

# Исследование характеристик герметизированных газонаполненных конденсаторов, применяемых при воспроизведении единицы электрической емкости на основе значений квантовых констант

Ю. П. Семенов<sup>1</sup>, Е. В. Кривицкая<sup>2</sup>

*Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева*

<sup>1</sup>Y.P.Semenov@vniim.ru, <sup>2</sup>E.V.Krivitskaya@vniim.ru

**Аннотация.** Герметизированные газонаполненные конденсаторы являются необходимым компонентом квадратурных мостов, посредством которых осуществляется экспериментальное сравнение импедансов эталонов электрической емкости и сопротивления при заданной частоте переменного тока.

Значения, стабильность и точность измерения электрических параметров этих конденсаторов определяют значительную часть бюджета неопределенности всей работы, конечной целью которой является воспроизведение фарада с относительной неопределенностью  $(5 - 8) \cdot 10^{-8}$ .

Установлено, что частотные зависимости емкости конденсаторов при частотах менее 10 кГц определяется влиянием тонких диэлектрических слоев на поверхностях электродов. Разработан метод измерений с применением опорных конденсаторов, принцип действия и конструкция которых позволяют пренебречь этим влиянием.

**Ключевые слова:** газонаполненный конденсатор, квадратурный мост, квантовое сопротивление Холла, электрическая емкость, частотная зависимость

## I. ВВЕДЕНИЕ

В ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» разработан квадратурный мост для сличения импедансов эталонов электрического сопротивления 103,251 кОм с эталонами емкости 1000 пФ при частоте 1541,433873 Гц. Номинальное значение сопротивления является 8-кратным значением квантового сопротивления Холла (КСХ) на второй ступени квантования ( $i=2$ )  $R_K/2$ , экспериментально реализуемом в условиях сильного магнитного поля (7,6 Тл) и криогенной температуры (1,3 К при откачке паров гелия). Значение константы фон Клитцинга  $R_K = 25812,8074593045$  Ом установлено решением Генеральной конференции по мерам и весам (ГКМВ) от 16 ноября 2018 г. с 15 значащими цифрами (в метрологической практике обычно ограничивается точностью эксперимента до 9–10 знаков). Измерительная частота  $f$  квадратурного моста определяется условием его равновесия  $(2 \cdot \pi \cdot f \cdot R \cdot C)^2 = 1$  при выбранных номинальных значениях эталонов сопротивления и емкости.

## II. КОНДЕНСАТОРЫ 1000 пФ

Конденсаторы квадратурного моста должны иметь 2TP схему включения и удовлетворять требованиям

высокой стабильности и минимальной зависимости емкости от температуры, частоты, напряжения, влажности и давления. Незначительная зависимость емкости от влияния влажности и давления окружающей среды достигается герметизацией рабочего объема и конструкцией корпуса.

Наивысшей стабильностью обладают конденсаторы монолитной конструкции, у которых электроды образованы металлизацией поверхностей диэлектрического основания, выполненного из однородного материала с малыми значениями температурных коэффициентов зависимости диэлектрической проницаемости и угла потерь от частоты и напряжения. В настоящее время в большинстве метрологических институтов применяются конденсаторы, диэлектриком в которых является специальный тип кварцевого стекла. Стабильность некоторых таких конденсаторов может достигать единиц  $10^{-8}$  в год при надлежащем поддержании температуры (0,002 К), но номинальное значение емкости не превышает 100 пФ. Другую группу конденсаторов составляют герметизированные газонаполненные конденсаторы, электродные системы которых изготовлены из инвара – металла с минимальным значением температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) – или с применением термокомпенсации для обеспечения неизменности взаимного положения и размеров активных электродов.

В процессе выполнения данной работы исследованы характеристики трех типов герметизированных конденсаторов с осушенным газообразным азотом в качестве диэлектрика – инваровые конденсаторы КГД-2 (разработка ВНИИМ) и модели GR1404-A (General Radio, США) и термокомпенсированные конденсаторы КВЦ-3-1000 (ВНИИМ), электроды которых выполнены из титановых сплавов. Электродные системы инваровых конденсаторов содержат от 19 до 21 плоских электродов, титановых – 7 цилиндрических коаксиальных электродов. Указанные модели конденсаторов снабжены подгоночными устройствами – конденсаторами переменной емкости с воздушным диэлектриком, расположенными вне герметизированного объема.

Исследования характеристик конденсаторов включают два этапа – предварительные исследования

трех экземпляров каждой модели и длительные исследования двух отобранных конденсаторов.

### III. ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И ОТБОР

Предварительные исследования выполнены с применением цифрового автоматического ультра-прецизионного моста модели АН2700А (Andeen-Hagerling, США) № 189 и воздушного термостата модели 7600 (MI, Канада). Мост АН2700А обеспечивает высокую точность измерения емкости и тангенса угла потерь конденсаторов 1000 пФ (погрешность при частоте 1 кГц составляет 0,0005 % и  $5 \cdot 10^{-6}$  соответственно). Разрешающая способность моста достигает  $1 \cdot 10^{-8}$  (при показаниях дисплея «999,99...» пФ и менее), что позволяет применять метод замещения с использованием внешних эталонов и выполнять компарирование емкости равнономинальных конденсаторов с относительной неопределенностью  $(5-8) \cdot 10^{-8}$ .

В результате предварительных исследований установлено:

1. Все экземпляры конденсаторов обеспечивают кратковременную (в течение восьми часов) стабильность не хуже  $3 \cdot 10^{-7}$ .
2. Тангенс угла потерь ( $\operatorname{tg} \delta$ ) конденсаторов находится в пределах  $(2-30) \cdot 10^{-7}$ , за исключением одного конденсатора GR1404-A, у которого значение  $\operatorname{tg} \delta$  превышает  $65 \cdot 10^{-7}$ .
3. Температурный коэффициент емкости в диапазоне температуры  $(18,5-25)^\circ\text{C}$  находится в пределах  $(2-5) \cdot 10^{-6}/\text{K}$  и  $(3-4) \cdot 10^{-6}/\text{K}$  у конденсаторов КГД-2 и GR1404-A соответственно и в пределах  $(3-7) \cdot 10^{-6}/\text{K}$  у конденсаторов КВЦ-3-1000.
4. У конденсаторов КВЦ-3-1000 проявляется зависимость емкости от атмосферного давления вследствие недостаточной жесткости корпуса.
5. Отклонение емкости от номинального значения 1000 пФ превышает 0,005 % и находится за пределами регулирования у трех конденсаторов КГД-2 и одного конденсатора GR1404-A.
6. У всех конденсаторов выявлено обратимое изменение емкости при отклонении положения от вертикального; наибольшие изменения появляются у конденсаторов КГД-2, наименьшие – у конденсаторов КВЦ-3-1000.

По результатам предварительных исследований для применения в квадратурном мосте отобраны два конденсатора GR1404-A.

Осуществлена регулировка емкости конденсаторов переменной емкости до достижения значений 999,997 пФ при температуре  $(20,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ .

Герметизирующие блоки обоих конденсаторов установлены в новые толстостенные цилиндрические корпуса, снабженные коаксиальными разъемами ВРО (MUSA), пространство между блоком и корпусом заполнено пенополиэтиленом, слой такого же материала с алюминиевым покрытием нанесен на наружную поверхность корпуса.

### IV. ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ

Исследования проведены с применением моста такого же типа АН2700А, но снабженного опцией E (Option E). Наличие этой опции не только повышает точность прямых измерений до 0,0003 %, но обеспечивает возможность компарирования емкости конденсаторов с различными номинальными значениями, измерения которых осуществляется на различных диапазонах моста. Реализация такой функции достигается введением ряда дополнительных процедур внутренней калибровки и предоставления информации о структуре суммарной погрешности и значениях ее компонент при различных сочетаниях условий измерений (номинальные значения измеряемых величин, частота, температуры, влияние помех и др.). В качестве примера: расчетное значение относительной неопределенности сличения конденсаторов 100 и 1000 пФ при частоте 1,6 кГц составляет  $0,39 \cdot 10^{-6}$  у моста с опцией E вместо  $7 \cdot 10^{-6}$  у моста без опции. Таким образом, точность относительных измерений повышена в 15 раз, хотя точность абсолютных измерений ограничена погрешностью 0,0003 %.

Исследования двух отобранных конденсаторов проведены с целью уточнения зависимости емкости от температуры и частоты и определение нестабильности за период одной недели (предполагаемая продолжительность одного цикла работ по воспроизведению единицы электрической емкости). Указанные исследования проводились при размещении конденсаторов в камере прецизионного воздушного термостата Kambič TK-190US (Словения), в котором температура может быть установлена с дискретностью 0,01 К и поддерживаться неизменной в пределах  $\pm 0,005$  К в течение длительного времени. Исследования температурного поля в камере показали, что при установленном значении «20,00 °C» указанное постоянное локального значения температуры поддерживается в 80 % объема камеры (за исключением области глубиной примерно 80 мм, примыкающей к дверце) при изменении температуры окружающей среды в пределах  $(21-26)^\circ\text{C}$ .

Исследования конденсаторов выполнены при размещении термостата при температуре  $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ .

Результаты измерений показали, что значения ТКЕ конденсаторов № 1 и № 2 составляют  $+1,54 \cdot 10^{-6}/\text{K}^{-1}$  и  $+2,96 \cdot 10^{-6}/\text{K}^{-1}$  соответственно.

По результатам измерений при частотах 1 кГц и 16 кГц относительное изменение значений емкости конденсаторов № 1 и № 2 за 28 дней составляет  $+8 \cdot 10^{-8}$  и  $+10 \cdot 10^{-8}$  соответственно. Емкость каждого конденсатора изменяется линейно со временем ( $+2,5 \cdot 10^{-8}$  за неделю), что позволяет прогнозировать среднее значение емкости за период одного цикла работ.

### V. ЗАВИСИМОСТЬ ЕМКОСТИ ОТ ЧАСТОТЫ

Существуют два основные причины изменения емкости конденсаторов с частотой – остаточная индуктивность и релаксационные явления в диэлектрике, находящемся в межэлектродном пространстве.

В осушенных газах релаксация отсутствует, поэтому при исследовании конденсаторов квадратурного моста, заполненных осушенным азотом, была принята модель, включающая последовательное соединение емкости и индуктивности. Емкость отображала эффективное значение, учитывающее не только емкость между активными электродами трехзажимного конденсатора, но и влияние емкости между каждым из электродов и заземленным экраном.

Измерения были выполнены с использованием метода S-параметров. Этот метод измерения частотной зависимости конденсаторов квадратурного моста впервые была реализована в INRIM – НМИ Италии [1]. Согласно [1] относительное увеличение емкости конденсатора 1000 пФ модели GR1404-A не превышает  $5 \cdot 10^{-9}$  (указана также оценка относительной неопределенности  $5 \cdot 10^{-9}$  при  $k = 1$ ).

Непосредственное использование метода S-параметров для конденсатора с электродами из магнитного материала (инвара) вызвал у нас сомнения, поэтому в наших исследованиях было использовано сличение с опорным конденсатором из немагнитных материалов, остаточные параметры которого измерены методом S-параметров.

Полученные нами результаты несовместимы с результатами измерений такого же конденсатора в INRIM как по порядку величины, так и по знаку: емкость конденсатора уменьшалась на величину порядка единиц  $10^{-7}$  (вместо увеличения на  $5 \cdot 10^{-9}$ ) с увеличением частоты. Впоследствии оказалось, что этот метод неприменим для измерения с неопределенностью менее  $5 \cdot 10^{-6}$  при низких частотах.

Поэтому дальнейшие исследования проводились с использованием модели, описывающей релаксационные явления в диэлектрическом слое на поверхности плоских электродов [2], [3]. Такая модель была применена при создании эталона единицы угла потерь ГЭТ 143-85, но с другой целью – определения тангенса угла потерь воздушного плоско-параллельного конденсатора с охранном кольцом (Для негерметизированного конденсатора наличие слоя паров воды является естественным явлением).

Согласно этой модели, если слой диэлектрика на каждой поверхности (рис. 1) обуславливает ничтожно малую часть потерь конденсатора, то влияние этих слоев может быть представлена эквивалентной схемой (рис. 2), которая может быть заменена на параллельную RC схему замещения плоского конденсатора при следующих условиях:

- толщина пленок много меньше расстояния между электродами ( $t \ll s$ );
- значения удельного сопротивления  $\rho$  и диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  диэлектрика постоянны и распределены однородно на обоих электродах;
- $\rho$  и  $\epsilon$  не зависят от частоты;
- $\rho$  и  $\epsilon$  таковы, что их произведение ( $\rho \times \epsilon$ ) создает эквивалентный импеданс  $|Z_t| \ll 1/(\omega Cs)$ .

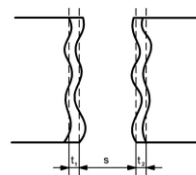


Рис. 1. Слой диэлектрика на каждой поверхности

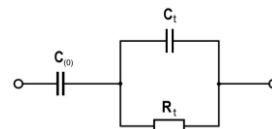


Рис. 2. Эквивалентная схема

Если ввести обозначения  $N = (\omega \cdot C_t \cdot R_t)^2 / [1 + (\omega \cdot C_t \cdot R_t)^2]$ ,  $M = (\omega \cdot C_t \cdot R_t) / [1 + (\omega \cdot C_t \cdot R_t)^2]$ ,  $\varphi(t/s) = [C(0) / C_t]$ , где  $\varphi$  – коэффициент, зависящий от значений  $\rho$  и  $\epsilon$ , то емкость  $C$  и тангенс угла потерь  $\text{tg } \delta$  эквивалентной RC цепи примут вид:

$$C = C_{(0)} \cdot [1 - \varphi(t/s) \cdot N], \quad (1)$$

$$\text{tg } \delta = \varphi(t/s) \cdot M. \quad (2)$$

Зависимости  $N$  и  $M$  от частоты представлены на рис. 3 (следует обратить внимание на то, что на оси абсцисс указаны значения  $(\omega \cdot C_t \cdot R_t)$ ).

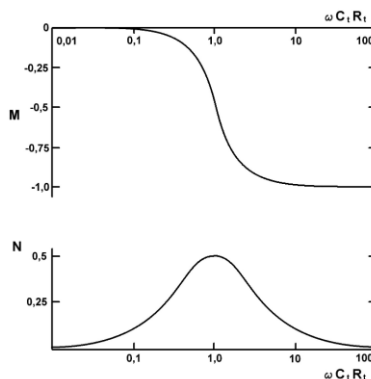


Рис. 3. Зависимости  $N$  и  $M$  от частоты

Действительные характеристики таких слоев в большинстве случаев остаются неизвестными, так что приведённые выше соотношения дают лишь качественное представление об эффекте. Физически причины появления слоя диэлектрика на поверхности электрода могут быть обусловлены металлическими соединениями, адсорбированными газами, парами и т. п. Толщина такой пленки может составлять доли микрометров, а их удаление растворителями практически неэффективно. [3], [4].

Астин [2] – впервые предложивший модель с поверхностными пленками по результатам измерений конденсаторов в NBS (США), – еще в 1939 году указал, что «...эти типы одновременных изменений емкости и угла потерь с частотой являются хорошо известными диэлектрическими явлениями, связанными с полярными молекулами в вязкой среде [5] ...».

Теория П. Дебая описывает поведение полярных молекул в электрическом поле и вводит понятие комплексной диэлектрической проницаемости  $\epsilon^*$ . Активная и реактивная составляющие  $\epsilon^*$  зависят от частоты, аналогично изображенным на рис. 3, и имеют

точку перегиба ( $\varepsilon'$ ) и максимум ( $\varepsilon''$ ) при угловой частоте  $\omega = 1/\tau$ , где  $\tau$  – время релаксации ( $\tau = C_T \cdot R_T$ ). Практически релаксационные явления наблюдаются у некоторых конденсаторов с кварцевым диэлектриком, изготовленных 50 лет назад, поскольку тогда не всегда уделялось должное внимание к чистоте состава кварцевого стекла.

В нашей работе изложенная выше теория была учтена при выборе в качестве опорных конденсаторов, заполненных азотом, с большим (6–10 мм) расстоянием между электродами, что соответствует малому значению ( $t/s$ ) в приведенных выше формулах.

Все измерения проводились с применением моста АН2700А (Option E) и опорных конденсаторов, частотная зависимость которого может считаться малой с учетом эффекта поверхностных пленок как основного фактора в диапазоне низких частот (менее 6 кГц).

В качестве опорных применены конденсаторы двух типов – тороидальные перекрестные VTCC и TCC (0,5 пФ) и квазимонолитные цилиндрические КМВ (10 пФ). Влияние пленок на электродах исключается перекрестным принципом действия у первых, и снижается за счет большого расстояния между электродами у вторых.

Электродные системы обоих типов конденсаторов образованы методом вжигания содержащей золото пасты в основании из кварцевого стекла КЛР1.1, отличающегося крайне малым коэффициентом линейного расширения (ТКЛР) – менее  $5 \cdot 10^{-8} \cdot K^{-1}$  при температуре 20 °С.

Внешний вид конденсаторов VTCC и TCC представлен на рис. 4. Продольное сечение электродной системы конденсатора КМВ приведено на рис. 5.



Рис. 4. Тороидальные перекрестные конденсаторы VTCC (справа) и TCC (слева)

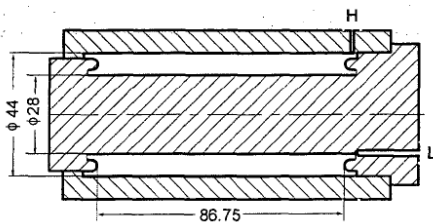


Рис. 5. Тороидальные перекрестные конденсаторы VTCC (справа) и TCC (слева)

Опорные конденсаторы использованы для определения частотных поправок к отсчетам цифрового моста АН2700А № 651 (Option E) в диапазоне частот от 400 Гц до 12 кГц. Относительная неопределенность результатов измерений оценивается как 0,02–0,05 ppm в зависимости от частоты.

Результаты измерений конденсаторов КМВ и двух конденсаторов с кварцевым диэлектриком из состава группового эталона ВНИИМ – конденсатора КГ-1 (размещен в жидкостном термостате) и АН11А № 01657 в собственном термостате – приведены в табл. I.

Все результаты представлены в форме относительного отклонения измеренного значения емкости при частоте  $f$  от значения емкости при частоте 1,6 кГц, умноженного на  $10^6$ , то есть  $\delta(f) = \{(C_f - C_{1,6})/C_{ном}\} \times 10^6$ , где  $C_{ном}$  – номинальное значение емкости (10 пФ).

Приведенные в табл. I результаты измерений конденсаторов КГ-1 и АН11А № 01657 при частотах 1 кГц и 1,6 кГц сопоставлены с ранее установленными значениями –  $\delta(f)$  этих конденсаторов в пределах 0,03 ppm, хотя абсолютные значения емкости отличаются на 0,35 ppm.

Аналогичные измерения выполнены в смежном диапазоне с использованием конденсатора АН11А № 01658 с номинальным значением 100 пФ, – результаты совпали в пределах 0,02 ppm.

ТАБЛИЦА I. СОПОСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ ЧАСТОТНОЙ ЗАВИСИМОСТИ КОНДЕНСАТОРОВ 10 ПФ

Частота, Гц	КГ-1, $\delta(f)$ , ppm	КМВ №04 $\delta(f)$ , ppm	КМВ №05 $\delta(f)$ , ppm	АН 11А № 01657 $\delta(f)$ , ppm
400	0,50	-0,04	+0,10	0,19
600	0,37	-0,04	+0,04	0,11
800	0,26	-0,05	0,02	0,06
1000	0,14	-0,04	0,02	0,02
1200	0,07	-0,03	0,01	0,00
1400	0,02	-0,02	0,00	0,00
1600	0,00	0,00	0,00	0,00
2000	-0,09	+0,02	0,00	0,01
3000	-0,22	+0,01	-0,02	0,00
4000	-0,39	-0,04	-0,06	0,02
6000	-0,86	-0,08	-0,16	0,18
8000	-0,95	-0,08	-0,11	0,50
10000	-2,17	-0,02	-0,05	0,94
12000	-2,90	+0,08	+0,11	1,50

По нашему мнению, полученные результаты подтверждают возможность использования моста АН2700А № 651 (Option E) для измерения относительных изменений емкости с частотой с неопределенностью не более 0,03 ppm, в том числе при измерениях на смежных диапазонах. Этот вывод является обоснованием и для измерений конденсаторов 1000 пФ на следующем смежном диапазоне.

Выполнено более 10 серий измерений конденсаторов № 1 и № 2 квадратного моста при частотах от 0,8 до 2 кГц, результаты которых приведенные в табл. II. Там же приведены показания моста при измерении  $\tan \delta$ .

ТАБЛИЦА II. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЕМКОСТИ  
КОНДЕНСАТОРОВ 1000 пФ КВАДРАТУРНОГО МОСТА

Частота, Гц	Конденсатор № 1		Конденсатор №2	
	Емкость $\delta(f)$ , ppm	Отсчет tg, $10^{-7}$	Емкость $\delta(f)$ , ppm	Отсчет tg, $10^{-7}$
800	0,23	10	-0,01	-6
1000	0,00	10	0,00	-6
1200	-0,17	11	0,00	-6
1400	-0,33	11	0,00	-6
1600	-0,49	11	-0,03	-6
2000	-0,74	12	-0,02	-5

Результаты измерений показывают, что конденсаторы № 1 и № 2 имеют различные частотные характеристики, несмотря на идентичность исходной модели и операций по их доработке и подгонке. Отличаются также значения  $\text{tg } \delta$ , которые не обнаруживают никакой связи с описанием релаксационных явлений.

В целом результаты измерений частотных характеристик соответствуют результатам аналогичных измерений [6] [7].

#### IV. ВЫВОДЫ

Полученные результаты исследований показывают:

- выбор методов измерений и типов опорных конденсаторов обеспечивают возможность измерения частотных характеристик конденсаторов 10 – 1000 пФ при частотах до 6 кГц с относительной неопределенностью не более, чем  $3 \times 10^{-8}$ ;

- метрологические характеристики конденсаторов № 1 и № 2 удовлетворяют требованиям их применения в составе квадратурного моста, для воспроизведения единицы электрической ёмкости на основе значений квантовых констант с относительной неопределенностью  $(5-8) \cdot 10^{-8}$ .

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Luca Callegaro, Vincenzo D'Elia and Bruno Trinchera. Realization of the farad from the dc quantum Hall effect with digitally assisted impedance bridges // Metrologia, 2010, vol. 47, pp. 464–472.
- [2] Astin A.V. Nature of Energy Losses in Air Capacitors at low Frequencies // Journ. of Res. Nat. Bur. Stand, vol. 22, June 1939.
- [3] Inglis B.D. Frequency dependence of electrode surface effect in parallel-plate capacitors // IEEE Trans. Instr.Meas., 1975, vol. 24, pp. 133-150.
- [4] Zimmerman N.M. et al. «An upper bound to the frequency dependence of the cryogenic vacuum-gap capacitor» // Metrologia, 2006, vol. 43, pp. 383–388.
- [5] Дебай П. Полярные молекулы. М.; Л.: Гос. науч.-техн. изд-во, 1931. 217 с.
- [6] Modular System for Calibration of Capacitance Standards Based on the Quantum Hall Effect. European Commission Program SMT4-CT98-2231. Documentation and Operating Manual. PTB, Braunschweig, 2001; 145 p
- [7] Gibllin D.S., Willenberg G.-D., and Fletcher N.E. «Frequency dependence of gas-dielectric capacitors used in sub-nA reference current generators» // CREM 2010 Conf. Digest, June 13-18, 2010, Daejeon, Korea. pp. 318-319.