Eine neue Apparatur zur Bestimmung der Dielektrizitatskonstanfo

Balenović, Z.

Source / Izvornik: **Croatica Chemica Acta, 1965, 37, 239 - 243**

Journal article, Published version
Rad u časopisu, Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:163:056434

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-29**

Repository / Repozitorij:

Repository of Faculty of Pharmacy and Biochemistry University of Zagreb

CCA-389

541.67:53.083

Originaler wissenschaftlicher Beitrag

Eine neue Apparatur zur Bestimmung der Dielektrizitätskonstante

Z. Balenović

Institut für allgemeine, anorganische und physikalische Chemie der Pharmazeutisch-biochemischen Fakultät der Universität Zagreb, Zagreb, Kroatien, Jugoslawien

Eingegangen am 23 September 1965

Eine neue Apparatur zur Bestimmung der Dielektrizitätskonstante wurde konstruiert. Die Apparatur stellt eine Modifikation der Methode nach Jones dar. Der Kombination in Reihe geschalteter unbekannter Kapazität und der bekannter kleinen Kapazität wird aus dem Signalgenerator die Hochfrequenzwechselspannung zugeführt. Mit dem Röhrenvoltmeter wird der auf der unbekannten Kapazität auftretende Teil der Spannung gemessen und mit der Substitutionsmethode der Wert der unbekannten Kapazität bestimmt. Die Vorteile dieser Methode sind ihre Einfachheit und Unabhängigkeit von der Frequenz, während ihre Anwendung, ebenso wie die der Resonanzmethode, auf Substanzen mit kleiner Leitfähigkeit beschränkt ist. Die mit dieser Apparatur erreichte Genauigkeit entspricht der Genauigkeit üblicher kommerzieller Apparaturen.

Der relative Wert der Dielektrizitätskonstante, ε, einer Substanz ist durch die Gleichung

$$\varepsilon = \frac{C_1}{C_2} \tag{1}$$

gegeben, in welcher C_1 die Kapazität der mit der betreffender Substanz gefüllten Messzelle und C_2 die Kapazität der mit Luft gefüllten Messzelle darstellt. Von den für die Bestimmung der Kapazität der Messzelle angewendeten Methoden sind die wichtigsten die Brückenmethode und die Resonanzmethode. Ausführliche Darstellungen vieler Modifikationen, die entweder auf der einen oder der anderen Methode basieren, wurden von C. P. Smith[1], R. J. Le Fevre[2] und F. Oehme[3] gegeben. Die Brückenmethode wird jeweils zur Bestimmung der Dielektrizitätskonstante leitender Substanzen angewendet, während der Resonanzmethode eine sehr hohe Genauigkeit zukommt. Beide Methoden werden zum Messen der Kapazität der Grössenordnung einiger und mehrerer pF benützt. In diesem Bereich beträgt der Fehler nicht mehr als einige Zehntel Promille, was von der Art und Ausführung der Apparatur abhängt.

1934 bescrieb T. I. Jones[4] eine neue zum Messen sehr kleiner Kapazitäten bestimmte Methode (Abb. 1). Die Hochfrequenzspannung der Grösse E wird den zwei in Reihe geschaltet Kondensatoren zugeführt. Der Kondensator C_x ist von unbekannter Kapazität, während das C so gewählt ist, das seine Kapazität einigemal um das Zehnfache grösser ist als C_x. Seine Grösse ist genau bekannt. Die angeschlossene Wechselspannung wird an den Kondensatoren im Ver-

hältnis $E_1 : E_2$ verteilt. Die Spannungen E_1 und E_2 sind umgekehrt proportional den Kapazitäten C und C_x:

$$E_1 : E_2 = C : C_x \tag{2}$$

Aus dieser Beziehung ergibt sich:

$$C_x = \frac{E_2 \cdot C}{E_1} = \frac{E_2 \cdot C}{E - E_2} \tag{3}$$

Da C viel grösser ist als C_x, ist die Spannung E_2 bedeutend kleiner als die Gesamtspannung E. So ist:

$$C_x = \frac{E_2 \cdot C}{E} \tag{4}$$

Als Quelle der Wechselspannung dient ein Hochfrequenzsignalgenerator, während die Spannung mit einem Röhrenvoltmeter gemessen wird. Beide Instrumente stellen eine Standardlaboratoriumsausrüstung für Hochfrequenzmessungen dar. Diese Methode könnte wegen ihrer Einfachheit für Messungen grösserer Kapazitäten und somit auch der Dielektrizitätskonstante verwendet werden. Ihr weiterer Vorzug besteht in der Unabhängigkeit von der Frequenz, was bei der Resonanzmethode nicht der Fall ist.

Wird diese Methode in ihrer ursprünglichen Form angewendet, so hat sie jedoch gewisse Nachteile. Zunächst werden die Spannungen E und E_2 mit dem Röhrenvoltmeter gemessen, dessen Genauigkeit 2—3% nicht übersteigt. Ausserdem ist aus der Gleichung (2) ersichtlich, dass die Veränderung der Spannung E_2 nach der Einheit der gemessenen Kapazität grösser sein wird, je grösser das Verhältnis $C : C_x$ ist. Dieses Verhältnis kann jedoch nur bis zu einer gewissen Grenze vergrössert werden, weil die dielektrischen Verluste bei grösseren Kapazitäten beträchtliche Fehler verursachen können. Eine Schwierigkeit besteht darin, dass die Quelle der Hochfrequenzspannung wegen den grossen C und C_x Werten überlastet wird und die Spannung E unstabil wird. Endlich soll erwähnt werden, dass die unbekannte Kapazität C_x mit beiden Anschlüssen an die Hochfrequenzspannung geschaltet ist, was eine Unstabilität verursachen kann.

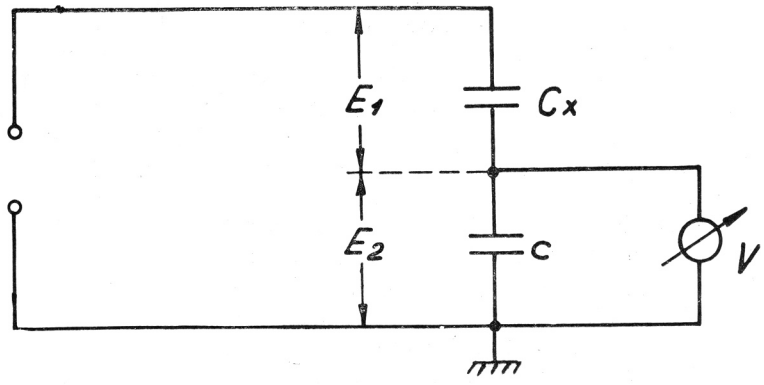


Abb. 1 Schematische Darstellung der Methode nach Jones: E — insgesamt zugeführte Hochfrequenzspannung, E_1 — Spannung am Kondensator C_x, E_2 — Spannung am Kondensator C, V — Röhrenvoltmeter,

Eine bedeutend grössere Genauigkeit kann durch die Verwendung des Substitutionsvorganges erreicht werden, der hauptsächlich bei der Brücken- und der Resonanzmethode zur Anwendung kommt. Anstatt der Spannungsmessung E und E_2 wird die Kapazität des parallel angeschlossenen kalibrierten veränderlichen Kondensators nach dem Auschalten des gemessenem Kondensators C_x ablegesen. Das Röhrenvoltmeter dient hier nur als Indikator zum Ausgleich der Spannung zu erst auf der Messzelle und später auf dem kalibrierten Kondensator.

Durch das Einschalten der unbekannten Kapazität C_x parallel mit dem Röhrenvoltmeter wird ein günstigeres Verhältnis $C : C_x$ erzielt, weil C einen kleinen Wert haben kann. Damit wird gleichzeitig eine von den Elektroden der Messzelle, bzw. des betreffenden kalibrierten Kondensators geerdet.

Die Grundschaltung einer so modifizierten Apparatur zeigt die Abb.2.

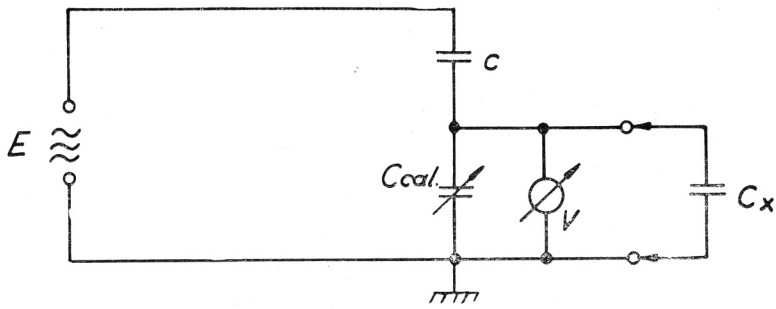


Abb. 2 Das Grundschema der Apparatur zur Bestimmung der dielektrischen Konstante: E — die zugeleitete Hochfrequnzspannung, C — unverändlicher Kondensator, $C_{kal.}$ — kalibrierter veränderlicher Kondensator, C_x — Kondensator unbekannter Kapazität, V — Röhrenvoltmeter.

Die Empfindlichkeit dieser Apparatur ist durch das Verhältnis $\Delta E_2/E_2$ gegeben. Unter der Annahme, dass $C = 10$ *pF*, $E = 1$ *V* und $\Delta C_x = 1$ *pF* ist, ist dieses Verhältnis für verschiedene Werte der Kapazität C_x im Bereich von 10—200 *pF* in der Tabelle 1 angegeben. Es ist ersichtlich, dass die Empfindlichkeit mit der Erhöhung der Kapazitqt abnimmt, wobei zu beachten ist, dass die Messungen gewöhnlich im engeren Messbereich vorgenommen werden.

TABELLE 1

Das Verhältnis $\Delta E_2/E_2$ *für verschiedene Werte von* C_x.

$E = 1$ V, ΔC_x 1 *pF*

C_x in *pF*	E_2 in *mV*	$\Delta E_2/E_2$
10	500	$4{,}88.10^{-2}$
25	285,7	$2{,}80.10^{-2}$
50	166,7	$1{,}69.10^{-2}$
100	90,91	$9{,}06.10^{-3}$
200	47,62	$4{,}84.10^{-3}$

EXPERIMENTELLER TEIL

Als Quelle der Hochfrequenzwechselspannung wurde der Signalgenerator GM 2883 der Firma *Philips* verwendet. Dieses Instrument umfasst den Frequenzbereich von 100 *kHz* bis 30 *MHz*, während die maximale Ausgangsspannung 100 *mV* beträgt. Da bei den Messungen grösserer Kapazitäten die Spannung E_2 nur einen kleinen Teil der Gesamtspannung ausmacht, ist hinter dem Signalgenerator eine Stufe der Hochfrequenzverstärkung eingeschaltet, damit die Spannung den Wert von ungefähr 1 *V* erreichen kann. Der Verstärker ist gesonderte Einheit und ist in aperiodischer Schaltung ausgeführt. Die Spannung von 1 *V* wird dem Reihenschluss zweier Kondensatoren zugeführt, der eine ist unveränderlich und hat eine Kapazität von 10 *pF* und der andere ist kalibriert und veränderlich mit einer Kapazität von 10—150 *pF*.

Parallel mit dem kalibrierten Kondensator kann die gemessene Kapazität C_x, sowie das Röhrenvoltmeter, Typ GM 6014 *Philips*, eingeschaltet werden. Der Galvanometerstrom des Röhrenvoltmeters wird mit Gleichstrom kompensiert, um das Verhältnis $\Delta E_2/E_2$ zu verbessern, d. h. dass man bei derselben Empfindlichkeit des Röhrenvoltmeters eine grössere Eingangsspannung anwenden kann. Die Veränderung der Spannung E_2 wird damit auch vergrössert. Es hat sich erwiesen, dass die Empfindlichkeit ungefähr fünfzehnmal vergrössert werden kann. Bei stärkerer Kompensation kommt es zur Überlastung des Eingangsverstärkers des Röhrenvoltmeters.

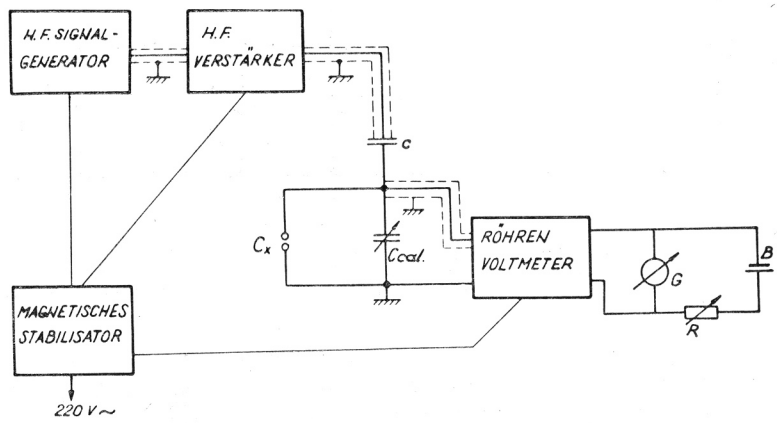


Abb. 3 Ausführung der Apparatur für die Bestimmung der dielektrischen Konstante: C — unveränderlicher Kondensator 10 pF, C_x — gemessene Kapazität, $C_{kal.}$ kalibrierter veränderlicher Kondensator 10—150 pF, G — Galvanometer des Röhrenvoltmeters, R — Rheostat 10 kOhm, B — Trockenelement 1,4 V.

Die Abb. 3 zeigt das Blockschema der praktischen Ausführung der Apparatur zur Bestimmung der Dielektrizitätskonstante. Aus dem Schema ist ersichtlich, das alle Teile geerdet sind, während die Netzspannung aus einem Magnetstabilisator genommen wird. Dies sind unumgängliche Bedingungen für eine stabile Arbeit der Apparatur. Das Galvanometer des Röhrenvoltmeters ist mit Gleichstrom kompensiert, welcher aus dem Trockenelement genommen wird und durch einem Rheostat reguliert werden kann.

Die Messung wird so vorgenommen, dass man mit Hilfe des Abschwächers des Signalgenerators die Spannung am Röhrenvoltmeter auf einen bestimmten Wert, z. B. 100 *mV* einstellt. Die gemessene Kapazität ist dabei eingeschaltet und der veränderliche Kondensator hat eine minimale Kapazität. Darauf wird die unbekannte Kapazität ausgeschaltet und die Kapazität des kalibrierten Kondensators so lange vergrössert, bis auf dem Instrument der Wert von 100 *mV* erreicht wird. Damit wird die Kapazität des kalibrierten Kondensators der Kapazität des unbekannten Kondensators gleich gemacht. Das Verhältnis $\Delta C_x/C_x$, welches mit dieser Apparatur im Bereich 10—150 *pF* erzielt wird, beträgt 10^{-4} bis $5 \cdot 10^{-4}$, was der Empfindlich-

keit üblicher kommerzieller Apparaturen mit einem so breiten Messbereich entspricht. Durch die Herabsetzung der Kapazität C könnte eine grössere Empfindlichkeit erreicht werden. Da eine solche Veränderung aber Unstabilität verursacht, soll ein Kompromiss zwischen der Empfindlichkeit und der Stabilität angestrebt werden.

Die durch Messungen präziser veränderlicher Kondensatoren erhaltenen experimentellen Resultate haben gezeigt, dass das Messen mit der beschriebenen Apparatur reproduzierbar vorgenommen werden kann und unter der Bedingung, dass die dielektrischen Verluste nicht zu gross sind, eine genügende Genauigkeit erreicht wird.

Es soll erwähnt werden, dass mit dieser, sowie auch mit der Resonanzmethode, die Messungen der Substanzen die die dielektrischen Verlusten verursachen nicht ausgeführt werden können weil die Spannung E_2 für den dem Spannungsfall auf der ohmschen Komponente dieser Impedanz entsprechenden Betrag vermindert ist. So hat sich gezeigt, dass die Einschaltung eines ohmschen Widerstands kleiner als 500 *kOhm,* parallel mit dem gemessenem Kondensator C_x und bei der Frequenz von 1 *MHz,* einen bemerkenswerten Fehler verusachen kann.

Es ist angebracht die Messungen bei einer Frequenz grösser als 1 *MHz* auszuführen, weil mit der Verminderung der Frequenz das Verhältnis des kapazitiven und ohmschen Widerstandes zunimmt.

LITERATUR

1. C. P. Smith, *The Determination of Dipole Moments in »Physical Methods of Organic Chemistry«* (A. Weissberger, editor), Interscience, New York, 2nd ed., 1949, Vol. 1, Chap. XXIV.
2. R. J. W. Le Fevre, *Dipole Moments — Their Measurements and Application in Chemistry,* Methuen & Co., London, 3rd ed., 1953.
3. F. Oehme, *Dielektrische Messmethoden,* Verlag Chemie, Weinheim/Bergstr., 1958.
4. T. I. Jones, *J. I. E. E.* **74** (1934) 589.

IZVOD

Nova aparatura za određivanje dielektrične konstante

Z. Balenović

Konstruirana je nova aparatura za određivanje dielektrične konstante. Aparatura predstavlja modifikaciju Jones-ove metode za mjerenje malih kapaciteta. Na kombinaciju serijski vezanoga nepoznatog kapaciteta i poznatog malog kapaciteta dovodi se napon sa visokofrekventnog generatora. Cijevnim voltmetrom mjeri se dio toga napona koji se javlja na nepoznatom kapacitetu, a metodom substitucije određuje se vrijednost nepoznatog kapaciteta. Prednosti ove metode su njena jednostavnost i neovisnost o frekvenciji, a njena primjena ograničena je kao i kod rezonantne metode na uzorke sa malom vodljivošću. Tačnost koja se postiže ovom metodom jednaka je tačnosti ostalih komercijalnih aparatura.

INSTITUT ZA OPĆU, ANORGANSKU I
FIZIKALNU KEMIJU,
FARMACEUTSKO-BIOKEMIJSKI FAKULTET,
ZAGREB

Primljeno 23. rujna 1965.