

NEUES GERÄT ZUR MESSUNG DER DIELEKTRIZITÄTSKONSTANTE

Von

J. NAGY, I. GRESZ und S. FERENCZI-GRESZ

Lehrstuhl für Anorganische Chemie, Technische Universität, Budapest

(Eingegangen am 13. Mai, 1966)

Um die Werte der Dipolmomente zwecks Klärung gewisser molekül- und bindungsstruktureller Fragen bei verschiedenen elementorganischen Verbindungen bestimmen zu können, ergab sich die Notwendigkeit, ein sehr präzises Gerät zur Messung der Dielektrizitätskonstante zusammenzustellen, das folgende Anforderungen befriedigen sollte.

Mit veränderlicher Frequenz sollte es gut reproduzierbare Kapazitätsmessungen mit einer Genauigkeit bis zu 0,1 pF (Schätzbarkeit bis 0,01 pF) ermöglichen.

$Tg \delta$ sollte die Brücke mit 10 Ohm Genauigkeit ausgleichen.

Die Signale des Generators sollten ungestört und ohne Deformation an die Meßbrücke gelangen.

Zum Ablesen des Brückenabgleichs sollte eine eindeutige und empfindliche Indikation vorhanden sein.

Die Stabilität der genullten Brücke sollte 10 Minuten lang Abweichungen von mehr als $1 \cdot 10^{-2}$ pF nicht zulassen.

Weder elektrische Störungen noch Temperaturänderungen sollten die Messung beeinflussen. Wegen der großen Verstärkung (~ 80 dB) würden nämlich diese ernste Fehler verursachen.

Endlich sollte die Handhabung der Brücke einfach und gut definierbar sein.

Die so zusammengestellte Einrichtung besteht aus folgenden Einheiten:

1. Meßbrücke, 2. Verstärker, 3. Abtrenntransformator, 4. Signalgenerator, 5. Oszilloskop, 6. Thermostat, 7. Meßkondensator.

Die Einheiten 1, 2, 3 und 5 wurden zusammengebaut, die Einheiten 4, 6 und 7 hingegen separat angeschlossen.

Das Schaltschema der Einrichtung ist in Abb. 1 dargestellt.

1. *Meßbrücke.* Gewöhnliche sogenannte Wiensche Kapazitätsmeßbrücke. An die drei Abzweigungen der Brücke wurden drei verlustarme fixe Kondensatoren von ungefähr 1000 pF gelegt. Das vierte Element des Meßzweiges war ein geeichter Normal-Drehkondensator Fabrikat Tesla von 1100 pF, mit 0,5 pF Genauigkeit ablesbar. Parallel mit ihm wurde zur Erhöhung der Meßgenauigkeit ein Drehkondensator von 0,5 pF mit 0,1 pF-Teilung angeschlossen.

Da an die Meßzweigen der Brücke nicht Widerstände, sondern Kapazitäten geschaltet waren, hatte das System gegen Temperaturschwankungen nur eine geringe Empfindlichkeit.

Die Brücke muß gut abgeschirmt und von störenden äußeren Signalen isoliert werden.

2. *Verstärker.* Das elektrische Signal der Brücke wird über einen zwei-stufigen Röhrenverstärker an das Indikationsoszilloskop übertragen. Der

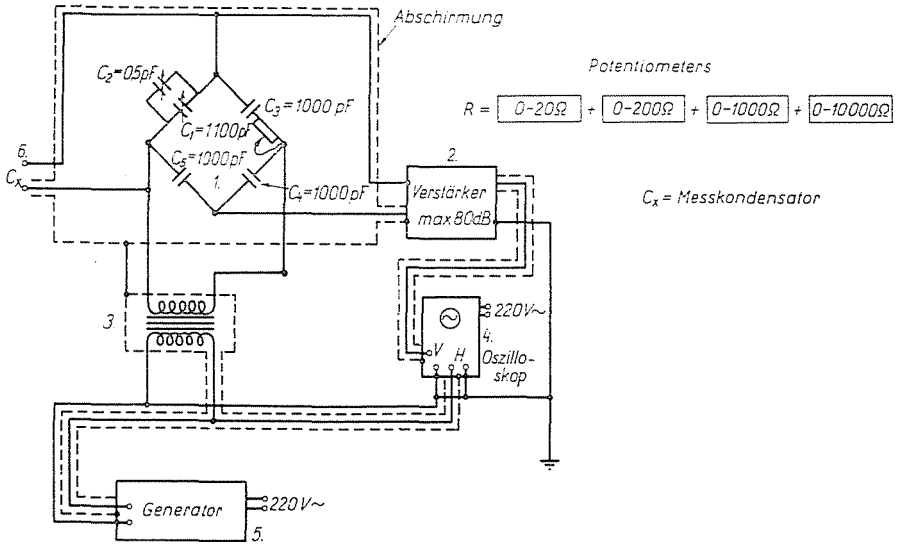


Abb. 1

Wechselstromverstärker arbeitet verzerrungsfrei und mit sehr geringem Eingangsrauschen. Die Eingangsstufe ist mit einer Röhre EF 86 bestückt, die ein gutes Signal/Rauschverhältnis verbürgt. Besondere Sorgfalt verwendeten wir auf die Fernhaltung der störenden Komponenten des Netzwechselstromes.

3. *Der Abtrennttransformator* ist einer der heikelsten Teile der Einrichtung.

Am Oszilloskopschirm erscheint das an die Meßbrücke gelegte Signal. Die Phasenverhältnisse der Brücke sind derart ausgebildet, daß sich bei der sowohl auf Kapazität als auch auf $\operatorname{tg} \delta$ abgeglichenen Brücke eine regelmäßige gerade Linie ergibt. Gelangt an die Brücke ein störendes Signal, ist der Abgleich gestört, und folglich eine Nullung unmöglich. Von grundlegender Wichtigkeit ist deshalb ein kapazitätsarmer Aufbau des Transformators.

Der Abtrennttransformator unserer Einrichtung ist deshalb für einen Anpassungswiderstand von 600 Ohm bei einem Übersetzungsverhältnis von 1:1 ausgelegt. Der Kern hat eine niedrige Dielektrizitätskonstante. Zwischen die primäre und die sekundäre Wicklung wurde ein möglichst großer Abstand

gelegt. Ihre Induktivität ist so gewählt, daß das erforderliche Frequenzspektrum optimal übertragen werden kann. Schließlich wurde darauf geachtet, die Streukapazität auf einen möglichst niedrigen Wert zu senken.

4. Als *Signalgenerator* dient ein Breitband-RC-Oszillator von 50 Hz bis 1 MHz mit einem Ausgangswiderstand von 600 Ohm. Damit auch 0,01-pF-

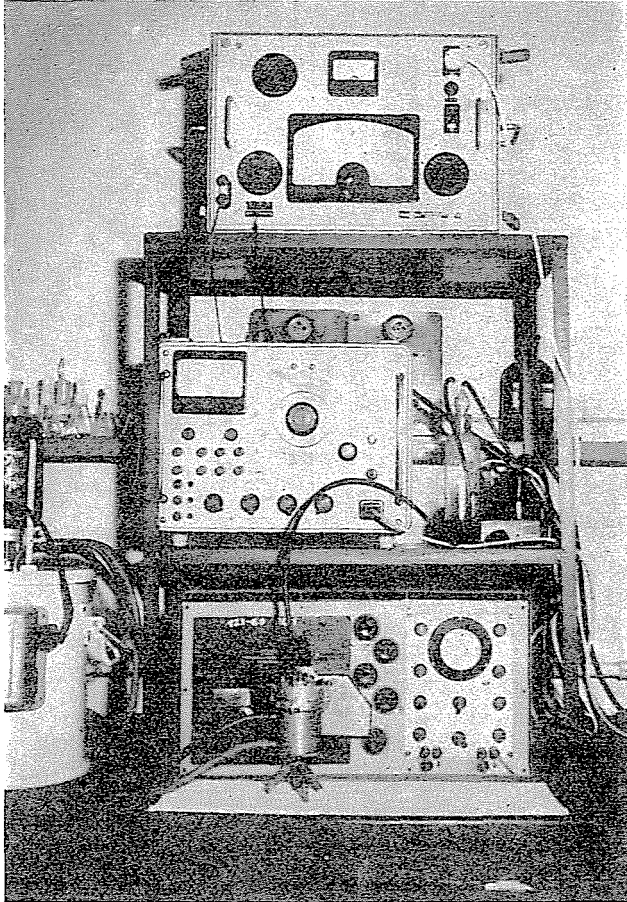


Abb. 2

Werte geschätzt werden können, muß die vom Generator abgenommene Spannung stabilisiert sein. Im allgemeinen arbeiteten wir mit einer Ausgangsspannung von $15 V_{\text{eff}}$ und auf einer Frequenz von 10 000 Hz.

5. *Oszilloskop*. Das handelsübliche Servotest-Oszilloskop bewährte sich als Nullinstrument sehr gut. Das vertikale und das horizontale Signal des Oszilloskops wird getrennt zur Anzeige der Kapazität (C) und des Verlustfaktors ($\text{tg } \delta$) benutzt, womit wir die Brücke für beide Werte ausgleichen. Die Aus-

gleichung auf $\operatorname{tg} \delta$ erfolgt durch die in den oberen Brückenweig geschalteten veränderlichen Widerstände.

6. Als *Thermostat* dient der übliche Laboratoriums-Ultrathermostat.

Ein Perspektivbild des zusammengestellten Geräts ist aus Abb. 2 ersichtlich.

7. *Meßkondensator*. Da wir mit großer Genauigkeit die Dielektrizitätskonstanten von Flüssigkeiten zu messen haben, die niedrigen Dielektrizitätskonstanten haben, mußten wir einen Flüssigkeitskondensator von hoher

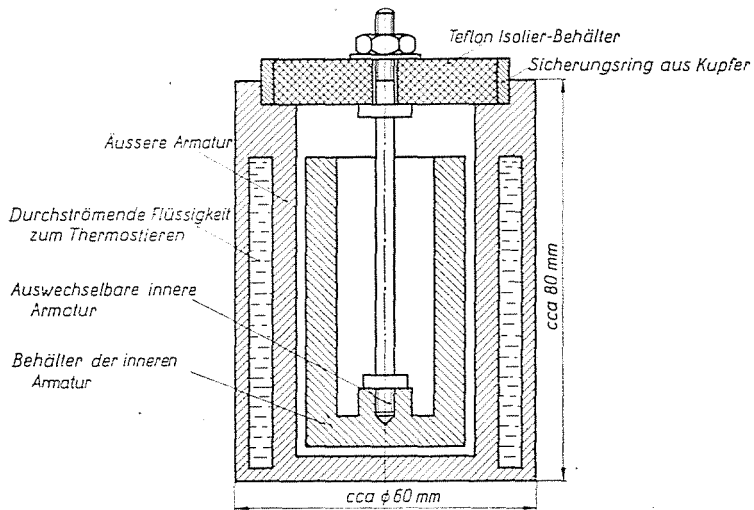


Abb. 3

Grundkapazität konstruieren. Von den zu prüfenden Stoffen stehen uns für gewöhnlich nur sehr geringe Mengen zur Verfügung, weshalb nur ein Kondensator mit einem Volumen von höchstens 5–6 ml in Frage kam. Den benutzten Kondensator veranschaulicht die Abb. 3. Als Korrosionsschutz erhielt der aus Messing hergestellte Kondensator einen Rhodium-Überzug. Zur Isolierung verwendeten wir Teflon. Zur gleichzeitigen Sicherung des geringen Stoffbedarfs und der hohen Grundkapazität befindet sich zwischen den Metall-Armaturen des Kondensators ein sehr kleiner Luftspalt. Durch Bearbeitung auf einer optischen Drehbank haben wir ganz konzentrische Kondensatorarmaturen erhalten. Von den zwei auswechselbaren inneren Armaturen, die uns zur Verfügung stehen, hat die eine eine Grundkapazität von 144 pF und einen Meßflüssigkeitsbedarf von 3,5 ml, die andere eine Grundkapazität von 318 pF und einen Meßflüssigkeitsbedarf von 5 ml.

Da die Kapazität unseres Tesla-Kondensators 1100 pF beträgt, sind unsere Flüssigkeitskondensatoren zum Messen von Dielektrizitätskonstanten

zwischen $\varepsilon = 2 - 7$ geeignet. Durch Verwendung von Kondensatoren geringerer Grundkapazität läßt sich der Meßbereich beliebig ausweiten.

Vor der Messung wird durch den Kondensator trockenes Stickstoffgas geleitet, um die Luftfeuchtigkeit zu eliminieren, und so eine inerte Atmosphäre erzeugt. Jeder Kondensator wurde mit Lösungsmitteln von gaschromatographischer Reinheit innerhalb des gemessenen DK-Intervalls geeicht.

Zur Sicherung einer konstanten Temperatur bei den Messungen ist der Meßkondensator ummantelt, was in Verbindung mit dem Ultrathermostaten die Messung der Dielektrizitätskonstante bei jeder beliebigen Temperatur ermöglicht.

Mit dem hier beschriebenen Gerät bestimmen wir Dielektrizitätskonstanten mit einer Genauigkeit von $\pm 0,001$. Das Gerät steht in unserem Institut seit Jahren in Verwendung. Die mit ihm ermittelten Dipolmomentwerte haben unsere Strukturforschungsarbeit wesentlich gefördert.

Zusammenfassung

Verfasser beschreiben ein von ihnen gebautes neues Gerät zur präzisen Messung der Dielektrizitätskonstante und des Verlustwinkels ($\operatorname{tg} \delta$). Mit dem Gerät können bei veränderlichen Frequenzen gut reproduzierbare und genaue Bestimmungen ausgeführt werden.

Dr. József NAGY

István GRESZ

Sarolta FERENCZI-GRESZ

Budapest XI. Gellért tér 4. Ungarn