

М. М. ЯКШИН

ДИЭЛЬКОМЕТР ДЛЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ

Из ряда методов [1], применяемых для определения диэлектрической постоянной вещества в твердом состоянии, был выбран, как наиболее подходящий для комплексных соединений элементов платиновой группы, иммерсионный метод, предложенный в 1896 г. Штарке [2]. Принцип метода состоит в том, что в конденсаторе, в котором в качестве диэлектрика применяется непроводящая жидкость, подбирают такую смесь двух жидкостей с различными диэлектрическими постоянными, при внесении в которую подлежащего исследованию твердого вещества емкость конденсатора не изменяется. Очевидно, этот эффект имеет место тогда, когда ДК (диэлектрическая постоянная или константа) твердого вещества в точности равна при данной температуре ДК жидкой смеси. При этом форма конденсатора и соотношение между объемами, занятymi твердым веществом и жидкостью, не имеют никакого значения. Поэтому твердое вещество может быть введено в конденсатор в виде тонкоизмельченного кристаллического порошка и в любом количестве, причем форма кристаллов и их количество не оказывают влияния на результат определения. Строго говоря, последнее справедливо лишь в отношении кристаллов изотропных веществ. Что касается анизотропных кристаллов, то в них диэлектрическая постоянная является тензорной величиной, и по этому методу может быть получено некоторое ее усредненное значение.

За последние 10 лет этот метод нашел применение в работах ряда исследователей. Так, Ж. Эррера [3] определял ДК в кристаллах с решеткой типа NaCl ; П. Шуш [4] разработал удобную форму жидкостного конденсатора и определил ДК карбонатов, нитратов и хлоридов щелочных и щелочноzemельных металлов. А. Эйкен и А. Бюхнер [5] измерили ДК слабо полярных кристаллов и определили ее температурную зависимость. Т. Пиех [6] измерил ДК и плотность ряда квасцов при разных температурах, К. Хейндель [7] изучал несколько видоизмененным методом ДК галогенидов щелочных металлов и щелочных земель.

Примененный мною прибор для измерения ДК комплексных соединений платины представляет модификацию высокочастотного аппарата, работающего по методу биений. Большинство упомянутых выше авторов использовали в своих приборах лишь биения между колебаниями постоянной высокой частоты, возбуждаемыми одним генератором, и колебаниями, возникающими в измерительном контуре, в который включен конденсатор той или иной конструкции, содержащий испытуемое вещество. В отличие от этих аппаратов, описываемый прибор использует биения низкой частоты, получающиеся в результате наложения высокочастотных колебаний измерительного гетеродина на колебания двух генераторов высокой частоты с постоянной, относительно небольшой разностью частот, обуславливающей возникновение колебаний постоянной низкой частоты.

При интерференции электромагнитных колебаний, возбуждаемых в двух генераторах, из которых один имеет постоянный период (осциллятор),

а период колебаний в другом меняется (измерительный гетеродин), в индикаторном устройстве, например в детекторном контуре с телефоном в цепи, слышен тон, частота которого равна разности частот этих генераторов. При изменении настройки контура измерительного гетеродина меняется высота тона в телефоне, а при совпадении частот колебаний в обоих генераторах, т. е. при резонансе, телефон замолкает. Однако во всех приборах этого типа молчание телефона не приходится на точно отмечаемое положение конденсатора в измерительном контуре, а отвечает некоторой области на шкале конденсатора. Это явление получается потому, что человеческое ухо способно воспринимать как звук лишь колебания, имеющие частоту не менее 16 Hz. Поэтому ощущение звука получается только тогда, когда возникает необходимая разность частот путем перемещения положения конденсатора в ту или другую сторону от положения резонанса. Таким образом, само положение резонанса может быть определено, как среднее из двух граничных отсчетов области молчания телефона.

Вместо отсчетов границ зоны молчания можно установить постоянную повторимую разность частот между гетеродином и нормальным осциллятором, контролируемую камертоном, и производить измерения, настраивая каждый раз прибор в унисон с камертоном. Именно так работают аппараты, описанные Г. Ресселлером [8], Михайловым и Тищенко [9], Люисом и Смайлом [10] и др.

Л. Пунгс и Г. Прейнер [11] построили чрезвычайно чувствительную установку для измерения очень малых емкостей: они ввели в детекторный контур путем индуктивной связи, сверх двойных колебаний высокой частоты еще электрические колебания низкой частоты, возбуждаемые третьим генератором. Если эти последние колебания имеют постоянную частоту, то их взаимодействие с низкочастотными колебаниями, происходящими от наложения двух высоких частот, дает вторичные медленные биения, хорошо слышимые на всем участке молчания около положения резонанса. В момент резонанса высоких частот биения исчезают, и слышен чистый тон генератора низкой частоты (нулевые биения).

В этом заключается основное различие приборов этого типа от ранее упомянутых. Этот прием дает возможность очень точной установки конденсатора измерительного контура. Недостатком его является трудность стабилизации частоты колебаний низкочастотного генератора. Этот недостаток был устранен В. А. Смирновым [12], который сконструировал прибор, состоящий из двух высокочастотных генераторов с пьезокварцевой стабилизацией, отличающихся друг от друга частотой и дающих при наложении колебаний чистый тон звуковой частоты. В остальном действие прибора аналогично аппарату Пунгса и Прейнера.

ОПИСАНИЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО ПРИБОРА

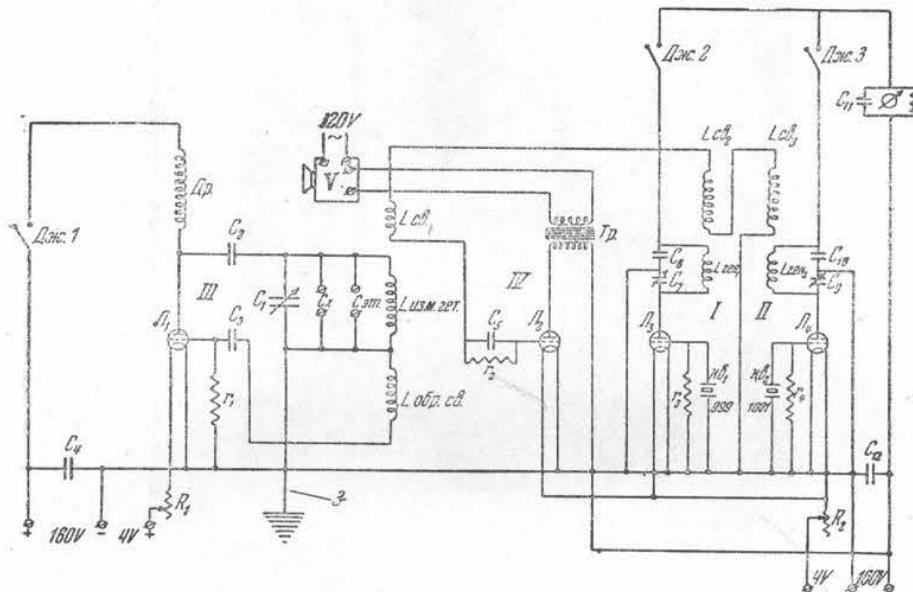
Описываемый прибор был построен по типу, данному В. А. Смирновым. Принципиальная схема прибора приведена на фиг. 1.

I и II — ламповые осцилляторы с самовозбуждением и с пьезокварцевой стабилизацией. Пьезокварцевые пластинки изготовлены лабораторией стабилизации и контроля радиочастот Научно-исследовательского института НКС СССР. Пластинки помещены в кварцодержатели типа В-7. Одна из них эталонирована на частоту 999 kHz, а другая — на 1001 kHz, с точностью $\pm 0,005\%$. Средний температурный коэффициент в интервале 20—50° C меньше $1 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. В обоих осцилляторах применены лампы УВ-132. Накал обеих ламп ведется от одной батареи аккумуляторов с напряжением 4 V. Нити включены к батарее параллельно через один реостат накала в 15Ω. Напряжение на анод ламп подается также от одной батареи в 160 V, но через отдельный джек для лампы каждого осциллятора.

Устройство контура в анодной цепи ясно из схемы. Включенный в анодную цепь миллиамперметр позволяет установить наличие колебаний как в одном, так и в другом колебательном контуре.

Эти колебания через катушки связи $L_{\text{св}1}$ и $L_{\text{св}3}$ передаются в детекторный контур, связанный с усилителем низкой частоты. В качестве детектора применена лампа УБ-110 (L_2), питаемая от тех же батарей, что и лампы L_3 и L_4 нормальных осцилляторов. Гридлик составлен из сопротивления в 1 М Ω и слюдяного конденсатора в 200 см (C_5).

Двухкаскадный усилитель собран по обычной схеме, питается от осветительной сети и снабжен репродуктором Д-9. В первом каскаде применена лампа СО-118, а в оконечном — УО-104.



Фиг. 1. I и II — нормальные генераторы:

L_3 и L_4 — лампы УБ-132; κe_1 — кварцодержатель с пьезокварцем на 999 Hz; κe_2 — кварцодержатель с пьезокварцем на 1001 Hz; r_3 и r_4 — сопротивления утечки; C_7 и C_8 — конденсаторы переменной емкости в контуре нормальных генераторов; C_9 и C_{10} — слюдяные конденсаторы; $L_{\text{тег}1}$ и $L_{\text{тег}2}$ — катушки самоиндукции контуров нормальных генераторов; Дж_1 и Дж_3 — джеки для подачи анодного напряжения; R_2 — реостат накала лампы нормальных генераторов.

III — измерительный гетеродин:

L_1 — лампа УБ-132; $C_{\text{ж}}$ — жидкостной конденсатор; $C_{\text{вт}}$ — измерительные конденсаторы; C_1 — дополнительный конденсатор в контуре гетеродина; $L_{\text{изм. гет}}$ — катушка самоиндукции контура гетеродина; Др — проселль высокой частоты; Дж_1 — джек для подачи анодного напряжения; $L_{\text{обр. св}}$ — катушка обратной связи; C_2 и C_3 — разделительные конденсаторы; R_1 — реостат накала.

IV — детекторный контур:

L_2 — лампа УБ-110; C_5 и r_2 — гридлик; $L_{\text{св}1}$, $L_{\text{св}2}$ и $L_{\text{св}3}$ — катушка связи с гетеродином и нормальными генераторами; T_p — трансформатор для связи с V .

V — усилитель с выпрямителем и репродуктором

C_4 и C_{12} — конденсаторы; З — провод к заземлению.

При одновременной работе обоих нормальных генераторов, вследствие интерференции колебаний репродуктор дает чистый тон в 2 000 Hz.

Измерительный гетеродин. Лампа УБ-132. Питание нити накала и анода от отдельных батарей. Колебания этого генератора передаются в детекторную цепь через индуктивную связь — катушки $L_{\text{изм. гет}}$ и $L_{\text{св}1}$, намотаны на один и тот же каркас. Подача анодного напряжения производится через джек 1.

Колебательный контур измерительного гетеродина состоит из катушки самоиндукции и 4 конденсаторов, включенных параллельно. Два из них

являются собственно измерительными конденсаторами. Они представляют собою прямоемкостные конденсаторы переменной емкости, изготовленные заводом им. Коминтерна. Их начальная емкость порядка $30 \mu\text{F}$ и максимальная — $120 \mu\text{F}$. Конденсаторы имеют лимб, разделенный на 25 частей,



Фиг. 2.

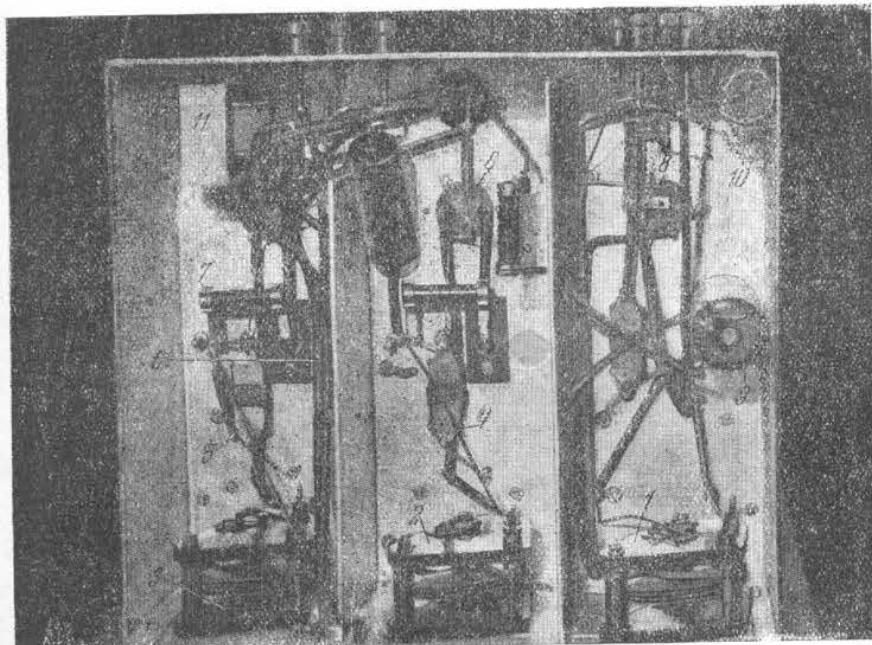
1 — реостат накала лампы нормальных генераторов R_1 ; 2 — реостат накала лампы нормальных генераторов R_2 ; 3 — миллиамперметр; 4 — C_{11} ; 5, 6, 7 — джеки для подачи анодного напряжения Дж_1 , Дж_2 , Дж_3 ; 8 — каркас для катушек гетеродина; 9 — катушка самоиндукции контура гетеродина $L_{\text{изм гет}}$; 10 — катушка обратной связи $L_{\text{обр. с.}}$; 11 — катушка связи с нормальными генераторами $L_{\text{св}}$; 12 и 13 — каркасы для катушек нормальных генераторов; 14 и 15 — кварцодержатели с пьезокварцевыми пластинами; 16 — лампа УБ-132 L_1 ; 17 и 18 — L_3 и L_4 ; 19 и 20 — клеммы для присоединения батареи; 21 — клеммы для жидкостного конденсатора; 22 — то же для измерительных конденсаторов; 23 — лампа УБ-110 L_2 .

и барабан с 100 делениями. Один полный оборот барабана соответствует перемещению лимба и связанной с ним системы подвижных пластин на одно деление лимба. Одно деление барабана соответствует изменению емкости конденсатора на $\sim 0.03 \text{ см}$. Изоляция — силитовая.

Точная цена деления измерительных конденсаторов не определялась, так как для измерения ДК этого не требуется. Испытание же обоих конденсаторов на прямоемкостность было сделано. Об этом будет сказано ниже.

Каждый конденсатор помещен в отдельный деревянный ящик, выложенный изнутри со всех сторон листовой латунью, швы листов пропаяны. В верхней эбонитовой панели ящиков и в латунной экранирующей верхней пластине сделаны вырезы, закрытые слюдой, для производства отсчетов по лимбу и барабану. Ручка для вращения подвижной системы выведена наружу. Подвижная система и экранирующий кожух заземлены.

Третий конденсатор — это обычный прямочастотный радиоконденсатор емкостью 125 см с верньерной ручкой. Он служит для частичного или полного выключения одного из измерительных конденсаторов, что необходимо при их калибровке.



Фиг. 3. Вид прибора снизу

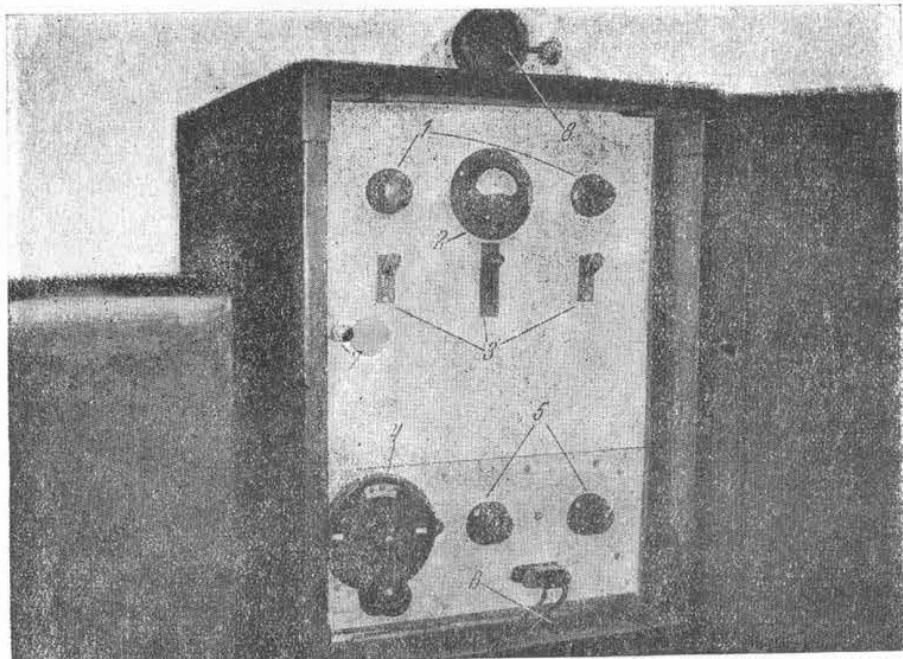
1 — дополнительный конденсатор в контуре гетеродина c_1 ; 2 и 3 — конденсаторы переменной емкости в контуре нормальных гетеродинов C_7 и C_9 ; 4 и 5 — слюдяные конденсаторы C_8 и C_{10} ; 6 — панель для кварцеводержателя; 7 — сопротивление утечки R_4 ; 8 — панель для ламп; 9 — дроссель высокой частоты Dpr ; 10 — конденсатор анодной батареи c_4 ; 11 — трансформатор для связи с Tpr .

Четвертый конденсатор особой конструкции служит для помещения в него испытуемого вещества. Он будет описан ниже.

Вся установка за исключением измерительных конденсаторов и конденсатора для испытуемого вещества монтирована на специальном алюминиевом шасси (фиг. 2 и 3), помещенном в термостат с электрическим обогревом и биметаллическим терморегулятором. В термостате поддерживается постоянная температура 40° с точностью до 0.25° . Все детали укреплены на шасси прочно и жестко, так, чтобы не давать никаких вибраций. Внутренний металлический кожух термостата заземлен и служит экраном; с фасадной стороны прибора экраном является вертикальная стенка шасси, также заземленная (фиг. 4).

Конденсатор для испытуемого вещества показан на фиг. 5. Подобным же конденсатором пользовались в своей работе Эйкен и Бюхнер [5]. Он представляет собой полое цилиндрическое тело, к верхнему расширенному краю которого прикреплена на цементе Сореля верхняя часть стеклянной банки с хорошо пришлифованной пробкой. Внутри полого цилиндра поме-

щен сплошной латунный цилиндр, вверху переходящий в конус. Поверхность вкладыша и внутренняя поверхность тела конденсатора позолочены. Наружная поверхность последнего никелирована. Расстояние между стенками внутреннего и наружного коаксиальных цилиндров по радиусу равно 1 мм. Диаметр вкладыша 30 мм. Между вкладышем и телом конденсатора находится кварцевая шайба, служащая одновременно и изолятором и пробкой для нижнего отверстия. Шайба пришлифована как к дну тела, так и к нижней поверхности вкладыша. Сквозь центральное отверстие шайбы и наружного цилиндра выходит наружу латунный никелированный отросток вкладыша, служащий для подачи переменного напряжения на внутрен-

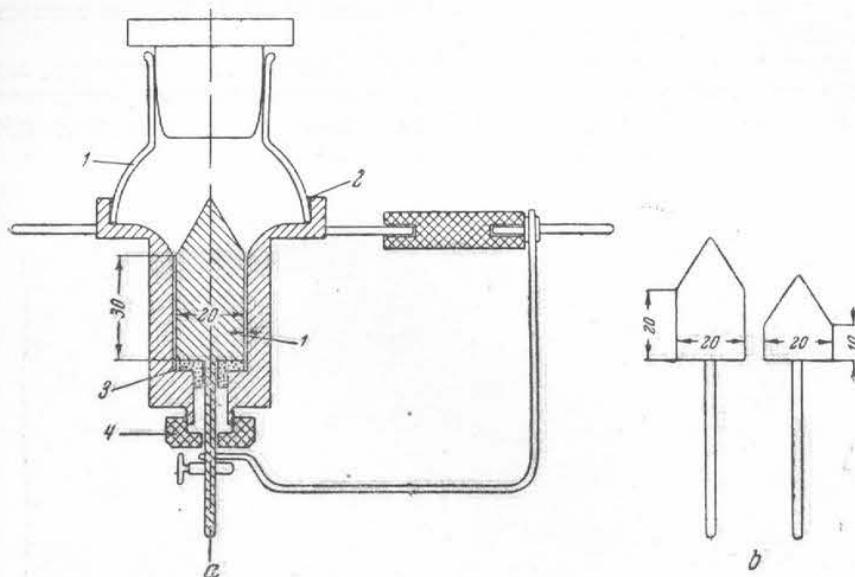


Фиг. 4. Передняя панель прибора

1 — ручки реостатов накала; 2 — миллиамперметр; 3 — джеки; 4 — дополнительный конденсатор в контуре гетеродина C_1 ; 5 — ручки конденсаторов переменной емкости C_7 и C_9 ; 6 — подача переменного напряжения от трансформатора для связи $T\mu$ к аудиону; 7 — клемма для соединения передней панели шасси с заземленным кожухом термостата; 8 — биметаллический терморегулятор.

нюю обкладку конденсатора. Наружная обкладка заземлена. Снизу у конденсатора имеется короткий кольцевой отросток с винтовой нарезкой для эbonитовой натяжной гайки; ниже гайки на отростке вкладыша укрепляется стопорным винтом закрепительное кольцо. Свинчивая эbonитовую гайку, можно плотно прижать кварцевую шайбу к обеим пришлифованным поверхностям так, что она не пропускает налитого в конденсатор бензола или другой органической жидкости.

Снаружи в верхней расширенной кольцевой части конденсатор снабжен двумя отростками длиной 20 мм и диаметром 3 мм, расположеннымми по диаметру кольца. На один из этих отростков надета эbonитовая насадка, заканчивающаяся снова металлическим стержнем, который соединен никелевой шиной с отростком вкладыша. Двумя крайними отростками этой оси конденсатор поконится на дубовой пропарафиненной и лакированной подставке в пружинных контактах, к которым подведены в натяжку два параллельных провода от источника напряжения и от земли. Конденсатор таким

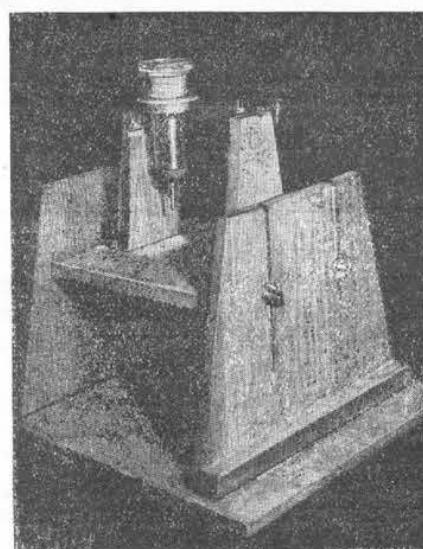


Фиг. 5. Конденсатор для испытуемого вещества (разрез)

Масштаб 1 : 2; размеры в мм.

1 — стекло; 2 — цемент Сореля; 3 — кварц; 4 — азбонит.

образом может свободно вращаться вокруг горизонтальной оси, оставаясь все время включенным в контур измерительного гетеродина. Подставка конденсатора в свою очередь помещена в дубовый же станок,

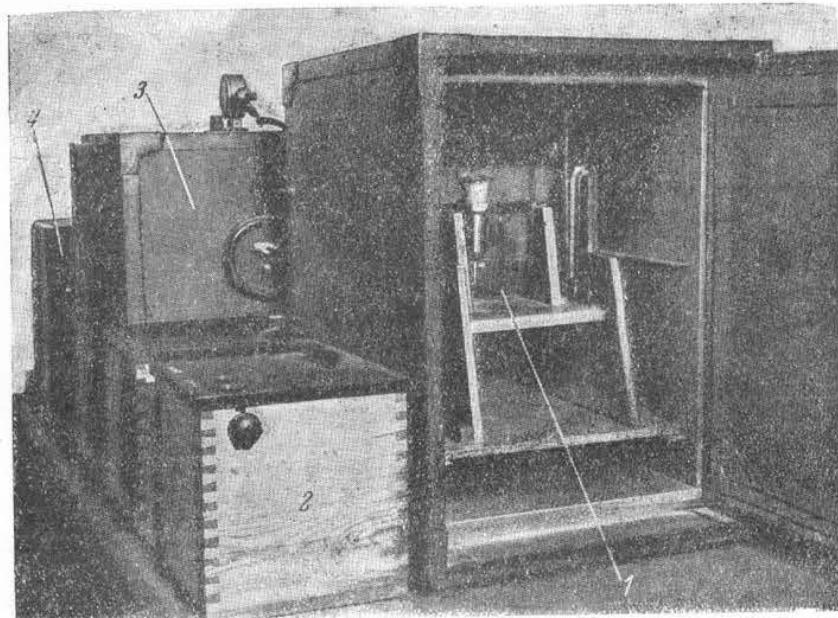


Фиг. 6. Конденсатор для испытуемого вещества (вид с натуры)

где она закреплена [в трех точках винтовыми клеммами (фиг. 6). Этот станок помещен в термостат с электрическим обогревом и терморегулятором. Кожух термостата заземлен. Конденсатор для испытуемого вещества располагается в термостате так, что при его повороте на 180° положение резонанса не меняется. Это достигается юстированием прибора

тремя упомянутыми выше винтовыми клеммами (фиг. 7). Оба термостата стоят на резиновых компенсаторах.

Включение по схеме прецизионных конденсаторов, конденсатора, содержащего испытуемое вещество, усилителя с репродуктором, монтированного в отдельном ящике, и батарей выполнено экранированным проводом. Наружная обкладка кабеля заземлена.¹



Фиг. 7. Общий вид установки

1 — жидкостный конденсатор в термостате; 2 — ящик измерительного конденсатора;
3 — термостат с установленными в нем приборами; 4 — аудион.

КАЛИБРОВКА ПРИБОРА

A. Проверка прямоемкости шкал измерительных конденсаторов

Как уже сказано, прецизионные конденсаторы не были эталонированы. Их начальная и максимальная емкость были известны лишь по данным завода. Поэтому прежде всего было необходимо убедиться в прямоемкости их шкалы. Это можно сделать, определяя в различных участках делений шкалы емкости какого-либо небольшого постоянного конденсатора. Такая работа может быть выполнена на самом приборе, причем в качестве конденсатора постоянной емкости можно воспользоваться конденсатором для испытуемого вещества с воздухом.

Были проведены серии измерений для первого и второго измерительных конденсаторов. Полученные данные приведены в табл. 1 и 2. Способ измерения ясен из таблиц.

Условные обозначения, принятые в табл. 1 и 2:

Ж — конденсатор для испытуемого вещества,

— — отключен,

+ — приключен;

С — отсчет по шкале дополнительного конденсатора в контуре гетеродина;

¹ В монтаже прибора большую помощь оказал мне инж.-электр. Р. Р. Зонненбург, за что считаю приятным долгом выразить ему здесь искреннюю благодарность.

Таблица 1

Испытание прямоеемкостиныи шкалы прецизионного конденсатора I

№ п/п.	Ж	C	ϑ_2	ϑ_1	a
1	—	80	1 647	2 400	799
	+	80	1 647	1 601	
	—	80	1 647	2 402	
2	—	80	1 740	2 300	794
	+	80	1 740	1 506	
	—	80	1 740	2 296	
3	—	80	1 828	2 200	791
	+	80	1 828	1 409	
	—	80	1 828	2 201	
4	—	80	1 925	2 100	792
	+	80	1 925	1 308	
	—	80	1 925	2 097	
5	—	80	2 017	2 000	789
	+	80	2 017	1 211	
	—	80	2 017	2 001,5	
6	—	80	2 115	1 900	790
	+	80	2 115	1 110	
	—	80	2 115	1 899,5	
7	—	80	2 210	1 800	794
	+	80	2 210	1 006	
	—	80	2 210	1 796	
8	—	80	2 305	1 700	792
	+	80	2 305	908	
	—	80	2 305	1 700	
9	—	80	2 410	1 600	792
	+	80	2 410	808	
	—	80	2 410	1 599	
10	—	100	1 255	1 500	792
	+	100	1 255	708	
	—	100	1 255	1 503	
11	—	100	1 355	1 400	795
	+	100	1 355	605	
	—	100	1 355	1 398	
12	—	100	1 447	1 300	799
	+	100	1 447	501	
	—	100	1 447	1 297	
13	—	100	1 540,5	1 200	797,5
	+	100	1 540,5	402,5	
	—	100	1 540,5	1 202	
14	—	100	1 639	1 100	802
	+	100	1 639	298	
	—	100	1 639	1 100	
15	—	100	1 733	1 000	814
	+	100	1 733	186	
	—	100	1 733	999	
16	—	100	1 829	900	871
	+	100	1 829	29	
	—	100	1 829	902	
17	—	80	1 631	2 400	800
	+	80	1 631	1 600	
	—	80	1 631	2 398	

Таблица 2

Испытание прямоеемкости шкалы прецизионного конденсатора II

№ п/п.	Ж	C	β_2	β_1	a
1	-	80	2 400	1 608	773
	+	80	1 627	1 608	
	-	80	2 395	1 608	
2	-	80	2 300	1 701	759
	+	80	1 541	1 701	
	-	80	2 303	1 701	
3	-	80	2 200	1 805	763
	+	80	1 437	1 805	
	-	80	2 197	1 805	
4	-	80	2 100	1 906	760
	+	80	1 340	1 906	
	-	80	2 102	1 906	
5	-	80	2 000	2 012	761
	+	80	1 239	2 012	
	-	80	2 004	2 012	
6	-	80	1 900	2 120	768
	+	80	1 137	2 120	
	-	80	1 902	2 120	
7	-	80	1 800	2 225	766
	+	80	1 034	2 225	
	-	80	1 802	2 225	
8	-	80	1 700	2 329	767
	+	80	933	2 329	
	-	80	1 705	2 329	
9	-	80	1 600	2 457	774
	+	80	826	2 457	
	-	80	1 596	2 457	
10	-	100	1 500	1 251	774
	+	100	726	1 251	
	-	100	1 502	1 251	
11	-	100	1 400	1 353	779
	+	100	621	1 353	
	-	100	1 400	1 353	
12	-	100	1 300	1 454	779
	+	100	521	1 454	
	-	100	1 304	1 454	
13	-	100	1 200	1 659	783
	+	100	417	1 659	
	-	100	1 202	1 659	
14	-	100	1 100	1 661	790
	+	100	310	1 661	
	-	100	1 100	1 661	
15	-	100	1 100	1 761	799
	+	100	201	1 761	
	-	100	1 003	1 761	
16	-	100	900	1 866	840
	+	100	60	1 866	
	-	100	901	1 866	
17	-	80	2 400	1 610	771
	+	80	1 629	1 610	

Таблица 3

Сравнение шкал измерительных конденсаторов

№ п/п.	Ж	C	θ₂	θ₁	Δ	a
1	+	95	2 400	284	2 400—2 300	102
	+	95	2 300	386		
2	+	95	2 400	288	2 400—2 200	206
	+	95	2 200	494		
3	+	95	2 400	289	2 400—2 100	309
	+	95	2 100	598		
4	+	95	2 400	286	2 400—2 000	415
	+	95	2 000	701		
5	+	95	2 400	285	2 400—1 900	521
	+	95	1 900	806		
6	+	95	2 400	286	2 400—1 800	626
	+	95	1 800	912		
7	+	95	2 400	285	2 400—1 700	735
	+	95	1 700	1 010		
8	+	95	2 400	279	2 400—1 600	834
	+	95	1 600	1 113		
9	+	95	2 400	277	2 400—1 500	938
	+	95	1 500	1 215		
10	+	95	2 400	280	2 400—1 400	1 042
	+	95	1 400	1 322		
11	+	95	2 400	281	2 400—1 300	1 142
	+	95	1 300	1 428		
12	+	95	2 400	281	2 400—1 200	1 245
	+	95	1 200	1 526		
13	+	95	2 400	283	2 400—1 100	1 346
	+	95	1 100	1 629		
14	+	95	2 400	277	2 400—1 000	1 448
	+	95	1 000	1 725		
15	+	95	2 400	277	2 400—900	1 555
	+	95	900	1 832		
16	+	95	2 400	280	2 400—800	1 652
	+	95	800	1 932		
17	+	95	2 400	281	2 400—700	1 754
	+	95	700	2 035		
18	+	95	2 400	284	2 400—600	1 852
	+	95	600	2 136		
19	+	95	2 400	281	2 400—500	1 958
	+	95	500	2 239		
20	+	95	2 400	281	2 400—400	2 057
	+	95	400	2 338		
21	+	95	2 400	276	2 400—300	2 170
	+	95	300	2 446		

- \mathcal{E}_2 — отсчет по шкале прецизионного конденсатора II в момент нулевых биений при установке конденсатора I точно на одно из делений лимба;
 \mathcal{E}_1 — отсчет по шкале прецизионного конденсатора I в момент нулевых биений при условии сохранения неизменным значения \mathcal{E}_2 ;
 a — емкость Ж в делениях шкалы \mathcal{E}_1 , получаемая как разность двух значений \mathcal{E}_1 при отключенном и приключенном Ж, Δ — интервал шкалы \mathcal{E}_2 (к табл. 3).

Рассмотрение данных табл. 1 показывает, что:

1) частота кварцевых осцилляторов и настраиваемого по ним на нулевые биения гетеродина с частотой колебаний 1 000 kHz достаточно устойчивы;

2) шкалу измерительного конденсатора I в интервале делений от 2 300 до 500 можно признать прямоемкостной; поправки очевидны из таблицы;

3) отсчеты выше 2 300 и ниже 500 ненадежны, так как здесь начинает заметно сказываться неоднородность поля.

Таким же путем был испытан II измерительный конденсатор (табл. 2). Данные табл. 2 показывают, что:

1) и здесь надежный отсчет по шкале можно делать лишь в интервале 2 300—500;

2) шкала этого конденсатора менее прямоемкостна, чем предыдущего;

3) цена деления на двух шкалах не одна и та же.

Поэтому в качестве нормального был выбран измерительный конденсатор I, а шкала второго конденсатора должна была быть выражена в делениях шкалы нормального конденсатора.

Для этого служит табл. 3 (стр. 87).

Б. Емкость жидкостного конденсатора

Полная емкость жидкостного конденсатора, как это очевидно из его конструкции, является суммой двух частей: одной — постоянной, определяемой размерами и ДК кварца, и другой — переменной, зависящей от ДК газа, жидкости или другого диэлектрика, выполняющего объем между металлическими частями конденсатора. Полная емкость и обе ее составные части определены путем относительных измерений, исходя из известной ДК калибровочной жидкости. В качестве таковой был взят бензол Кальбаума без тиофена. Его ДК по Л. Гартшорну и Д. Оливеру [13] для 25° принята равной $\epsilon^{25} = 2.2725$ относительно вакуума.

Данные измерения емкости жидкостного конденсатора с воздухом и с бензолом приведены в табл. 4

Таблица 4

Определение емкости жидкостного конденсатора по бензолу

Ж	C	\mathcal{E}_2	\mathcal{E}_1	a
Воздух				
—	80	2 400	1 643	
+	80	2 400	854	$a = 1 643 - 854 = 789$
—	62	2 400	2 391	
+	62	2 400	1 593	$a = 2 391 - 1 593 = 9* - 789$
Бензол				
—	62	2 400	2 391	
+	62	2 400	813	$b = 2 391 - 813 - 9* = 1 569$

* См. табл. 1.

Обозначим полную емкость через C , постоянную часть емкости — через C_a и переменную ее часть через C_x . Принимая ДК воздуха $\epsilon = 1$, из данных замерений имеем:

$$C = C_a + C_x, \quad (1)$$

$$C_1 = C_a + \epsilon_1 C_x, \quad (2)$$

где ϵ_1 — ДК бензола.

Вычитая из уравнения (2) уравнение (1), имеем:

$$C_1 - C = (\epsilon - 1) C_x,$$

$$\text{откуда } C_x = \frac{C_1 - C}{\epsilon_1 - 1}, \quad (3)$$

$$C_a = C - C_x. \quad (4)$$

Так как C и C_1 в делениях шкалы нормального конденсатора соответственно равны a и b , а одно деление шкалы составляет по данным завода 0.0315 см , то, подставляя в уравнения (3) и (4) числовые значения величин, получаем постоянную и переменную части емкости жидкостного конденсатора в CGSE — единицах емкости.

$$C_x = \frac{b - a}{\epsilon_1 - 1} = \frac{1569 - 789}{1.274} = \frac{780}{1.274} = 612 \text{ делений шкалы, или } 19.281 \text{ см.}$$

$$C_a = 789 - 612 = 177 \text{ делений шкалы, или } 5.575 \text{ см.}$$

Этот конденсатор позволяет определить ДК до 6,5—7.

В дальнейшем был изготовлен второй жидкостный конденсатор с тремя вкладышами того же типа, но с различной высотой цилиндрической части вкладышей. Самый большой из них имеет высоту, как и вкладыш первого конденсатора, 30 мм , второй — 20 мм и третий — 10 мм ; коническая часть у всех одинаковая.

Емкость постоянная и переменная второго конденсатора с разными вкладышами в CGSE единицах приведена в табл. 5.

Таблица 5

Емкость конденсатора Ж₂

	Вкладыш 30 мм	Вкладыш 20 мм	Вкладыш 10 мм
C_a	6.465	6.751	5.828
C_x	20.028	12.931	6.898

B. Определение ДК хлорбензола

После опыта, результаты которого приведены в табл. 4, конденсатор был освобожден от бензола и высущен под вакуумом. После повторного испытания его емкости в воздухе он был наполнен хлорбензolem. По истечении 5 мин. после внесения конденсатора в термостат произведен замер.

Полученные результаты приведены в табл. 6.

Таблица 6

Определение ДК хлорбензола при 25°

Ж	C	ϑ_2	ϑ_1	a
*				
—	62	2 400	2 388	
+	62	500	735	
		1 900	<u>1 653</u>	
			<u>1 958</u>	
			<u>3 611</u>	
			—9	
			3 602	c = 3 602
**				
—	62	2 400	2 392	
+	62	500	748	
		1 900	<u>1 644</u>	
			<u>1 958</u>	
			<u>3 602</u>	
			—2	
			3 593	c = 3 593

* C₆H₅Cl.

** Повторно через 10 мин.

При дальнейшем выдерживании положение резонанса заметно не менялось. Для емкости конденсатора с C₆H₅Cl в делениях шкалы ϑ_1 принимают значение $C = 3 593$.

Расчет ДК хлорбензола можно вести двояко.

1) Зная постоянную и переменную часть емкости жидкостного конденсатора, можно непосредственно вычислить ДК испытуемого вещества из уравнения:

$$C_2 = C_a + \epsilon_2 C_x,$$

где C_2 — емкость конденсатора, наполненного испытуемой жидкостью с ДК $= \epsilon_2$.

Подставляя числовые значения величин, получаем:

$$3 593 = 177 + \epsilon_2 \cdot 612,$$

откуда

$$\epsilon_2 = \frac{3 416}{612} = 5.581.$$

2) Сделав измерения емкости конденсатора, наполненного первый раз воздухом, второй — бензолом и третий — испытуемым веществом (в данном случае хлорбензолом), мы имеем следующую систему уравнений:

$$C = C_a + C_x, \quad (5)$$

$$C_1 = C_a + \epsilon_1 C_x, \quad (6)$$

$$C_2 = C_a + \epsilon_2 C_x. \quad (7)$$

Вычитая из (6) и (7) уравнение (5), получаем:

$$C_1 - C = (\epsilon_1 - 1) C_x, \quad (8)$$

$$C_2 - C = (\epsilon_2 - 1) C_x. \quad (9)$$

Поделив (9) на (8), имеем:

$$\frac{\epsilon_2 - 1}{\epsilon_1 - 1} = \frac{C_2 - C}{C_1 - C},$$

$$\text{или} \quad \epsilon_2 = \frac{C_2 - C}{C_1 - C} (\epsilon_1 - 1) + 1. \quad (10)$$

Подставляя в уравнение (10) числовые значения емкостей в делениях шкалы и ДК бензола, получаем, наконец, расчетную формулу:

$$\epsilon_2 = \frac{c - a}{b - a} \cdot 1.274 + 1. \quad (11)$$

Подставляя в выражение (11) численные значения, приведенные в табл. 6 имеем для ДК хлорбензола:

$$\epsilon_{C_6H_5Cl} = \frac{3593 - 759}{1569 - 789} \cdot 1.274 + 1 = \frac{2854}{780} \cdot 1.274 + 1 = 5.580.$$

По К. Хейшдалю [7] ДК хлорбензола изменяется с изменением температуры, следуя уравнению:

$$\epsilon = 6.10 - 1.95 \cdot 10^{-2} t + 4.0 \cdot 10^{-5} t^2.$$

Для 25° по этому уравнению получаем для ДК C₆H₅Cl:

$$\epsilon = 6.10 - 1.95 \cdot 25 \cdot 10^{-2} + 4.625 \cdot 10^{-5} = 5.637.$$

П. Шупп (4) дает для ДК хлорбензола значение $\epsilon = 5.18$ при длине волны $\lambda = 1800 \text{ м}$; Улих и Неспиталь [14] дают для хлорбензола $\epsilon = 5.605$ при 25°.

Проделанный расчет подтверждает, что ни в первом, ни во втором варианте истинная величина цены деления шкалы измерительного конденсатора не требуется.

Г. Определение ДК хлористого калия

Образец химически чистого хлористого калия перед испытанием был высущен легким прокаливанием и охлажден в эксикаторе над P₂O₅. Жидкостный конденсатор был заполнен хлорбензолом и в него внесен тонко истертый порошок сухого KCl. Отсчет положения нулевых биений делается при двух положениях жидкостного конденсатора: а) стеклянной пробкой вверху, когда кристаллы соли находятся в щелевом пространстве между обкладками конденсатора, и б) стеклянной пробкой книзу, когда кристаллы соли выпадают из щелевого пространства конденсатора, собираются у пробки и на емкость конденсатора не оказывают влияния. При закрывании пробки после внесения соли в конденсатор необходимо следить, чтобы не остался под пробкой пузырек воздуха, который исказит результаты измерения. Отсчеты положения нулевых биений при этих двух положениях конденсатора с испытуемым веществом, вообще говоря, различны. Задача определения ДК порошка сводится: 1) к получению такой смеси из двух

жидкостей, не растворяющих данное твердое вещество и химически на него не действующих, при которой в обоих положениях конденсатора Ж нулевые биения получаются при одном и том же отсчете по шкале ϑ_1 , и 2) к расчету ДК этой жидкости смеси, очевидно равной ДК твердого тела.

В качестве жидкостей для получения таких смесей применен, по Шуппу, толуол, хлорбензол и орто-нитротолуол.

Для KCl смесь составлялась из хлорбензола и толуола.

Обе жидкости были налиты в бюретки с пришлифованными пробками, смешение производилось в колбах Эрленмейера, также с пришлифованными пробками, и после наполнения конденсатора сильным многократным встряхиванием в нем самом.

Ход опыта ясен из табл. 7.

Таблица 7

Определение ДК хлористого калия при 25°

Ж	С	ϑ_2	ϑ_1	α
Воздух				
—	80	1 913	1 963	
+	80	1 913	1 171	$a = 789; b = 1569$
Хлорбензол				
+ U	80	150	176	
Внесен KCl				
+ Ω	80	150	176	
+ U	80	150	270	
Добавлен C_6H_5Cl				$DK_{\text{соли}} < DK_{\text{жидк.}}$
+ Ω	80	150	730	$DK_{\text{тв}} > DK_{\text{ж}}$
+ Ω	80	150	719	доб. C_6H_5Cl
+ Ω	80	150	680	
+ Ω	80	150	679.5	$DK_{\text{тв}} = DK_{\text{ж}}$
—	80	1 913	1 963.5	
		1 763	1 284	
+	95	150	2 201	
+	95	1 913	422	1 779
+	96	1 913	315	
+	96	150	2 098	1 783
				$c = 1 284 + 1 781 = 3 065$

Примечание. U — стеклянная пробка кверху;

Ω — стеклянная пробка внизу.

$$\epsilon = \frac{3 065 - 789}{789} \cdot 1.274 + 1 = 4.722.$$

Повторное определение дало $\epsilon = 4.739$; среднее $\epsilon = 4.73$. Для ДК KCl другие авторы дают следующие цифры:

Штарке [2] —	4.94	Шупп [4] —	4.51
В. Шмидт [16] —	4.75	Хейндель [7]	4.80
Эррера [3]	4.76	Эйкен и Бюхнер [5] —	4.68
Киропулос [15] —	4.94		

Таким образом, наша цифра стоит близко к данным В. Шмидта и Эррера.

Убедившись в близком соответствии получаемых значений с литературными данными на примере C_6H_5Cl и KCl , можно было перейти к измерению ДК комплексных соединений платины, в отношении которых литературных данных я не нашел.

Сводка полученных результатов будет опубликована в особой статье.

ЛИТЕРАТУРА

1. Pavelka Fr. und Kirigin-Mardagani I. Mickrochemie, 19, 262 (1936); 21, 373 (1937); Smyth Ch. P. Dielectric constant and molecular structure, N. Y., 1934, pp. 45—62. Русский перевод В. Г. Васильева под ред. проф. Я. К. Сыркина, Москва, 1937, стр. 44—82.
2. Starke H. Verh. dtsch. physik. Ges. 15, 69 (1896); Wied. Ann. 60, 62 (1897).
3. Eggera I. Z. Elektrochem. 36, 818 (1930).
4. Schupp P. Z. Physik, 75, 84—104 (1932).
5. Eucken A. und Büchner A. Z. physik. Chem. (B) 27, 321 (1934).
6. Piech T. Bull. intern. Acad. polon. Ser. 3—4, A, 108—122 (1936).
7. Højendahl K. a) Z. physik. Chem. (B), 20, 54 (1933); b) Kong. dansk. Vidensk. Selsk. mat.-fysike Medd. 16, № 2, 158 (1938).
8. Rösseler G. Z. Physik, 103, 191 (1936).
9. Михайлов Г. П. и Тищенко Д. В. Ж. общ. химии, 9, 782—787 (1939).
10. Lewis G. L. and Smyth Ch. P. J. Chem. Physics, 7, 1085 (1939).
11. Pungs L. und Preuniger. Physik Z. 20, 543 (1919).
12. Смирнов В. А. Журн. техн. физики, 3, 365 (1933).
13. Hartshorn L. and Oliver D. A. Proc. Roy. Soc., A, 123, 664 (1929).
14. Ulich und Nespoli. Z. physik. Chem. (B), 16, 228 (1932).
15. Kyropoulos, Z. Physik, 63, 849 (1930).
16. Schmidt W. Ann. d. Physik, 9, 919 (1902).