmica dos padrões convencionais a medir. Apesar de terem sido utilizados padrões em contentor termoestabilizado próprio e com coeficientes de temperatura de  $3,0 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$  e de  $6,0 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ , uma variação térmica externa da ordem de  $1^\circ\text{C}$ , provoca assim variações relativas no valor do padrão, respectivamente, de 3 e  $6 \cdot 10^{-8}$ .

Torna-se assim essencial minimizar a influência da variação térmica nestes padrões, o que seria possível através da utilização de banhos de ar termorregulados específicos.

Na Figura 6.16 é efectuada a comparação do desempenho dos diferentes métodos utilizados para a calibração de uma resistência-padrão de valor nominal 10 k $\Omega$ , tendo como referência o valor de  $R_K/i$  ou o de um padrão convencional, e considerando os valores calculados para as respectivas incertezas-padrão combinadas. Salienta-se, na parte superior desta figura, a incerteza típica associada à utilização de um Comparador de Corrente Criogénico (0,030  $\mu\Omega/\Omega$ ), correspondente às actuais capacidades da maioria dos NMI europeus. No entanto, a utilização do pontenciómetro de Josephson implementado veio permitir a realização da unidade eléctrica de resistência com uma incerteza de 0,045  $\mu\Omega/\Omega$ , assegurando a sua rastreabilidade a nível primário, materializada por um padrão intrínseco e *universal*.

A utilização do pontenciómetro de Josephson permite ainda realizar a calibração de padrões convencionais, para a disseminação da unidade, com valores de incerteza substancialmente inferiores aos até agora obtidos com comparadores de corrente contínua ou métodos potenciométricos clássicos.

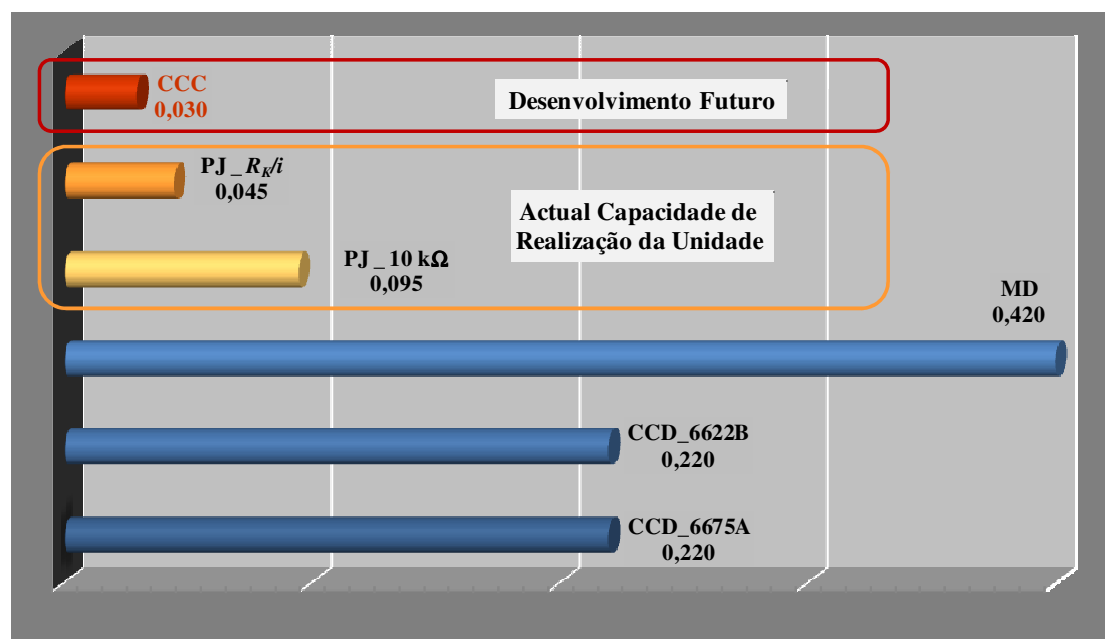


Figura 6.16 – Valores de incerteza-padrão combinada associados à calibração de um resistência de valor nominal 10 k $\Omega$ , utilizando métodos distintos e tendo como referência  $R_K/i$  ou um padrão convencional.

## 7. Conclusões e Desenvolvimento Futuro

Tal como definido inicialmente e de acordo com a actividade do Laboratório Primário de Electricidade, este trabalho teve como foco principal a criação de meios técnicos adequados para assegurar a rastreabilidade nacional no domínio da resistência DC, tendo como base o valor convencionalmente adoptado da constante de von Klitzing para a realização do ohm utilizando o efeito Hall quântico, bem como a transferência de valores óhmicos de amostras de Hall quantificadas para resistências-padrão convencionais. Pretendia-se também que esta abordagem permitisse a diminuição dos valores de incerteza associados a uma calibração clássica (da ordem de 1 parte em  $10^6$ ).

Estando a temática central deste trabalho intimamente relacionada com a metrologia, a medição e o seu resultado, foi descrita no capítulo 1 a actual situação metrológica no domínio eléctrico, tendo sido equacionados os objectivos propostos e as opções a adoptar.

O enquadramento histórico relativamente aos padrões materiais e respectivas unidades do SI, bem como uma perspectiva da sua evolução, definição e representação, destacando-se a temática da redefinição do SI, são aspectos considerados no capítulo 2.

A apresentação dos conceitos teóricos relativos aos efeitos quânticos de Josephson e Hall, bem como a descrição de alguns dos métodos de medição associados a padrões de resistência DC são considerados no capítulo 3.

O capítulo 4 descreve os sistemas quânticos de Josephson e Hall, bem como o potenciómetro de Josephson. Todo este conjunto, excepto o crióstato, no interior do qual é colocada a amostra de Hall e a respectiva instrumentação utilizada para o EHQ, foram instalados no interior de uma câmara blindada, de modo a minimizar as interferências electromagnéticas externas. O controlo e a parametrização da instrumentação, bem como a aquisição e o processamento de dados são efectuados remotamente por interface de comunicação IEEE-488 e através de fibra óptica.

Considerando o nível de exactidão pretendido quer para a caracterização de amostras de Hall quer para a medição de resistências-padrão ( $\approx 0,01 \mu\Omega/\Omega$ ) foi necessário equacionar opções alternativas, que minimizassem os efeitos intrínsecos e especificações de alguns equipamentos utilizados (estabilidade, ruído, ganho, erros de zero e de linearidade), nomeadamente, da fonte de corrente que alimenta as amostras de Hall e dos voltímetros digitais de elevada exactidão para a medição das diferenças de potencial aos terminais da amostra e dos padrões a comparar.

Assim:

- Foi implementada uma fonte de corrente constante, baseada em referências electrónicas de tensão de elevada estabilidade, utilizadas em modo *flutuante*, e em resistências de valor nominal seleccionável. Esta fonte possui um intervalo de utilização entre 10  $\mu\text{A}$  e 1 mA, tendo-se obtido valores de estabilidade da ordem de  $1 \cdot 10^{-8}$ ;
- Foram caracterizados dois voltímetros digitais, um de 8 ½ dígitos e resolução de 1 nV e outro de 6 ½ dígitos e resolução de 10 nV, no que se refere à determinação do ganho, erro de zero e erro de linearidade, através do EJ; este estudo possibilitou a determinação destes parâmetros com uma incerteza-padrão, respectivamente, de 0,9  $\mu\text{V}$ , 0,5  $\mu\text{V}$  e 50 nV, considerando o intervalo de medição de 20 mV.

Dada a complexidade associada aos sistemas experimentais, foi fundamental assegurar a sua completa automatização. Com este objectivo, foram implementados módulos aplicativos, em ambiente de programação gráfica *LabView*, para a parametrização instrumental, aquisição e processamento de dados. Em particular, o módulo aplicativo relativo ao potenciómetro de Josephson possibilita a determinação dos valores da medição de uma resistência-padrão, a partir da razão entre dois valores de tensão, considerando as correcções com a temperatura. Este método avalia ainda a respectiva incerteza associada, de acordo com metodologia GUM, a partir do modelo matemático considerado e de acordo com a distribuição de densidade de probabilidade, coeficientes de sensibilidade e número de graus de liberdade de cada componente.

Neste âmbito, foi também possível construir uma ferramenta para a gestão de grandes conjuntos de dados, correspondente a estudos de amostras de Hall, e organizar sob a forma de base de dados, toda a informação relativa a resistências-padrão convencionais. Estas bases de dados possibilitam a realização de estudos a longo prazo, avaliando e prevendo estatisticamente os respectivos valores e incertezas associadas, garantindo uma maior qualidade e fiabilidade dos resultados obtidos e disseminados.

Relativamente aos sistemas de medição considerados para a calibração de padrões, foram definidos os respectivos modelos matemáticos, a partir dos quais foi estimada e avaliada a respectiva incerteza de medição considerando a metodologia GUM e o método probabilístico de simulação numérica de Monte Carlo. Da análise comparativa dos resultados obtidos no capítulo 5, tendo como objectivo a validação da primeira abordagem, conclui-se que:



- Os valores associadas à grandeza de saída, obtidos através das metodologias GUM e MMC, evidenciam uma excelente concordância ( $\approx 10^{-11}$  para o potenciômetro de Josephson), desprezável face à respectiva exactidão ( $\approx 10^{-8}$ );
- Por outro lado, a obtenção de um valor de incerteza superior quando se utiliza a metodologia GUM, permite validar a sua aplicação relativamente ao método de medição considerado, bem como as medidas para a realização da referida unidade eléctrica.

A selecção de amostras de Hall cujas características permitissem a sua utilização como padrão quântico de referência de resistência DC para a calibração de padrões convencionais, com incertezas da ordem de algumas partes em  $10^8$ , foi avaliada no capítulo 6, tendo sido utilizadas heteroestruturas de GaAs/AlGaAs obtidas no âmbito de um projecto EURAMET.

De acordo com os sistemas experimentais e os módulos aplicativos implementados foi realizada a calibração absoluta de duas resistências-padrão convencionais de valor nominal 10 k $\Omega$  (J207 e J211), através do potenciômetro de Josephson e tendo como referência o valor quantificado  $R_K/i$  associado à constante de von Klitzing. Foram obtidos valores de desvio-padrão experimental da média de 2 partes em  $10^8$  (0,024  $\mu\Omega/\Omega$ ) e incerteza-padrão combinada da mesma ordem de grandeza (0,048  $\mu\Omega/\Omega$ ).

A utilização do potenciômetro de Josephson evidenciou um excelente desempenho na medição de razões (1:1 e 1:10) entre padrões convencionais, tendo sido efectuada a calibração de 3 resistências-padrão de valor nominal 100  $\Omega$ , 1 k $\Omega$ , 10 k $\Omega$ . Dado que o componente de maior peso nos respectivos balanços de incerteza é devido à variação térmica dos próprios padrões, se considerarmos o padrão de valor nominal 10 k $\Omega$  em contentor termostabilizado próprio, o valor de incerteza-padrão obtido foi de 0,095  $\mu\Omega/\Omega$ . Este aspecto tem especial importância para a disseminação da unidade na comunidade metrológica nacional, com valores de incerteza substancialmente inferiores aos até agora obtidos com comparadores de corrente contínua ou métodos potenciométricos clássicos.

A comparação e a validação destes resultados, bem como do modelo matemático e do respectivo balanço de melhor incerteza foi também concretizada através da realização de estudos comparativos entre o potenciômetro de Josephson e entre dois comparadores automáticos de corrente contínua e um potenciômetro clássico, tendo-se obtido uma concordância, no caso mais desfavorável, de 0,027  $\mu\Omega/\Omega$ .

Em síntese, destaca-se aquela que se considera a conclusão fundamental resultante dos vários aspectos acima referidos, ou seja:

*A utilização do potenciómetro de Josephson implementado veio permitir a realização da unidade eléctrica de resistência DC através de constantes fundamentais com uma incerteza de  $0,045 \mu\Omega/\Omega$ , assegurando a sua rastreabilidade a nível primário, materializada por um padrão intrínseco e universal.*

Como desenvolvimento futuro salienta-se a importância de minimizar a influência da variação térmica dos padrões convencionais a medir que constitui actualmente e de modo sistemático a maior contribuição em termos de balanço de incerteza. Isto é possível, por exemplo, através da utilização de banhos de ar termorregulados específicos.

Uma das soluções a considerar como desenvolvimento natural é a transferência e a calibração de resistências-padrão convencionais utilizando um comparador de corrente criogénico, dada a sua flexibilidade no que se refere à multiplicidade de razões possíveis, bem como aos respectivos níveis de incerteza associados.

Actualmente, a maioria dos NMI possuem CCC, que devido à multiplicidade de enrolamentos disponíveis, permitem a medição de várias razões de resistências, com valores típicos de incerteza associada da ordem de 1 parte  $10^9$  (cerca de 10 vezes inferior à actualmente obtida com o potenciómetro de Josephson implementado).

A utilização de outro tipo de amostras, tais como padrões quânticos baseados em conjuntos de amostras de Hall, em série ou em paralelo, aumentaria o intervalo de valores óhmicos disponibilizados por uma só amostra. Existem actualmente padrões quânticos de resistência de valores nominais entre  $100 \Omega$  e  $10 \text{ M}\Omega$ .

Vários NMI estão a estudar intensamente a aplicabilidade de amostras de grafeno (amostra semicondutora constituída por uma única camada de átomos de carbono), que possibilitam a observação do EHQ à temperatura ambiente [138]. Actualmente e ainda com temperaturas criogénicas ( $\approx 0,3 \text{ K}$ ) e campos magnéticos intensos ( $> 12 \text{ T}$ ) já é possível demonstrar a quantificação de um patamar ao nível de 1 parte em  $10^8$  [139-141].

Ainda na sequência deste trabalho, deverá ser encarado como desenvolvimento futuro a dinamização de um sistema experimental de EHQ em AC para a medição de condensadores-padrão, tendo por base o valor quantificado de amostras de Hall. Em 2003, o LME participou num projecto europeu [142], no âmbito do Programa SMT – "Standards

Measurements and Testing" coordenado pelo PTB, que tinha como objectivo o desenvolvimento de um sistema modular para a calibração de padrões de capacidade através do EHQ – AC.



**Anexo 1** – Características das principais leis de distribuição de probabilidade utilizadas para a determinação da incerteza do tipo B

A tabela a seguir apresentada resume algumas das características associadas às leis de distribuição de probabilidade [134]. É considerado o caso particular de distribuições centradas e de acordo com os limites de variabilidade associados a  $X_i$  utiliza-se o respectivo valor esperado e a raiz quadrada da variância da distribuição como estimativa de  $x_i$ , e a incerteza-padrão associada  $u(x_i)$ .

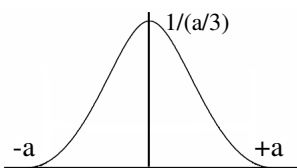
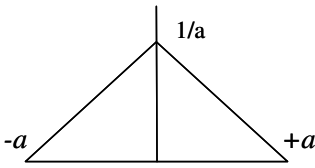
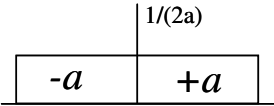
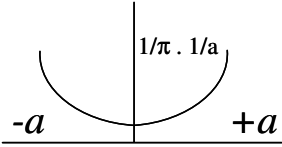
Distribuição Probabilidade (área $d = 2a$ )		Variância	Desvio-padrão
Normal 99,73% $a = 3\sigma$		$\frac{d^2}{36} = \frac{a^2}{9}$	$\frac{d}{6} = \frac{a}{3}$
Triangular		$\frac{d^2}{24} = \frac{a^2}{6}$	$\frac{d}{\sqrt{24}} = \frac{a}{\sqrt{6}}$
Rectangular ou Uniforme		$\frac{d^2}{12} = \frac{a^2}{3}$	$\frac{d}{\sqrt{12}} = \frac{a}{\sqrt{3}}$
Forma-em-U ou Deriv. Arco Seno		$\frac{d^2}{8} = \frac{a^2}{2}$	$\frac{d}{\sqrt{8}} = \frac{a}{\sqrt{2}}$

Tabela A1.1 – Características das leis de distribuição de probabilidade.

## Anexo 2 – Determinação da incerteza-padrão associada à rastreabilidade e à deriva da resistência de referência $R_S$

O valor do padrão de referência da valor nominal 10 k $\Omega$ , rastreado ao SI, é determinado, num dado instante, em função da sua deriva e a partir do respectivo histórico.

Considerando uma deriva linear e a partir do método dos mínimos quadrados [135], o valor de  $R_S(t)$ , para um dado instante  $t$ , é determinado do seguinte modo:

$$R_S(t) = R_I + ((t-t_1) * \Delta_{diário})$$

sendo:  $\Delta_{diário} = (R_2 - R_1) / (t_2 - t_1)$ , a deriva correspondente aos instantes  $t_1$  e  $t_2$ .

O valor total da incerteza, num dado instante  $t$ , é dado por:

$$Incert_{total} = \sqrt{(S_{totalSI})^2 + (S_{deriva})^2}$$

em que o valor correspondente à incerteza associada ao SI é dado pela seguinte relação:

$$S_{total\_SI} = \sqrt{(S_A(t))^2 + (S_B)^2}$$

sendo:

- $S_A^2(t) = S_0^2 / n + S_b^2 * R_0^2 * (t - \langle t \rangle)^2$  – a componente tipo A de incerteza associada à evolução temporal;
- $S_B$  – a componente tipo B de incerteza de calibração;
- $S_0$  – desvio-padrão experimental da diferença dos valores medidos pela calibração;
- $n$  – n.º total de medidas;
- $S_b$  – desvio-padrão experimental da deriva;
- $R_0$  – valor do padrão correspondente à data média  $\langle t \rangle$ .

A componente  $S_{deriva}$  é dada pelo produto entre o desvio-padrão experimental estimado do declive de todos os valores de calibração e  $(t - \langle t \rangle)$ .

## Bibliografia

1. B. N. Taylor, “New Internationally Adopted Reference Standards of Voltage and Resistance”, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, Vol. 94, n° 2, 95-103, 1989
2. B. N. Taylor and T. J. Witt, “New International Electrical Reference Standards Based on the Josephson and Quantum Hall Effects, *Metrologia*, 26, 47-62, 1989
3. T. J. Quinn, “News from the BIPM”, *Metrologia*, 26, 69-72, 1989
4. D. Reymann and T. Witt, “The new BIPM 1 V Reference Standard Based on an Array of Josephson Junctions” *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 38, n° 6, 1030-1035, 1989
5. Klaus von Klitzing, G. Dorda, and M. Pepper, “New method for high-accuracy determination of the fine structure constant based on quantized Hall resistance” *Phys. Rev. Letter* 45, 494-497, 1980
6. L. Bliok, E. Braun, F. Melchert, W. Shlapp, P. Warnecke, and G. Weimann, “Measurement of the Fine-Structure Constant by Means of the Quantized Hall Resistance” *Metrologia* 19, 83, 1983
7. F. Delahaye, “Technical Guidelines for Reliable Measurements of the Quantized Hall Resistance”, *Metrologia* 26, 63-68, 1989
8. F. Delahaye, B. Jeckelmann, “Revised technical guidelines for reliable measurements of the quantized Hall resistance”, *Metrologia* 40, 217-223, 2003
9. A. Hartland, R. Gareth Jones, B. P. Kibble and D. J. Legg, “The Relationship Among the SI Ohm, the Ohm at NPL and the Quantized Hall Resistance”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* IM-36, 208-213, 1987
10. T. Kinoshita, “The Anomalous Magnetic Moment of the Electron and the Quantum Electrodynamics Determination of the Fine Structure Constant”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* IM-36, 201-204, 1987
11. P. Giacomo, “News from BIPM”, *Metrologia*, 25, 113-119, 1988
12. T. Quinn, “News from BIPM”, *Metrologia* 26, 69-74, 1989
13. Vocabulário Internacional de Metrologia – VIM, Versão Portuguesa do Guia ISO/IEC 99, 3ª edição, IPQ, 2008, ISBN 972-763-000-6.

14. S. A. Kononogov, "Fundamental Problems in Metrology", Measurement Techniques, vol. 50, n° 1, 2007
15. BIPM 2005: Proc.-Verb. Com. Intern. Poids et Mesures, 94, 2006.
16. I. M. Mills, et al., "Redefinition of the kilogram, ampere, kelvin and mole: proposed approach to implementing CIPM recommendation 1 (CI-2005)", Metrologia 43, 227-246, 2006
17. iMERA 2005 "Implementing Metrology in the European Research Area" ([www.euramet.org](http://www.euramet.org))
18. H. Weiss, "Electrical measurement and instrumentation – Today and tomorrow", Elsevier Science Measurement, 12, 191-10, 1993
19. L. R. Pendrill, "Metrology: time for a new look at the physics of traceable measurement?", Europhysics news, vol. 37, 22-25, 2006
20. B. W. Petley, "Electrical Units – the Last Thirty Years", Metrologia 31, 495-502, 1994.
21. The International System of Units (SI), 8th edition, BIPM, 2006
22. D. Kind, T. Quinn, "Metrology: Quo Vadis?", IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 44, n° 2, 1995
23. Norma ISO 80000-1 Quantities and units - General, 1ª edição 2009
24. A. C. Lynch, "History of the electrical units and early standards", IEE Proceedings, vol. 132, n° 8, 1985
25. Norma IEC 80000-6 Quantities and units - Electromagnetism, 1ª edição 2008
26. B. N. Taylor, "Electrical Units, Fundamental Constants and the 1983 Least Squares Adjustment", IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. IM-34, n° 2, 1985
27. B. N. Taylor, "Basic Standards and Fundamental Constants", IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 38, n° 2, 1989
28. V. S. Tuninsky, "A Calculation of Changes in the Electrical Units", Metrologia 28, 385-395, 1991
29. B. W. Petley, "The Role of the Fundamental Constants of Physics in Metrology", Metrologia 29, 95-112, 1992



30. N. Elnékavé, “Étalons électriques et magnétiques progress récents”, Bulletin BNM n° 50, 33- 38, 1982
31. W. Schlesok, “Progress in the Realization of Electrical Units at the Board for Standardization, Metrology and Goods Testing (ASMW)”, IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-29, n° 4, 1980
32. Yu. V. Tarbeyev, E. T. Frantsuz, “Measuring Procedure to realize the Ampere by the Superconducting Mass Levitation Method”, Metrologia 29, 313-314, 1992
33. Helko van den Brom, et al, “Counting Electrons One by One – Overview of a Joint European Research Project”, IEEE Trans. Instrum. Meas. vol. 52, n° 2, 2003
34. T. Funck, V. Sienknecht, “Determination of the volt with the improved PTB voltage balance”, IEEE Trans. Instrum. Meas. Vol. 40, n° 2, 158-161, 1991
35. A. M. Thompson, “An Absolute determination of resistance based on a calculable standard of capacitance”, Metrologia 4, 1-7, 1968
36. R. D. Cutkosky, “New NBS measurements of the absolute farad and ohm” IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-23, 305-309, 1974
37. B. V. Hamon, “A 1-100  $\Omega$  build-up resistor for the calibration of standard resistors”, Journal of Scientific Instrum., vol. 31, 450-453, 1954
38. G. Leclerc, “Étalons représentatifs de l’ohm et du volt”, Metrologia 14, 171-174, 1978
39. G. W. Small, “Twenty Years of SI Ohm Determinations at NML”, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. IM-36, n° 2, 190-195, 1987
40. K. von Klitzing, G. Dorda, 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
41. G. Leclerc, “Rapport BIPM 85/9, 1985
42. K. Shida, T. Wada, et al, “SI Value of Quantized Hall resistance Based on ETL’s Calculable Capacitor”, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. IM-38, n° 2, 252-255, 1989
43. J. Q. Shields, R. F. Dziuba, H. P. Layer, “New Realization of the Ohm and Farad Using the NBS Calculable Capacitor”, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. IM-38, n° 2, 249-251, 1989

44. P. C. Coogan, et al., “Comparisons of the NML and NIST representations of the ohm using transportable  $1\ \Omega$ ,  $10\ \Omega$ ,  $10\ \text{pF}$ , and quantized-Hall-resistance standards” *Metrologia* 26, 229-234, 1989
45. T. J. Witt, F. Delahaye and D. Bournaud, ”The 1987 International Comparison of  $1\ \Omega$  Resistance Standards at the BIPM and the Resulting Agreement among Determinations of  $R_H$ ”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. IM-38, n° 2, 279-283, 1989
46. H. Bachmair, et al., “The von Klitzing resistance standard”, Elsevier, *Physica E* 20, 14-23, 2003
47. Barry Inglis, “Report to the CGPM Consultative Committee for Electricity and Magnetism (CCEM), 2007
48. M. Keller, “Current status of the quantum metrology triangle”, *Metrologia* 45, 102-109, 2008
49. F. Piquemal, G. Genevès, “Argument for a direct realization of the quantum metrological triangle”, *Metrologia* 37, 207-211, 2000
50. R. E. Elmquist, N. Zimmerman, W. Huber, “Using a High-Value Resistor in Triangle Comparisons of Electrical Standards”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 52, 590-593, 2003
51. M. Keller, et al., “Metrology Triangle Using a Watt Balance, a Calculable Capacitor and a Single-Electron Tunneling Device”, *Metrologia* 45, 330-334, 2008
52. M. Milton, J. Williams, A. Forbes, “The quantum metrology triangle and the re-definition of the SI ampere and kilogram; Analysis of a reduced set of observational equations”, 1-16, 2009
53. P. Becker, et al., “Considerations on future redefinitions of the kilogram, the mole and of other units”, *Metrologia* 44, 1-14, 2007
54. C. Schlegel, F. Scholz, M. Gläser, M. Mecke, G. Bethke, “Accumulation of 38 mg of bismuth in a cylindrical collector from a 2.5 mA ion beam”, *Metrologia* 44, 24-28, 2007
55. N. Kuramoto, K. Fujii, “Absolute Volume Measurement of Silicon Spheres at NMIJ”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 54, 854-859, 2005
56. B. P. Kibble, “A measurement of the gyromagnetic ratio of the proton by the strong field method *Atomic Masses and Fundamental Constants*”, vol. 5, ed. J. H. Sanders and A. H. Wapstra (New York: Plenum), 1976

57. A. Eichenberger, et al, "Tracing Planck's constant to the kilogram by electromechanical methods", *Metrologia* 40, 356-365, 2003
58. A. Picard, H. Fang, M. Stock, "Progress on the BIPM Watt Balance", *IMEKO 20<sup>th</sup>*, 2007
59. A. Picard, H. Fang, E. Mirandés, M. Stock, "The BIPM watt balance for the future realization of the mass unit", *Congres International de Metrologie*, Paris, 2009
60. I. A. Robinson, B. Kibble, "An Initial Measurement of Planck's constant using the NPL Mark II Watt Balance", *Metrologia* 44, 427-440, 2007
61. Volkmar Kose, "Recent Advances in Josephson Voltage Standards", *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, IM-25, n° 4, 483-489, 1976
62. R. Pöpel, "The Josephson Effect and Voltage Standards", *Metrologia* 29, 153-174, 1992
63. J. S. Tsai, et al., "High-Precision Test of the Universality of the Josephson Voltage-Frequency Relation", *Phys. Rev. Lett.*, 51, 316-319, 1983
64. Clark Hamilton, et al, "Operation of NIST Josephson Array Voltage Standard" *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, vol. 95, n° 3, 1990
65. T. Endo, et al, "High accuracy Josephson potentiometer", *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, IM-32, 267-271, 1983
66. R. Pöpel, et al, "Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Nb Josephson Voltage Standards at 1 V and 10 V", *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, IM-40, 298-300, 1991
67. C. Hamilton, C. Burroughs, "Performance and Reliability of NIST 10 V Josephson Arrays", *IEEE, Trans. on Instrum. and Meas.*, vol. 44, n° 2, 238-240, 1995
68. Yasuhiko Sakamoto, "Experimental study on millimeter wave attenuation in Josephson junction striplines for voltage standards", *PTB-Mitteilungen* 104, n° 3, 151-157, 1994
69. Jean-Pierre Lo-Hive, et al., "Characterization of binary Josephson series arrays of different types at BNM-LNE and comparison with conventional SIS arrays", *IEEE, Trans. on Instrum. and Meas.*, vol. 52, n° 2, 516-520, 2003
70. C. A. Hamilton, et al, "Josephson D/A converter with fundamental accuracy", *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 44, 223-225, 1995

71. Ilya Budovsky, et al, “AC-DC Transfer Comparator for the Calibration of Thermal Voltage Converters Against Josephson Alternating Voltage Standards”, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 52, 538-541, 2003
72. Panu Helistö, et al, “AC Voltage Standard Based on a Programmable SIS Array”, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 52, 533-537, 2003
73. R.Behr, et al., Application of Josephson series arrays to a DC quantum voltmeter”, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 50, 185-187, 2001
74. F. Piquemal, et al., “Argument for a direct realization of the quantum metrological triangle”, Metrologia, vol. 37, 207-211, 2000
75. Joint Research Program for Project EURAMET T4.J03 – JOSY, October 2009
76. K. von Klitzing, “The quantized Hall effect”, Rev. Mod. Phys., 58, 519-531, 1986
77. K. von Klitzing, “25 Years of Quantum Hall Effect: A Personal View on the Discovery, Physics and Applications of this Quantum Effect”, Séminaire Poincaré 2, 1-16, 2004
78. T. Englert and K. von Klitzing, “Analysis of  $\rho_{xx}$  minima in surface quantum oscillations on (100) n-type silicon inversion layers”, Surf. Sci. 73, 70-80, 1978
79. E. Borie, “The Role of the Fine-Structure Constant in QED”, Metrologia 22, 140-145, 1986
80. K. von Klitzing, “The quantized Hall effect”, Reviews of Modern Physics, vol. 58, nº 3, 1986
81. A. Hartland, “The quantum Hall Effect and Resistance Standards”, Metrologia 29, 175-190, 1992
82. R. E. Prange, S. M. Girvin, “The Quantum Hall Effect” 2nd Ed., Springer-Verlag, ISBN 3-540-97177-7, 1990
83. F. Delahaye, “Present State of Quantized-Hall Resistance Metrology”, Metrologia 25, 73-79, 1988
84. B. Jeckelmann, et al, “Material, Device and Step Independence of the Quantized Hall Resistance”, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 44, nº 2, 269-272, 1995
85. A. Hartland, R. G. Joners, B. P. Kibble, and D. J. Legg, “The Relationship between the SI Ohm, the Ohm at NPL, and the Quantized Hall Resistance”, IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-36, nº 2, 208-213, 1987

86. B. M. Wood, and M. D'Iorio, "Quantum Hall Measurements from 4 K to 20 mK", IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-36, 218-221, 1987
87. F. Piquemal, et al, "Report on a Joint BIPM-EUROMET Project for the Fabrication of QHE Samples by LEP", IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-42, 264-268, 1993
88. F. Delahaye, and D. Dominguez, "Precise Quantized Hall Resistance Measurements in GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As and In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As/InP Heterostructures", Metrologia 22, 103-110, 1986
89. A. Tsukazaki, et al, "Quantum Hall Effect in Polar Oxide Heterostructures", Science 9, vol. 315, no. 5817, 1388 - 1391, March 2007
90. A. J. M. Giesbers, et al, "Quantum resistance metrology in graphene", Applied Physics Letters, vol.93, n° 2, 2221091-2221093, 2008
91. "The quantum Hall effect in a twin pack", PTB news, n° 2, 2008
92. G. Landwehr, "The discovery of the Quantum Hall effect", Metrologia 22, 118-127, 1986
93. Beat Jeckelmann and Blaise Jeanneret, "The quantum Hall effect as an electrical resistance standard", Institute of Physics Publishing, Rep. Prog. Phys. 1603-1655, 2001
94. B. Jeckelmann, A. D. Inglis and B. Jeanneret, "Are anomalous values of the quantized Hall resistance really anomalous?", Metrologia 33, 499-502, 1996
95. Alexandre Bounouh, et al, "Quantum Resistance Standards With Double 2DEG", IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 52, 555-558, 2003
96. W. Poirier, et al, " $R_K/100$  and  $R_K/200$  quantum Hall array resistance standard", J. Applied Physics, vol. 92, n°5, 2844-2854, 2002
97. W. Poirier, et al, "A new generation of QHARS: discussion about the technical criteria for quantization", Metrologia 41, 285-294, 2004
98. Kevin C. Lee, "Bonding Wires to Quantized Hall Resistors", IEEE Trans. Instrum. Meas., Vol. 44, n° 2, 249-253, 1995
99. R. Willet, J. P. Eisenstein, H. L. Stormer, D. C. Tsui, A. C. Gossard and J. H. English, Phys. Rev. Lett. 59, 1776-1779, 1987

100. A. Hartland, G. J. Davies and B. Wood, "A Measurement System for Determination of  $h/e^2$  in Terms of SI ohm and Maintained ohm at NPL", IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-34, 309-314, 1985
101. B. W. Ricketts and M. E. Cage, "Quantized Hall Resistance Measurement at the NML", IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-36, n° 2, 245-251, 1987
102. G. Boella and G. M. Reedtz, "The representation of the Ohm Using the Quantum Hall Effect at IEN", IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-40, n°2, 245-248, 1991
103. Tadashi Endo, Y. Murayama, M. Koyanagi, J. Kinoshita, K. Inagaki, C. Yamanouchi, K. Yoshihiro, "Measurement System for Quantum Hall Effect Utilizing a Josephson Potentiometer", IEEE Trans. Instrum. Meas., Vol. IM-34, No. 2, 323-3271, June 1985
104. P. Warnecke, et al, "High-Precision Resistance ratio Measurements by a Novel Josephson Potentiometer", IEEE Trans. Instrum. Meas., Vol. IM-36, n° 2, 249-251, June 1987
105. D. Braudaway, "Precision Resistors: A Review of Material Characteristics, Resistor, Design, and Construction Practices", IEEE Trans. Meas. Instrum., vol. 48, n° 5, 1999
106. T. Witt, "Electrical resistance standards and the quantum Hall effect", Review of Scientific Instruments, vol. 69, n° 8, 1998
107. H. Karlsson and T. Sørdsal, "Pressure coefficients of 1  $\Omega$  Thomas-type resistance standards", Metrologia 32, 389-391, 1996
108. Dunn, A. F., "Increased Accuracy for Resistance. Measurements", IEEE Trans. Instrum. Meas., IM-5, 220-226, 1966
109. R. E. Elmquist, R. F. Dziuba, "Loading effects in resistance scaling", IEEE Trans. Instrum. Meas. 46, 322-324, 1997
110. F. Delahaye, "DC and AC Techniques for Resistance and Impedance Measurements", Metrologia 29, 81-93, 1992
111. F. Delahaye, D. Bournaud, T. Witt, "Report on the 1990 International Comparison of 1  $\Omega$  and 10 k $\Omega$  Resistance Standards at the BIPM" Metrologia 29, 273-283, 1992
112. W. J. M. Moore and P. N. Miljanic, "The Current Comparator", ISBN 0 86341 112 6, 1988

113. F. Delahaye, "An AC-Bridge for Low-Frequency Measurements of the Quantized Hall Resistance", IEEE 40, n° 6, 883-888, 1991
114. D. B. Sullivan and R. F. Dziuba, "A low temperature direct-current comparator bridge" IEEE, Trans. Instrum. Meas., IM-23, 256-260, 1974
115. F. Delahaye, "A Double Constant Current Source for Cryogenic Current Comparators and its Applications", IEEE trans. Instrum. Meas., IM-27, 426-429, 1978
116. F. Delahaye, D. Reymann, "Progress in Resistance Ratio Measurements Using a Cryogenic Current Comparator at LCIE", IEEE trans. Instrum. Meas., IM-34, 316-319, 1985
117. T. Witt, D. Reymann and D. Avrons, "An accurate 10 k $\Omega$  resistance measurement system", IEEE Trans. Instrum. Meas., IM-40, 271-273, 1991
118. A. Hartland, "The Quantum Hall Effect and resistance Standards", Metrologia 29, 175-190, 1992
119. L. F. Ribeiro, M. C. Nunes, "Implementação do Efeito de Josephson no Laboratório Primário Português para as Grandezas Eléctricas", VI SEMETRO – 6º Seminário Internacional de Metrologia Eléctrica, Rio de Janeiro - Brasil, 21 a 23 de Setembro 2005
120. D. Reymann, S. Solve, M. Nunes, L. Ribeiro, "Comparison of the Josephson Voltage Standards of the INETI and BIPM", 1-11, Rapport BIPM-2006/03
121. I. Godinho, M. Nunes, "Implementação de Um Padrão Primário de Resistência Baseado no Efeito de Hall Quântico", 1ª Conferência Nacional "Medir Mais e Melhor", SPMet, Lisboa, 28-29 de Novembro de 2005
122. L. Ribeiro, M. Nunes, "Estudo e Caracterização de Nanovoltímetros Digitais", 1ª Conferência Nacional "Medir Mais e Melhor", Sociedade Portuguesa de Metrologia, Lisboa, 2005
123. J. Giem, "Sub-ppm Linearity Testing of a DMM Using a Josephson Junction Array"; IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 40, n° 2, 329-332, 1991
124. M. Nunes, L. Ribeiro, "Desenvolvimento e construção de uma ponte de Wheatstone modificada, para a medição de resistências de alto valor óhmico"; ref. 648/162, 1º Congresso Nacional da Qualidade, Cidade Universitária, Lisboa; Junho 2000

125. L. Ribeiro, M. Nunes, "Software Application For Semi-Automatic Measurement Of High Value Standard Resistors"; in proc. of Trends In Electrical Measurement And Instrumentation; ISBN 972-98115-4-7; (11th TC-4 Symposium) 208/211, IST – Lisboa, 2001
126. I. Godinho, L. Ribeiro, M. Nunes, "Implementação de Algoritmos no Domínio da Resistência Quântica de Hall", 2ª Conferência Nacional SPMet - Sociedade Portuguesa de Metrologia, Funchal, 3 e 4 de Outubro 2007
127. L. Ribeiro, I. Godinho, A. Cabral, V. Oliveira, M. Nunes, J. Rebordão, "Aplicações Desenvolvidas no Âmbito da Metrologia Eléctrica e de Vibração no INETI", Fórum Tecnológico da Instrumentação, Teste, Medida e Controlo Industrial - NIDays 2007, organizado pela National Instruments Portugal, Centro de Congressos do Taguspark — Oeiras, 12 de Abril 2007
128. BIPM, IEC, IFCC, ILAC,ISO, IUPAP and OIML, "Evaluation of measurement data - Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)", Joint Committee for Guides in Metrology, JCGM 100, 2008
129. M. G. Cox, "The evaluation of key comparison data", Metrologia 39, 589-595, 2002
130. BIPM, IEC, IFCC, ILAC,ISO, IUPAP and OIML, "Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement – Propagation of distributions using a Monte Carlo method, Joint Committee for Guides in Metrology, JCGM 101, 2008
131. M. G. Cox, Berned R. L Siebert, "The use of a Monte Carlo method for evaluation uncertainty and expanded uncertainty", Metrologia 43, S178-S188, 2006
132. R. Kacker, B. Toman, D. Huang, "Comparison of ISO-GUM draft GUM Supplement 1 and Bayesian statistics using simple linear calibration", Metrologia 43, S167-S177, 2006
133. "Technical Manual for model 6675A Automatic Direct Current Comparator Resistance Bridge", Guildline Instruments Vol. I, TM6675A-C-00.
134. B. J. Ferreira Murteira, "Probabilidades e Estatística", vol. I, McGraw-Hill, 1979
135. M. G. Natrella, "Experimental Statistics", National Bureau of Standards, ISBN 0-471-79999-8, 1963



136. B. Jeckelmann, B. Jeanneret, “Influence of the Voltage Contacts on the Four-Terminal Quantized Hall Resistance in the Nonlinear Regime”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 46, n° 2, 276-280, 1997
137. Kevin Lee, “Dependence of Contact Resistance on Current for Ohmic Contacts to Quantized Hall Resistors”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 48, n° 2, 319-323, 1999
138. K. S. Novoselov, et al, “Room-Temperature Quantum Hall Effect in Graphene”, *Science* 9 March 2007: Vol. 315, n° 5817, p. 1379, DOI: 10.1126/science.1137201
139. T. J. Janssen, A. Tzalenchuk, “Quantum Hall resistance Standard based on Graphene”, ThB2-5, Conference on Precision Electromagnetic Measurements, 579-580, Coreia 2010
140. S. Novikov, A. Satrapinski and N. Lebedeva, “Characterisation of Epitaxial Graphene Structures”, TuP-77, Conference on Precision Electromagnetic Measurements, 293-294, Coreia 2010
141. J. Guignard, et al, “Fabrication and Electrical Characterisation of Exfoliated Graphene Based Devices”, TuP-72, Conference on Precision Electromagnetic Measurements, 283-284, Coreia 2010
142. J. Melcher, et al, “The European ACQHE Project: Modular System for the Calibration of Capacitance Standards Based on the Quantum Hall Effect”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, IM-52, 563-568, 2003

