

I.Mihai, F. Galliana

***Ponte automatico per elevate resistenze in corrente continua MI 6600A:
modalità di utilizzo ed approfondimento delle condizioni di misura***

R.T 02/2021

Gennaio 2021

I.N.R.I.M. TECHNICAL REPORT

Abstract

The technical report exploits the use the commercial measurement bridge, MI6600A Automated Dual Source High Resistance Ratio Bridge. It consists of two DC voltage calibrators, a signal interface, a Keihley 6514 electrometer to measure the current difference flowing through the two resistors placed on the two active arms of the bridge, and a personal computer. Details are provided on: measurement settings, waiting times, measurement modalities, measuring and processing files, shielding, connections, calibration of the bridge source, criticality of the measurements.

Sommario

Il rapporto tecnico approfondisce le modalità di utilizzo del ponte di misura commerciale, MI6600A Automated Dual Source High Resistance Ratio Bridge. Esso consiste in due calibratori di tensione continua, un'interfaccia del segnale, un elettrometro 6514 Keihley per misurare la differenza di corrente che passa i due resistori collocati sui due rami del ponte e un personal computer. Si forniscono dettagli su: impostazioni delle misure, tempi di attesa, di modalità di misura, files di misura ed elaborazione, schermatura e connessioni, taratura dei calibratori del ponte, criticità delle misure.

INDICE

<i>Paragrafo</i>	<i>pag.</i>
1. Introduzione	4
2. Resistori di alto valore: definibilità e specifiche	5
3. Metodi di misura per la taratura di resistori di alto valore all'INRiM	6
3.1 Indicazioni da confronti internazionali	7
4. Ponte di misura modello MI 6600A	8
4.1 Schermatura e connessioni	9
5. Operazioni di misura	10
5.1 Single Measurement e Multiple Measurement	11
5.1.1 Salvataggio dei dati e creazione dei files di configurazione di misura	12
5.1.2 Formato del file di misura e passaggio al file Excel	12
5.2 Taratura dei calibratori di tensione	13
5.3 Come impostare la misura. Esempio	15
5.4 Valori ottimali di tempo di attesa	19
5.5 Misure senza e con auto-update	21
5.6 Criticità	23
6. Discussione e conclusioni	24
Bibliografia	25

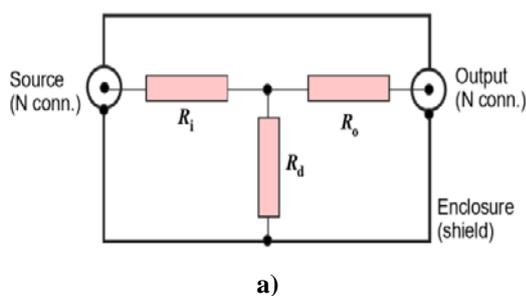
1. Introduzione

Fino agli inizi degli anni '90 le esigenze di riferibilità nel settore delle resistenze di elevato valore erano piuttosto marginali. Infatti nel panorama industriale la strumentazione che veniva verificata consisteva in misuratori di terra, d'isolamento etc. Pertanto i laboratori di taratura che si occupavano della verifica di tale strumentazione erano a loro volta dotati di apparecchiature di accuratezza piuttosto scadente. Inoltre erano molto poco diffusi i Centri di taratura accreditati per misure di resistenze di elevato valore e quindi anche le richieste di riferibilità e di accuratezza nelle tarature erano piuttosto contenute. Di conseguenza la riproduzione della scala di resistenza, in particolare per valori oltre $10\text{ M}\Omega$, avveniva in maniera sporadica ed il mantenimento della stessa era garantita da campioni di prestazioni piuttosto scadenti (tipicamente le cassette del tipo Welwyn che contenevano sette resistori di valore decadico da $1\text{ M}\Omega$ a $1\text{ T}\Omega$). Altri dispositivi in dotazione quali le cassette di trasferimento del tipo Hamon non garantivano una adeguata stabilità a medio e lungo termine. Particolarmente critica era la situazione delle capacità di taratura dell'IEN offerte all'utenza esterna le quali erano principalmente garantite dall'uso di un dispositivo di tipo commerciale (teraohmetro) la cui affidabilità ed il suo principio di funzionamento non erano facilmente verificabili dal punto di vista metrologico. All'INRiM attualmente le misure di alte resistenze in corrente continua da $1\text{ G}\Omega$ a $100\text{ T}\Omega$ sono effettuate mediante due metodi di misurazione [1]. Con questi metodi l'INRiM ha partecipato con risultati soddisfacenti ai confronti [2,3]. Il metodo DMM-Cal, si basa su un calibratore di tensione continua un multimetro digitale (DMM). Di solito opera all'INRiM da $1\text{ G}\Omega$ a $1\text{ T}\Omega$. Il secondo è basato su un ponte di Wheatstone modificato con due calibratori di tensione di tensione nei rami attivi e opera all'INRiM da $100\text{ G}\Omega$ a $100\text{ T}\Omega$ [1]. Inoltre, negli anni passati INRiM ha acquisito un ponte commerciale automatico operante da $100\text{ k}\Omega$ a $10\text{ P}\Omega$ la cui modalità operativa è simile al ponte INRiM e al sistema in [4]. Il rapporto tecnico approfondisce le modalità di funzionamento di tale ponte. Esso consiste in due calibratori programmabili di tensione [5] un'interfaccia di segnale MI 8100, un picoamperometro [6] per misurare la differenza di corrente fra i due resistori sui rami del ponte e un personal computer per la gestione delle misure. È stato acquisito altresì il software di gestione versione 2.0.8 installato sul mini computer integrato nella struttura. In seguito, in accordo con il costruttore, è stato poi aggiornato il software alla versione 2.2.0 con cui si è svolta l'indagine riguardo il presente rapporto tecnico.

2. Resistori di alto valore: definibilità e specifiche tecniche

Per le misure di resistenza di alto valore compreso tra $1\text{ G}\Omega$ e $1\text{ P}\Omega$ (o superiore), è importante la definizione del misurando il cui scopo è di definire una superficie geometrica chiusa e un insieme di condizioni elettriche al contorno, nel tentativo di escludere ogni effetto dovuto alle connessioni, cavi e alle proprietà elettromagnetiche dell'ambiente, in modo che i cambiamenti di questi non abbiano effetto sul risultato della misura. Nei campioni di resistenza, la superficie geometrica è spesso essere identificata da uno schermo, e le sezioni sono definite da connettori montati sulla custodia. Il resistore di alto valore è un resistore a tre terminali Source e Output (oppure Hi e Lo) ed un terminale connesso allo schermo, Fig. 1 a), 1 b).

In Fig. 1. a) la resistenza è il risultato di una rete di resistori divisori (R_i , R_o) ed il resistore di dispersione R_d . Considerando che il terminale Output e lo schermo sono allo stesso potenziale, la resistenza del misurando R_x tra il terminale source e terminale output è data dalla combinazione dei tre resistori.



In Fig. 1. b) il resistore ha due schermi (esterno ed interno). Lo schermo interno, parte in vetro parte in metallo, è caricato con un gas secco (argon) e contiene l'elemento resistivo. Le due estremità metalliche dello schermo interno sono isolate tra di loro e collegate ai connettori di tipo N isolati dallo schermo esterno. Un ulteriore terminale è utilizzato per collegamento al potenziale di terra.

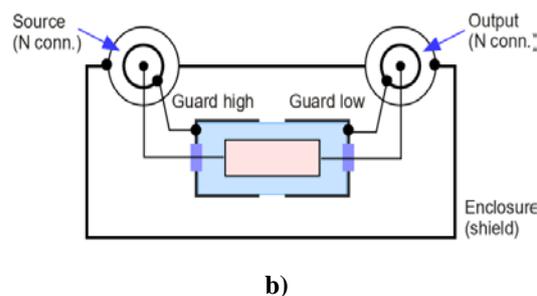


Figura 1. a), b). Rappresentazione di resistori di alto valore. Lo schermo confina all'interno la resistenza elettrica ed all'esterno i connettori Source e Output (port).

. In Fig. 2. a) e b) si riportano le foto di alcuni resistori di alto valore: 9337 Guidline ($1\text{ T}\Omega$) e MI 9331G ($100\text{ T}\Omega$). In Fig. 2. c) è visibile la struttura interna del resistore MI 9331G.



a)



b)



c)

Fig. 2. a), b). Resistori di alto valore mod. 9337 Guidline 1 TΩ e 9331G da 100 TΩ. c) Immagini all'interno del resistore 9331G MI, ove si osserva una capsula di contenimento del resistore, in ambiente a gas secco.

Per i resistori di alto valore i coefficienti di temperatura, e di tensione sono elementi da tenere in considerazione [3, 7]. La maggior parte dei resistori di alto valore commerciali hanno i coefficienti a catalogo, come ad esempio in Tabella 1.

Tabella 1. Esempio di valori di coefficienti di temperatura per i resistori di alto valore.

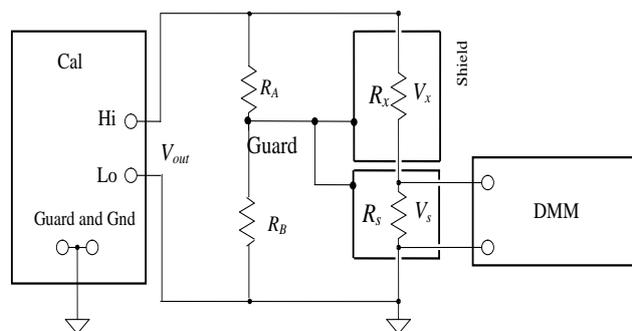
Model	Nominal Value Ohms	Tolerance ± ppm	Stability 1 Year	Stability 2 Years	TC 23 °C ± 5 °C	Maximum Voltage (& Gradient)
9331G/10 G	10 G	1 %	25 ppm	20 ppm	± 200 ppm/°C	1 kV (1 ppm/V)
9331G/100 G	100 G	1 %	200 ppm	50 ppm	± 200 ppm/°C	1 kV (5 ppm/V)
9331G/1 T	1 T	1 %	500 ppm	300 ppm	± 200 ppm/°C	1 kV (5 ppm/V)
9331G/10 T	10 T	5 %	700 ppm	500 ppm	± 200 ppm/°C	1 kV (25 ppm/V)
9331G/100 T	100 T	10 %	0.5 %	0.25 %	± 1 %/°C	1 kV (200 ppm/V)

3. Metodi di misura per la taratura di resistori di alto valore all'INRiM

All'INRiM, per la taratura dei resistori di alto valore vengono utilizzati due metodi (Fig. 3):

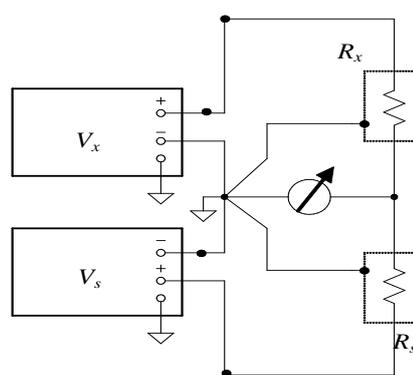
- a) basato sull'utilizzo di un multimetro e un calibratore;
- b) basato su un ponte di Wheatstone inserendo due calibratori di tensione nel ramo attivo del ponte. Tra i due metodi di misura il presente rapporto si focalizza sul ponte di Wheatstone modificato. Due rami del ponte Wheatstone tradizionale sono sostituiti da due calibratori di tensione continua.

In Fig. 3a) R_x viene confrontato con R_s per mezzo del multimetro.



a)

In Fig. 3b) R_x viene confrontato con R_s per mezzo di un ponte di Wheatstone modificato.



b)

Fig. 3 a), b). Metodi di misura per le resistenze di alto valore all'INRiM. R_x è il misurando mentre R_s è la resistenza campione.

Il rivelatore di zero (detector) è un picoamperometro idealmente con resistenza interna prossima a zero. La procedura si basa sull'impostazione di una tensione nominale fornita dal calibratore alto e una tensione fornita dal calibratore basso in modo da ottenere valori prossimi a zero al detector.

3.1 Indicazioni da confronti internazionali

Analizzando i risultati del confronto EURAMET.EM-S32 [3] a 1 T Ω e 100 T Ω alcuni spunti sono stati presi in considerazione per il miglioramento dell'utilizzo del ponte MI 6600A. Essi derivano da commenti di istituti nazionali partecipanti al confronto e che hanno fornito azioni correttive a seguito di risultati non del tutto soddisfacenti. Ad esempio VSL e KRISS hanno segnalato che bisogna analizzare attentamente alcuni aspetti del sistema di misura quali il rumore elettromagnetico, il rumore derivato dal *ground noise* oppure quello dovuto alla collocazione del *null-detector* rispetto al Ground dell'impianto elettrico, così come la realizzazione dell'impianto elettrico. Un altro commento riguardava il tempo di stabilizzazione, prima di effettuare le misure, che da un punto di vista teorico dovrebbe seguire l'andamento classico dovuto alla differenza della componente capacitiva e resistiva (RC) nei rami del ponte del rapporto resistivo, che richiede un tempo di attesa (*settle time*).

4. Ponte di misura MI 6600A

In Fig. 4 lo schema del ponte MI6600A. Il metodo di misura è analogo a quello del ponte di Wheatstone modificato

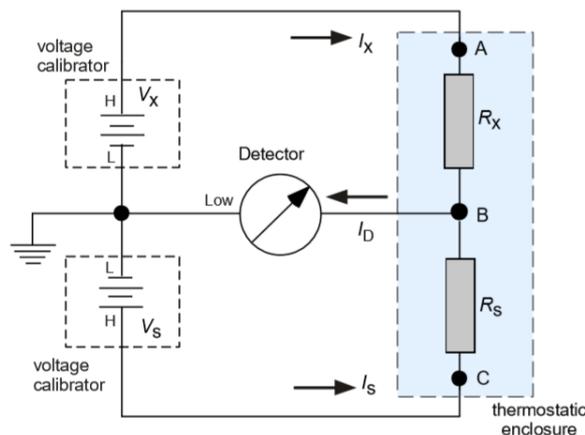


Figura. 4. Schema del ponte di misura Wheatstone modificato e del ponte MI6600A.

La corrente misurata dal picoamperometro risulta essere:

$$I_D = I_s + I_x = \frac{V_s}{R_s} + \frac{V_x}{R_x} \quad (1)$$

La condizione di funzionamento del ponte avviene in condizioni ideali, ove la corrente che scorre nel ramo con R_s è uguale alla corrente che scorre nel ramo con R_x , per cui $I_D \cong 0$ da cui otteniamo con alcuni passaggi:

$$R_x = -\frac{V_x}{V_s} \cdot R_s \quad (2)$$

Per dettagli si rimanda a [3]. Valgono le seguenti considerazioni:

- Le polarità delle tensioni V_x e della tensione V_s devono essere opposte.
- Siccome il valore di R_x dipende dal V_x e V_s è molto importante eseguire la taratura dei calibratori.
- Dato che non si può utilizzare il detector a corrente nulla per asimmetrie di rapporto, perdite, interferenze elettromagnetiche, collegamento del detector a terra, etc. è necessario impostare un valore limite fissato a priori, chiamato *unbalance window*;
- Per tensioni di 1 V queste sarebbero dell'ordine di quella del *burn-out* del detector [6]. È quindi consigliabile non effettuare misure sotto i 5 V.

- La misura è soggetta altresì a correnti parassite che si vanno a sommare a I_D . Ad esempio per effetto triboelettrico nei materiali utilizzati per i cavi di collegamento, per stress meccanico ed elettrochimico e per effetto della corrente generata sulla banda passante di circa 1Hz dei resistori per il loro rumore termico. La tensione di rumore termico a 23 °C e banda 1 Hz per un resistore da 100 TΩ è dell'ordine di 1,28 mV⁽¹⁾. In Fig. 5 si presenta una mappa degli effetti da considerare all'ingresso del amperometro.

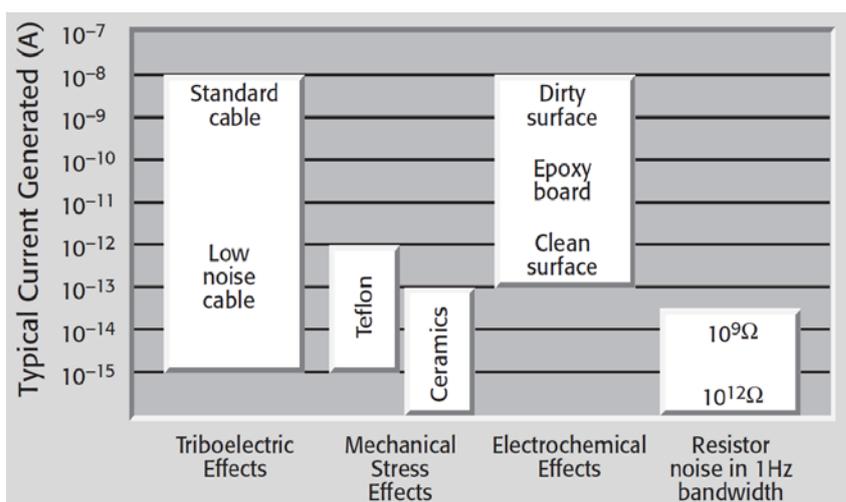


Figura. 5. La mappa di alcuni effetti fisici riscontrati nella misura di corrente di offset sull'ingresso del pico amperometro.

4.1 Schermatura e connessioni

Per minimizzare le problematiche descritte il ponte è stato collocato in un posto pulito, nella camera schermata interna al laboratorio Cp107 collegata a terra su impianto proprio, senza interferenza con altri strumenti del laboratorio e lontano dalle sorgenti di rumore elettromagnetico, essendo in una gabbia Faraday. Il collegamento agli impianti elettrici (di alimentazione e di terra) è stato accuratamente effettuato per ridurre il rumore elettromagnetico che potrebbe interferire con le misure. In Fig. 6a) viene schematizzata la schermatura e le connessioni del ponte nella camera schermata. Il computer è stato posizionato al di fuori della camera schermata per evitare le interferenze, ma all'interno del laboratorio. In questo modo è stato possibile utilizzare le risorse di rete abituali: cartelle, sistemi informatici gestionali, posta elettronica aziendale ed il ponte MI 6600A con il suo software di funzionamento. In Fig. 6 b) viene illustrato il collegamento al personal computer, fuori dalla camera schermata e il collegamento verso la VPN al computer per le attività in remoto.

¹ da <https://www.daycounter.com/Calculators/Thermal-Noise-Calculator.phtml>

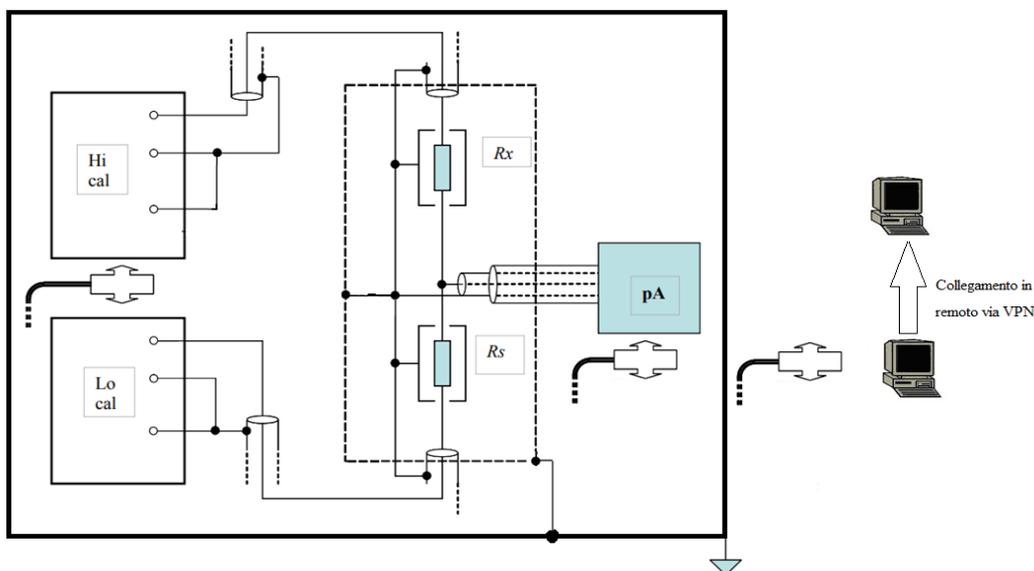


Figura 6a). Schema del ponte di misura MI 6600A in condizioni di funzionamento senza interferenze elettromagnetiche, generata da compresenza di altri strumenti e con il riferimento a terra.

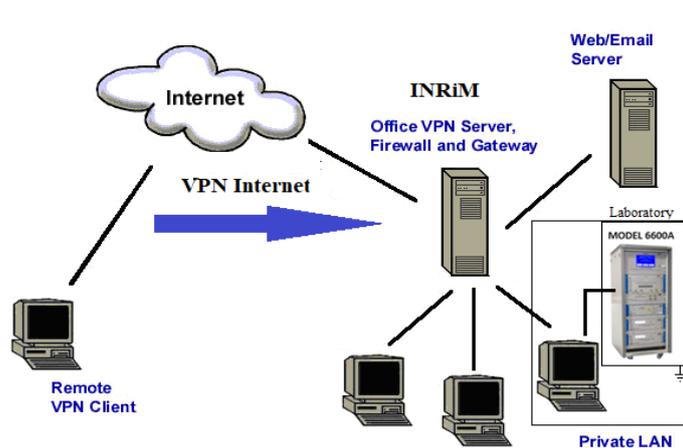


Figura 6b). Collegamento al personal computer, fuori dalla camera schermata, e il collegamento verso Internet VPN al computer per le attività in remoto.

Per l'utilizzo del ponte, è stato utilizzato il manuale [8]. Inoltre, è stato installato il software di utilizzo del ponte in versione 2.2.0 su un personal computer esterno al ponte.

5. Operazioni di misura

Nel laboratorio le condizioni ambientali ottimali sono: $(23 \pm 1) ^\circ\text{C}$ e $(45 \pm 10) \% \text{UR}$. I due resistori a confronto, indicati sullo strumento come R_1 e R_2 (R_x e R_s), sono collegati al pannello frontale del ponte ai terminali frontali R1 oppure R2 dell'unità 8100 *Input Signal Interface* per mezzo di cavi coassiali

RG58 forniti dal costruttore in corrispondenza ai calibratori S1 oppure S2 (Fig. 7). I resistori sono mantenuti in un contenitore termostatico a $(23,0 \pm 0,1)$ °C e umidità relativa $< 40\%$ UR.

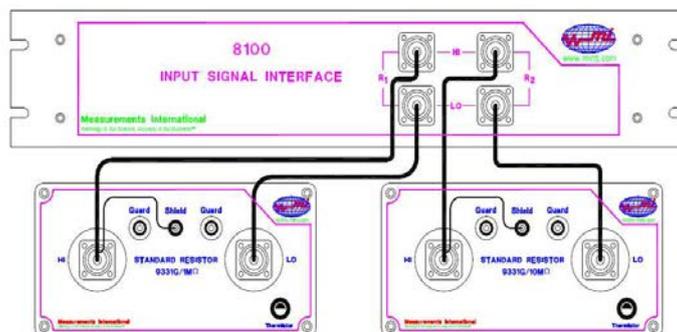


Figura 7. Collegamenti dei resistori al pannello frontale del ponte.

5.1 Misure di rapporto in modalità Single e Multiple

Il software di utilizzo del ponte versione 2.2.0 propone due modalità di misura di rapporto. Dal menu principale, per mezzo del pulsante Bridge Mode si apre un file con le opzioni a pulsante: *Single Measurement* oppure *Multiple Measurements*. In Fig. 8 a sinistra si riporta la videata del software per la misura di rapporto in modalità Single mentre a destra si riportano i parametri da impostare:

- tensione di misura,
- tempo di attesa prima di effettuare una misura, (*settle time*);
- numero di misure del detector trascorso il settle time);
- numero di misure (*statistics*) in base alle quali il software calcola valore ed incertezza di R_x ;
- valore di *unbalance window* secondo i valori minimi impostati dal costruttore a seconda del rapporto e dei resistori a confronto.

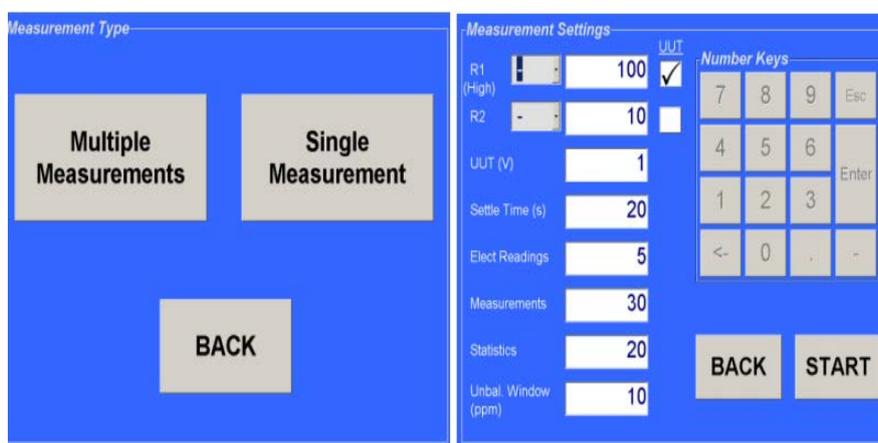


Figura 8. Videata del software per misure in modalità single in rapporto 10:1. UUT è il misurando (*unit under test*).

Quando si vuole conoscere il valore del rapporto a diverse tensioni di misura e ricavare ad esempio la dipendenza dalla tensione è necessario eseguire le misure in modalità Multiple. Essa consente una successione di misure a diversi valori di tensione per lo stesso rapporto, senza dover riprogrammare il ponte in modalità Single e per ciò potrebbe essere considerata come ripetizioni multipla di questa funzione, eventualmente in condizioni diverse. Il pulsante *Multiple Measurements* condurrà la schermata dove è stato creato un file con il programma che può essere selezionato per l'esecuzione.

5.1.1 Salvataggio dei dati e creazione dei files di configurazione di misura

Il programma software è stato installato nella cartella raccomandata dal costruttore, così come tutte le cartelle per il salvataggio dei file di impostazione e archivio delle misure [8] § 6.2.5. Il file di elaborazione dati può essere ottenuto direttamente in formato Excel per un'ulteriore elaborazione a partire dal file 6600A Output Macro.xls indicato in Fig. 9 insieme alla sua collocazione su disco rigido nel percorso indicato in Fig. 26 di [8]. Il software aggiunge i seguenti tipi di file man mano che vengono eseguite le misure e vengono ottenuti i dati:

Misure: C:\Program Files\6600A\Data*.mea;

Storicità: C:\Program Files\6600A\Data*.his;

Taratura dei calibratori: C:\Program Files\6600A\Data*.cal;

Configurazione resistori: C:\Program Files\6600A\Programs*.ids;

Programmi: C:\Program Files\6600A\Programs*.prg.

Per la creazione dei file di configurazione dei resistori si segue il § 6.2.2 di [8]. I resistori campione sono memorizzati in un file con il nome Standard.res.ids. I files "*Measurand Resistor*" sono memorizzati nella tabella dei resistori. Tutti i files dei resistori hanno estensione ids. In alternativa, è possibile caricare la configurazione dei resistori cliccando sui pulsanti di opzione sulla griglia delle informazioni dei resistori precedentemente salvate ([8] §5.3, Fig. 11).

5.1.2 Formato del file di misura e passaggio al file Excel

Dal menu principale, premendo "*Files & Directory Setup*" si accede al menu utilizzato per gestire i *files*. Ciò consente l'accesso ad un menu o digitando il percorso desiderato (*path*) o utilizzando le finestre sul lato destro dello schermo. Facendo clic sul pulsante "Apri file Excel" si avvia la macro di

estrazione dati 6600A in Excel dove ad es. è possibile caricare rapporti di misura. La sezione "Salva misure correnti" viene utilizzata per salvare il file informazioni visualizzate sulla schermata principale in un file.

5.2 Taratura dei calibratori di tensione

Per la taratura dei calibratori, in seguito con S_1 e S_2 il costruttore consiglia l'utilizzo dei multimetri per la misura della tensione continua del tipo 8000A/8001A oppure HP 3458A. Per ulteriori dettagli si fa riferimento a [8] § 4.6. Il confronto tra un calibratore e il multimetro HP 3458A viene effettuato per mezzo del software fornito dal costruttore ed utilizzando i collegamenti suggeriti dal costruttore e riportati in Fig. 10. Il multimetro va collegato sia alla scheda IEEE 488 del ponte che ai terminali frontali R1 oppure R2 dell'unità 8100 per mezzo di un cavo coassiale RG58 in corrispondenza dei calibratori S1 o S2.

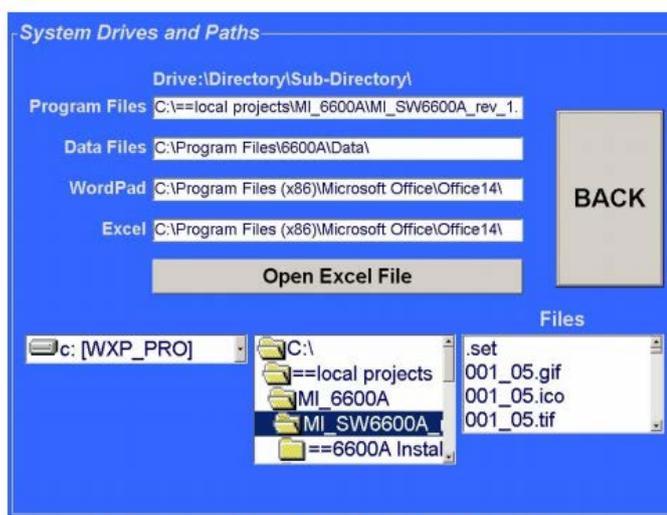


Figure 26 System Drives and Paths Screen

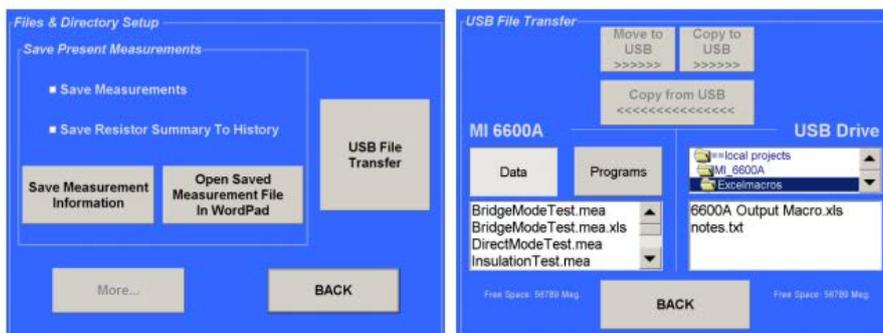


Figura 9. Salvataggio dei file di impostazione e archivio delle misure.

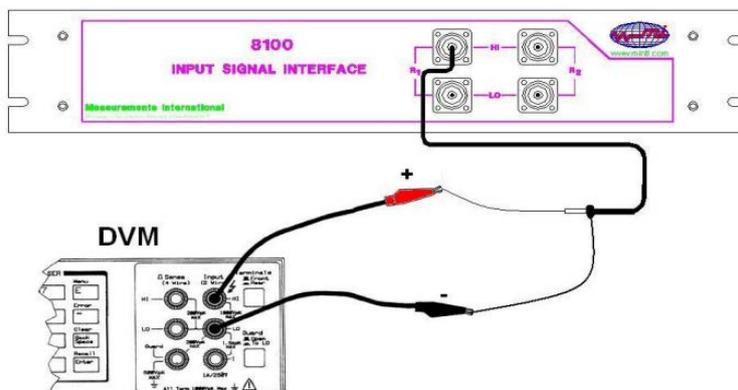


Figura 10. Collegamento per la taratura dei calibratori di tensione.

Il programma *Source Calibration* genera un file con i dati di taratura dei calibratori di tensione. In seguito vengono registrate le misure di taratura, la versione del software e la data di taratura per ognuno dei calibratori. Inoltre vengono calcolate la differenza espressa in termini relativi e l'incertezza estesa di taratura dei calibratori. Essi vengono presentati come esempio e solo per il calibratore S_1 in Tabella 2. Il software consente per mezzo del tasto *Apply in Meas* di utilizzare oppure non utilizzare la taratura dei calibratori ed applicare il coefficiente di correzione. Questi dati vengono utilizzati dal programma di gestione MI 6600A versione 2.2.0 per il calcolo del rapporto e di R_x . Nel caso i calibratori siano fuori specifica esse vengono allineate tramite l'interfaccia RS232 installata sul pannello posteriore delle stesse.

Tabella 2. Esempio di risultati della taratura della sorgente S_1 .

MI	6600A	Software	Version 2.2.0
V impostata	V misurata	Δ (ppm)	Inc (ppm)
1	0,99998407	-15,93	0,26
2	1,99997000	-15	0,11
5	5,00002319	4,64	0,13
10	10,0000792	7,92	0,11
20	20,0001796	8,98	0,53
50	49,9992066	-15,87	1,01
100	99,9986974	-13,03	0,13
200	199,997125	-14,38	0,15
500	500,004642	9,28	0,32
1000	1000,00812	8,12	0,22
-1	-0,99997931	-20,69	-0,19
-2	-1,99996951	-15,24	-0,11
-5	-4,99999817	-0,37	-0,42
-10	-10,0001076	10,76	-0,21

-20	-20,0002856	14,28	-0,84
-50	-49,9987216	-25,57	-0,92
-100	-99,9986176	-13,82	-0,43
-200	-199,997749	-11,25	-0,18
-500	-500,003784	7,57	-0,07
-1000	-1000,01104	11,04	-0,67

Nel caso i calibratori non possano essere allineate al valore misurato, l'offset viene utilizzato per il calcolo del coefficiente del rapporto di tensione (*the ratio voltage correction factors*), Il coefficiente di correzione R_{corr} del rapporto di tensione dipende dalle misure ad entrambe le polarità dei calibratori V_{1+} , V_{1-} , V_{2+} , V_{2-} ed è dato dalla:

$$R_{corr} = \left(Ratio - \frac{1}{2} \left(\left| \frac{V_{1+}}{V_{2-}} \right| + \left| \frac{V_{1-}}{V_{2+}} \right| \right) \right) \cdot \frac{1}{Ratio} \cdot 10^6 \quad (3)$$

5.3 Come impostare la misura. Esempio

Il programma di gestione del software di misura consente di effettuare una programmazione delle misure a confronto di due resistori come mostrato in Fig. 11.

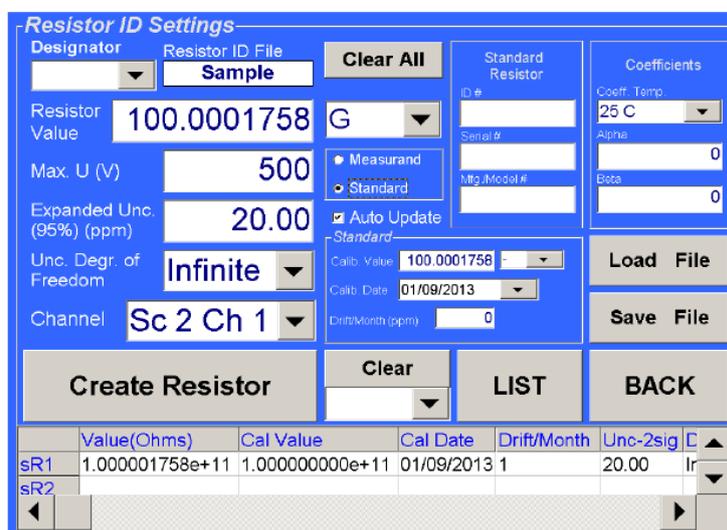


Figura 11. Videata dell'impostazione di una misura da programma.

In alto a sinistra si indica con *Designator* il resistore campione R_s utilizzato il cui valore è inserito e salvato nella tabella sottostante (*sR* nel basso dell'immagine) e nel file *Sample.ids*. Qui vengono inserite anche ulteriori informazioni sui resistori campione come il valore di taratura, la data di taratura e la deriva / mese. In seguito si presentano alcuni tipi di resistori di alto valore, impegnati per l'attività sperimentale presentata in seguito.

Tabella 3. Tipologie di informazioni inserite nel database dei resistori campione.

Resistore	Numero seriale		Modello
10 GΩ	63866	IENMEZHR003	Guildline 9336
100 GΩ	65928	IENMEZHR006	Guildline 9336
1 TΩ	64486	IENMEZHR008	Guildline 9337
10 TΩ	1101167	IENMEZHR014	MI 9331G/10TΩ
100 TΩ	1101170	IENMEZHR015	MI 9331G/100TΩ
1 PΩ	72587		GUIDLINE 9337-1P

Note *) Alcune specifiche dei resistori sono presenti In Tabella 1.

In Figura 11 il valore indicato in *Resistor Value* è inserito tramite la tastiera che compare durante l’inserimento dei valori. Inoltre è possibile selezionare l’incertezza estesa alla voce *Expanded Unc* (95%) (ppm) con il numero di gradi di libertà. Il valore massimo della tensione lato R_x può essere inserito attraverso la funzione *Max. U(V)*. La voce *Channel* è utilizzata solo nel caso di strumento aggiuntivo. Il valore può essere anche aggiornato ogni volta che viene tarato così come la data di taratura utilizzando le voci *Calib Value* e, rispettivamente, *Calib Data*. La sua storicità è archiviata e utilizzata per il calcolo di un eventuale deriva alla data dell’utilizzo (ppm). Il resistore campione sR è registrato nell’archivio del programma e richiamato durante il confronto con i resistori incogniti mR utilizzando il numero seriale e il modello. Oltre ai parametri di correzione, come la deriva, il software utilizza anche i coefficienti di temperatura. La programmazione consente inoltre la modifica delle tensioni V_x e V_s , per le misure di rapporto per un totale di N misure, ed il tempo di attesa (*settle time*). Quest’ultimo può essere deciso da considerazioni sperimentali derivate dall’esperienza. In Fig. 12 si riporta invece una sintesi dei parametri dei resistori messi a confronto, consultabili per esempio prima di avviare la misura, in questo caso per il confronto 10 TΩ e 100 TΩ.

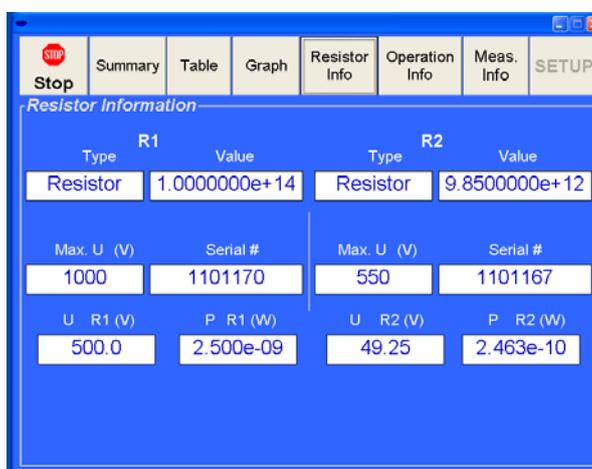


Figura. 12. Videata con informazione relative ai resistori R_x collegato sul canale R1 e R_s collegato sul canale R2. La tensione sul lato R1 è fissa, in questo caso 500 V mentre la tensione sul lato R2 è calcolata in modo da raggiungere un *Unb. Window* minima preimpostata (2 %).

Per la creazione di un programma di misura in grado di effettuare un confronto tra resistori si rimanda al § 6.2.3 *Create / Select Programs* [8]. Il diagramma di flusso di un confronto tra resistori a 1000 V è riportato in Fig. 13. Il test iniziale prevede che, se dopo la prima verifica di *unbalance window*, non si ottiene l'equilibrio il programma ripete la misura raddoppiando il valore iniziale (nel caso di questo esempio 2 %). Questo viene ripetuto per tre volte dopo di che, se vi è ancora un esito negativo di bilanciamento, il programma si ferma e va a Exit. In caso favorevole, il programma misura con polarità positiva di V_x e successivamente, con polarità invertita. Le misure sono memorizzate e utilizzate per il calcolo della media. Questo metodo è utilizzato per eliminare l'offset del calibratore. In Tabella 4 ed in Fig. 14 sono riportati rispettivamente i risultati ottenuti e la videata del programma delle misure tra R_x (100 T Ω) e R_s (10 T Ω).

Tabella 4. Risultati delle routine di misura ottenute durante le operazioni come da diagramma di Fig. 13.

Meas, No.	Polarità tensione V_x	Risultati
r_{1+}	+	r_{1+}
r_{2-}	-	$(r_{1+} + r_{2-})/2 = r_1$
r_{3+}	+	$(r_{2-} + r_{3+})/2 = r_2$
r_{4-}	-	$(r_{3+} + r_{4-})/2 = r_3$
.....,,,
r_+	+	$(r_{(i-1)-} + r_{i+})/2 = r_{i-1}$
r_-	-	$(r_{i+} + r_{(i+1)-})/2 = r_i$

Nota: Con i si intende l'indice progressivo della misura di rapporto. La polarità di V_s è opposta a quella di V_x .

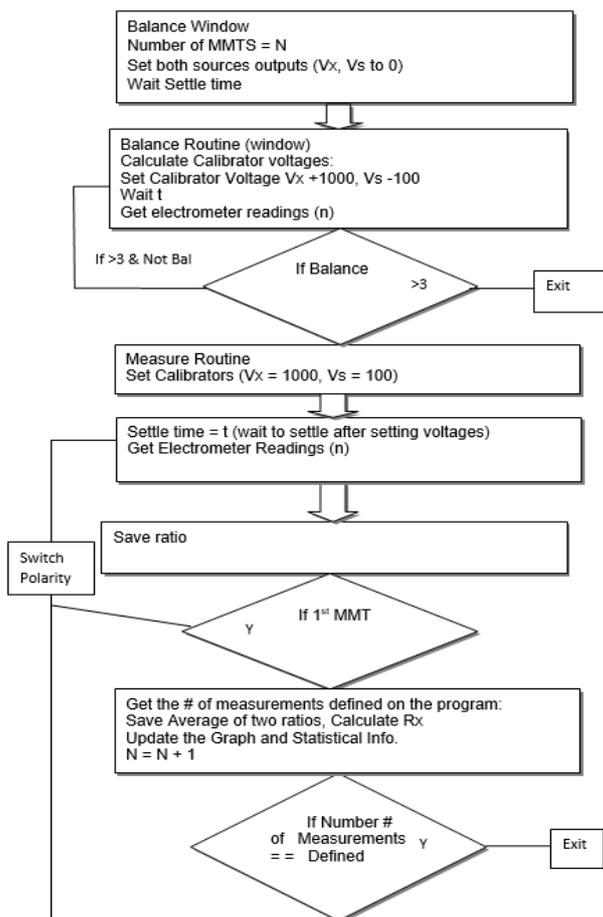


Fig. 13. Diagramma delle operazioni eseguite In modalità *Bridge Mode* e per il rapporto a 1000 V.

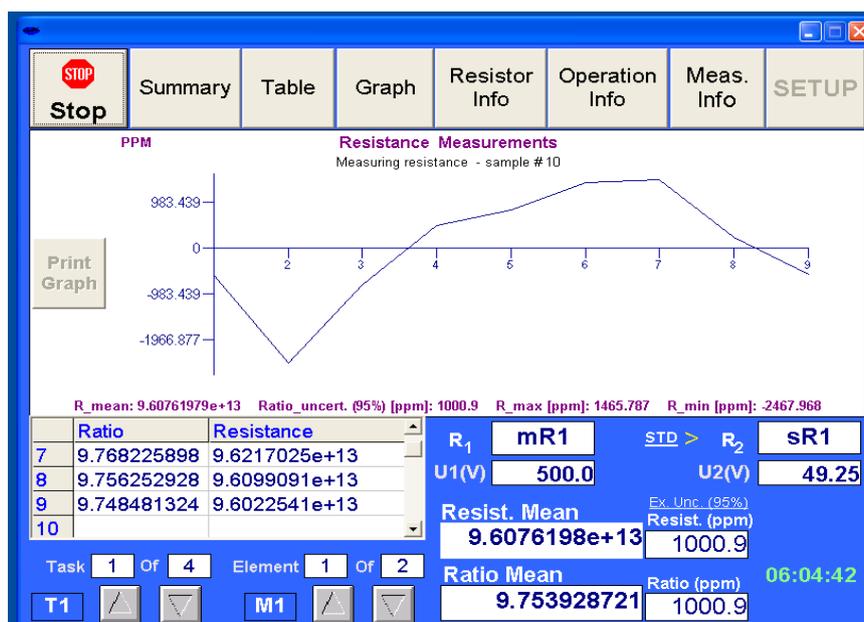


Fig. 14. Videata del programma durante la gestione delle misure.

Il valore medio del rapporto, è dato dalla media degli N rapporti misurati secondo la 2

Il bilanciamento del detector è ottenuto nelle condizioni minime di *unbalance window*, decise dal costruttore a priori e che possono essere ulteriormente ridotte utilizzando processi iterativi. Il valore di rapporto può essere calcolato ripetendo le misure dopo un tempo di attesa scelto in modo adeguato, misurando i valori medi di V_s e della corrente I misurata dal detector.

5.4 Valori ottimali di settle time

In Tabella 5 sono mostrati per alcuni rapporti di misura gli *unbalance window* e *settle times* suggeriti dal costruttore. Si osserva che per il rapporto 10:1 il valore di *unbalance window*) aumenta all'aumentare della tensione e del valore dei resistori in misura. Lo stesso si osserva per il settle time, che aumenta con l'aumento dei valori di resistenza. Ad esempio, il costruttore consiglia per il confronto tra 100 T Ω e 10 T Ω nel caso della tensione 1000 V un settle time tra 600 s e 2000 s e un *unbalance window* del 2 %.

Tabella 5. Parametri di *Unbalance window* e *settle time* indicati dal costruttore per alcuni rapporti di misura.

Ratio	Resistance Low - Hi	Voltage Applied to Highest Resistor (Volts)	Unbalance Window (ppm)	Settle Time (Sec)
10:1	10G – 100G	200	40	60 to 120
10:1	100G – 1T	500	200	120 to 600
10:1	1T – 10T	750	2000	200 to 1200
10:1	10T – 100T	1000	20000	600 to 2000
1:1	100M-100M	100	10	30 to 90
1:1	1G-1G	100	10	30 to 90
1:1	10G-10G	200	20	45 to 120
1:1	100G-100G	200	40	60 to 120
1:1	1T-1T	500	200	120 to 600
100:1	1M – 100M	100	10	30 to 90
100:1	1G – 100G	200	40	60 to 120

Nel caso proposto al § 5.3, per il confronto tra i resistori da 100 T Ω e 10 T Ω sono state effettuate misure a diversi tempi di attesa, allo scopo di ricavare il settle time ottimale e la costante di tempo τ per il circuito RC. Il valore di questa costante (in s) si ottiene come prodotto della resistenza e della capacità elettrica totale del circuito. Questo risultato ci consente di calcolare il tempo d'attesa ottimale anche per gli altri rapporti e confrontarli con i tempi di attesa suggeriti dal costruttore. Tale

costante di tempo è il tempo richiesto per caricare la capacità complessiva del sistema di misura al 63,2 % della sua capacità di carica totale. Di conseguenza la variazione del valore di R_x in funzione della tensione e del tempo dipende dal numero di Eulero, e con andamento esponenziale crescente secondo:

$$\frac{\Delta R(t)}{R} \langle V_x | t \rangle = \frac{R_{max}}{R} - \frac{(R_{max} - R_{min})}{R} e^{-t/\tau} \quad (4)$$

Dove t è il tempo e V_x è la tensione di misura. Dopo i tempi 2τ 3τ e 5τ le variazioni sono rispettivamente inferiori al 10%, al 5% e allo 0,7 %. Dopo 5τ il valore si può considerare costante cioè il sistema è a regime (equilibrio). Per tempi molto lunghi, $n\tau$ si va in concorrenza con le derive tipiche dei calibratori e quelli dovuti alla variazione delle resistenze per effetto della variazione della temperatura (oppure altri fattori ambientali). Inoltre tempi molto lunghi possono portare ad errore ulteriore a causa della deriva dei calibratori. È quindi ragionevole prendere in considerazione un tempo di misura non superiore a 3τ .

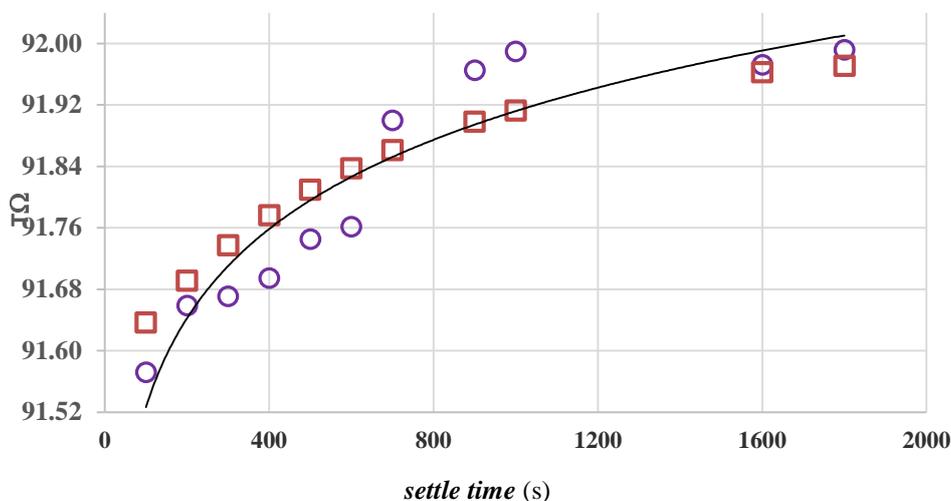


Fig. 15. R_x in funzione del settle time, In blu i valori misurati a 1000 V mentre in rosso i valori ricavati con la (4).

Considerando che la capacità del sistema di misura è una costante e mettendo a confronto i dati forniti dal costruttore con i dati sperimentali si ricava il modello per il rapporto 10:1 per la costante τ in funzione di R_x :

$$\tau \cong 13 \cdot e^{\frac{\ln(R_x)}{3}} \quad (5)$$

In tabella 3 vengono messi a confronto i dati forniti dal costruttore (ove disponibili) in [8] con i valori calcolati utilizzando la (5).

Tabella 6 a). Settle time ottimale per i rapporti di misura, calcolato utilizzando la (5).

Rapporto (Lo : Hi)	V_x	Min settle time ⁽¹⁾	Costante di tempo calcolata
1 TΩ : 10 TΩ	750 V	200 s	210 s
10 TΩ : 100 TΩ	1000 V	600 s	603 s
	1000 V	600 s	603 s
	500 V	-	603 s

1. Valore minimo suggerito dal costruttore.

Tabella 6 b). Settle time ottimale t_a per i rapporti di misura, calcolato utilizzando la (6) a 1000 V.

Rapporto (Lo : Hi)	Settle time, (s) $t_a = \tau$	Settle time ottimale (s) $t_a \cong 3\tau$	Tempo di attesa ottimale, s sperimentale
10 GΩ : 100 GΩ	60	181	-
100 GΩ : 1 TΩ	130	390	-
1 TΩ : 10 TΩ	280	840	-
10 TΩ : 100 TΩ	603	1809	1800
100 TΩ : 1 PΩ	1300	3900	-

In Tabella 6 b) per il confronto tra 100 TΩ e 10 TΩ è stato verificato sperimentalmente che le misure migliori si sono ottenute con un settle time di 1800 s, in linea con quello teorico di 1809 s.

5.5 Misure senza e con auto-update

Le misure effettuate in modalità Single, come riportato al § 5.1 sono misure che mettono a confronto R_s e R_x avendo come risultato un valore di resistenza ottenuto con i criteri di bilanciamento entro il valore prefissato dal costruttore (*unbalance*). Le misure secondo il diagramma di Fig. 13 possono solo aumentare questo parametro, raddoppiando ogni volta che l'equilibrio non si verifica. Dopo il terzo tentativo il programma si interrompe, come spiegato al § 5.3. Quando si ottiene l'equilibrio, ad esempio minimizzando il rumore elettrico, l'*unbalance window*, può essere ridotto utilizzando un processo iterativo, utilizzando la funzione auto update, con l'ultimo valore ottenuto di R_x (a costanti di tempo diverse) attraverso la programmazione in modalità Multiple. Per comprendere meglio si propone nuovamente il confronto 100 TΩ e 10 TΩ ove il costruttore consiglia l'*unbalance window* del 2 %. In Tabella 6 si propone l'ottimizzazione della misura a partire della costante di tempo RC , che dipende prevalentemente da R_x . Nell'ultimo step iterativo si esegue un numero maggiore di misure. La corrente, al ridursi dell'*unbalance*, si riduce in modo progressivo tale che al rivelatore $I_D \cong 0$.

Tabella 7. Risultati delle misure di R_x e lo scarto tipo in seguito ad un processo iterativo di 4 steps realizzato a diversi settle times e per un numero di misure ridotto nelle prime fasi.

Tensione	Iterazione	n mis	Tempo di attesa, s	Valore misurato, R_x	Scarto tipo, ppm
1000 V	0	-	0	100,00	-
	1	5	300	91,49	472,1
	2	5	600	91,56	487,8
	3	5	1200	91,61	429,2
	4	50	1800	91,99	163,9
500 V	5	5	300	95,69	1270,5
	6	5	600	95,83	1263,4
	7	5	1200	95,87	669,4
	8	50	1800	95,94	290,6

I valori di R_x in Tabella 7 ottenuti in modo progressivo a partire dalla tensione di 1000 V e, successivamente, a 500 V sono riportati anche in Fig. 16. Il primo valore di R_x corrisponde al valore nominale. In seguito, alla prima sequenza si confronta il valore nominale con R_s , che rimane fisso per tutto il processo iterativo e produce un nuovo valore R_{x1} di R_x , ottenuto con l'*unbalance* iniziale del processo iterativo e quindi al minimo prefissato dal costruttore. Nella sequenza successiva, si confrontano il valore di R_s con il valore di R_{x1} , però con un numero ridotto di misure e un tempo di integrazione pari alla costante di tempo descritta dalla (5). L'effetto della prima iterazione porta a ridurre la corrente del detector avvicinandola di più allo zero, essendo il nuovo valore R_{x1} più vicino al valore reale. Questo processo iterativo con l'utilizzo della funzione di Autoupdate del programma procede fino alla quarta iterazione e con settle time di 3τ e 50 misure. L'intero processo dura circa 25 ore. Il valore finale del rapporto finale è la media delle 50 misure, con il quale si calcola R_x mediante la (2). Tuttavia il numero di misure scelto nella fase iterativa finale dovrebbe essere ulteriormente indagato per verificare se si possa migliorare lo scarto tipo. In Tabella 8 si presentano le sequenze iterative di misura a partire dal valore nominale.

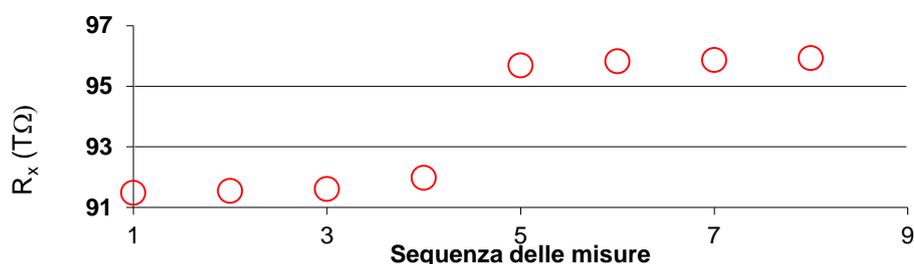


Fig. 16. Sequenza di misure di R_x in un processo iterativo attraverso la programmazione del ponte MI 6600A. I primi 4 valori corrispondono alla tensione di 1000 V, i restanti a 500 V.

Tabella 8. Risultati delle misure di R_x ottimizzate mediante processo iterativo.

Iterazione	settle time s	Valore, R_x
0	-	R_{nom}
1	$\frac{1}{2} \tau$	R_{x1}
2	τ	R_{x2}
3	2τ	R_{x3}
4	3τ	$R_{x4} = R_x$

La corrente letta dal detector si riduce in modo progressivo nel processo iterativo, ma non si ha evidenza che si annulli in quanto il programma non riporta il valore di corrente ma solo i valori del rapporto r e di R_x . Per questo motivo si potrebbe utilizzare un detector con una risoluzione più bassa e una minore sensibilità al rumore rispetto al Keithley 6514. Infatti, il ponte MI 6600A può utilizzare due rivelatori Keithley: [6, 9]. Le loro caratteristiche vengono messe a confronto in Tabella 9.

Tabella 9. Confronto tra alcune caratteristiche tecniche dei due rivelatori di corrente della Keithley².

Caratteristiche tecniche	6514	6517B
Risoluzione della misura di corrente	100 aA	10 aA
(peak-to-peak) noise	< 1 fA	0,75 fA

L'utilizzo del detector [9] e le tecniche di ottimizzazione sopra descritte potrebbero portare ad aumentare il campo di misura verso i 10 PΩ.

5.6 Criticità

Con l'aumento delle resistenze a confronto, i particolari da 100 TΩ in su il rumore dovuto alle interferenze di natura elettrostatica aumenta. Allo scopo di una valutazione dell'influenza del rumore è stato eseguito un confronto 10:1 tra i resistori da 1 PΩ e 100 TΩ utilizzando il detector [6] e con tempi di attesa a partire da 30 s sino a 3600 s, in due condizioni distinte:

² Per la taratura dei rivelatori di corrente sopracitati si possono utilizzare le procedure consigliate dal costruttore Keithley in modalità *DC current mode*

- a) con i resistori da 1 PΩ e 100 TΩ da collegati all'interfaccia 8100;
- b) senza i due resistori collegati.

I risultati delle misure sono presenti in Tabella 10.

Tabella 10. Risultati delle misure nelle condizioni sopra citate a) e b) e per diversi tempi di attesa.

1000 V Settletime, s	Senza resistori		Con resistori	
	R _x , PΩ	Dev,st / ppm	R _x , PΩ	Dev,st /ppm
3600	0,999708	592	1,126080	7140
600	0,999964	591	1,222188	7340
300	1,000556	459	1,250774	7279
120	1,001095	480	1,289355	8812
60	1,001692	480	1,410234	9573
30	1,002839	431	1,662477	11727

La deviazione standard delle misure senza resistori è inferiore a quella delle misure con resistori collegati. Verosimilmente questa è una condizione di rumore base del picoamperometro. Esso diminuisce con l'aumento del settle time. Il rumore introdotto dai cavi è dovuto principalmente ai campi elettromagnetici, causati da correnti d'aria, elettricità statica etc, ed in misura minore dall'isolamento. Ma il problema è che tale rumore del detector introduce preoccupanti errori di misura che possono seriamente compromettere l'attività di taratura. Risulta essenziale pertanto disporre di un detector meno sensibile a tali parametri d'influenza e ridurre drasticamente gli effetti che innescano il rumore sul detector. A conferma di ciò le stesse misure riportate in tabella 10, ultima colonna non è stato possibile effettuarle col detector [9], in quanto ulteriormente più sensibile. Inoltre, sempre analizzando le misure riportate in ultima colonna, si nota che la deviazione standard delle misure scende all'aumentare del settle time ma sempre in modo meno significativo. Si ritiene quindi opportuno utilizzare tecniche alternative di analisi per ridurre ulteriormente la deviazione standard delle misure.

6. Discussione e conclusioni

Con il ponte MI6600A è stato effettuato un test di compatibilità con gli altri due metodi validati per; i risultati sono riportati in [10]. L'esito della prova non è stata del tutto soddisfacente in quanto, per il ponte MI ed il ponte INRiM, sono stati rilevati elevati livelli di dispersione e instabilità di misura, in particolare a 1 PΩ, dove la compatibilità non è stata raggiunta. I punti critici sono risultati:

- i cavi di misura (RG58) forniti con il ponte MI non sembrano sufficientemente adatti per misure di altissima resistenza;

- gestione dell'*unbalance* con l'aggiornamento di R_x nel processo iterativo in modo da poter raggiungere la condizione di sbilanciamento più piccola possibile;
- individuazione di settle-times ottimali per ogni misura di rapporto. Questo compito sembra critico in particolare quando sono in confronto due diverse tipologie di resistori (es, a frutto unico o a rete resistiva).
- poiché misure affidabili richiedono tempi lunghi fino a svariati giorni andando incontro a possibili variazioni di temperatura, il sistema di misura potrebbe essere ulteriormente ottimizzato sull'analisi della Varianza di Allan determinando il numero ottimale di misure ed il minor scarto tipo possibile come fatto in precedenza in diverso ambito di misura [11].

Questo lavoro è stato condotto dagli autori, attraverso due modalità distinte (lavoro agile/smart working e telelavoro e da locazioni di residenza distinte utilizzando le modalità messe a disposizione dall'INRiM, in particolare attraverso la rete VPN, che ha permesso la connessione al laboratorio (la strumentazione di laboratorio hardware e software, incluso il ponte di misura MI 6600A ed al personal computer dell'ufficio).

Bibliografia

- [1] F. Galliana, P.P. Capra, E Gasparotto, "Evaluation of Two Alternative Methods to Calibrate Ultrahigh Value Resistors at INRiM, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 60, No. 3, March 2011, pp.965– 970.
- [2] R. F. Dziuba and D. G. Jarrett, "Final report on key comparison CCEMK2 of resistance standards at 10 M Ω and 1 G Ω ", Metrologia, vol. 39, p. 01 001, 2002. DOI: 10.1088/0026–1394/39/1A/1.
- [3] B. Jeckelmann et al, "Final report on supplementary comparison EURAMET.EM-S32: Comparison of resistance standards at 1 T Ω and 100 T Ω ", Metrologia, vol. 50, Technical Supplement December 2013.
- [4] D. G. Jarrett, "Automated guarded bridge for calibration of multimegohm standard resistors from 1 M Ω to 1 T Ω ," IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 46, no. 2, pp. 325–328, 1997.
- [5] Transmille 3000A Series Precision Multi Product Calibrator Revision No: 1.0, 2006.
- [6] Model 6514 System Electrometer Instruction Manual 4th rev, May 2003.
- [7] F. Galliana, E. Gasparotto, R. Cerri: "Determinazione dei coefficienti di temperatura e di tensione di resistori di alto valore", rapporto tecnico IEN n. 565, febbraio 1999.
- [8] Measurement International, "Automated dual source high resistance bridge model 6600A, operator manual," Rev. 5, August 2019.

-
- [9] Model 6517B System Electrometer I User's Manual rev. A, June 2008.
- [10] F. Galliana, P. P. Capra, I. Mihai "Measurement comparison between a commercial high resistance bridge and validated systems at ultra-high resistance values" IMEKO TC-4 2020 Palermo, Italy, September 14-16, 2020.
- [11] I. Mihai and G. Marullo Reedtz, "Optimisation of a potentiometric measurement system by calculation of the Allan variance," in CPEM'02 Conf. Dig., pp, 48-49, 2002.