

УДК 621.317.7.089.6(476)

П. А. Черняев,  
Е. А. Казакова,  
В. В. Попко,  
Д. В. Сентемова

## О СОЗДАНИИ И ИССЛЕДОВАНИИ ЭТАЛОНА ПОСТОЯННОГО ТОКА В ДИАПАЗОНЕ 10 фА – 1 мкА

В статье приведены результаты исследований основных узлов калибраторов малых токов ЕК1-6 и НК4-1, используемых для метрологического контроля электрометрической аппаратуры. Приведены структурная схема государственного эталона для воспроизведения малых токов и рекомендации по выполнению основных узлов с целью достижения наилучших параметров.

This article describes the process of creation of the source standard of the unit of the mass and volume liquid flowrate (water) № IE RB 26-15, determination of its metrological characteristics and their attestation during additional international comparisons of national standards of the mass and volume liquid flowrate of BelGIM (Belarus), PTB (Germany), SMU (Slovakia), LEI (Lithuania), VNIIR (Russia), NNC IM (Ukraine), CNE RUz (Uzbekistan).

Для метрологического контроля аппаратуры, измеряющей постоянные токи в диапазоне 1 фА – 1 мкА, в БелГИМ используются калибраторы малых токов ЕК1-6 и НК4-1. Они разработаны в МНИПИ и изготовлены на заводе БелВАР в восьмидесятые годы минувшего столетия для серийного производства электрометрической аппаратуры (ЭМА) широкого применения. До этого изготавливаемая ЭМА в основном использовалась в дозиметрическом приборостроении, а калибровка приборов производилась с помощью специальных дозиметрических установок с источниками излучения. Общий вид калибраторов показан на рисунках 1 и 2.



Рис.1. Калибратор ЕК1-6

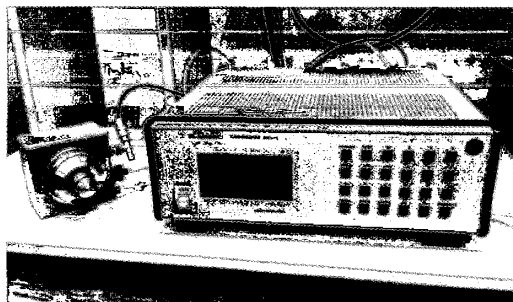


Рис.2. Калибратор НК4-1

Погрешность воспроизведения токов (в зависимости от диапазона) составляет от 0,2 до 3%. Выходные узлы калибраторов (дифференцирующие

цепи) конструктивно выполнены в виде отдельных блоков. Функционально калибраторы предназначены и для калибровки и для поверки измерителей больших сопротивлений (до  $10^{17}$  Ом). В связи с изменением структурных схем таких измерителей их поверка с помощью калибраторов оказалась невозможной.

Соединение дифференцирующей цепи калибратора с входным блоком электрометра В7-45 (рис. 3) осуществляется с помощью «ловителя». При этом осуществляется непосредственная связь основных узлов аппаратуры. Конструкция выходного узла дифференциатора унифицирована с входными узлами ЭМА. Предусмотрено соединение и с помощью специальных кабельных узлов [1-7].

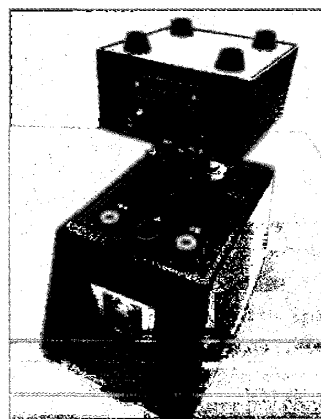


Рис. 3. Соединение выходного блока калибратора (вверху) с входным блоком электрометра В7-45 (внизу)

В диапазоне 1 нА – 1 мкА воспроизведение тока ( $I_B$ ) осуществляется с помощью стабильного и высокоточного опорного напряжения ( $U_{on}$ ) и набора стабильных резисторов сопротивлением  $R$  в соответствии с выражением:  $I_B = U_{on}/R$ . По такому принципу фирмой Keithley изготовлялся калибра-

тор токов модели 261. Его резисторы изменяются в диапазоне от 100 кОм до 1 МОм. Погрешность задания тока (в зависимости от диапазона) составляет от 0,25% до 1,5%, нестабильность за 3 месяца – 0,15% [8].

В области воспроизведения значений токов от 1 нА и менее используется принцип воздействия линейно изменяющегося напряжения с крутизной  $S$  на дифференцирующий конденсатор емкостью  $C_d$ , предложенный в семидесятые годы сотрудниками лаборатории электрометрических измерений ВНИИФТРИ [8]. Выходной ток определяется в соответствии с выражением

$$I_B = dQ/dt = d(CU)/dt = CdU/dt = C_d \cdot S.$$

Калибраторы с таким принципом работы до 2005 года за рубежом не изготавливались. В начале текущего столетия после ознакомления (с участием сотрудников ВНИИМ) с созданными в РБ калибраторами малых токов в лаборатории РТВ (Германия) разработали и изготовили небольшое количество аналогичных эталонных устройств [9].

В период с 2006 по 2013 годы в рамках EUROMET. EM – S24 (EUROMET Project 830) были проведены сличения эталонов 11 лабораторий с участием ВНИИМ [9] при номинальных значениях тока 100 фА, 1 пА, 10 пА, 100 пА и 1 нА. Лаборатория РТВ для сличений представила 12 экземпляров таких устройств [9] (вероятно с целью проведения более широких исследований основных узлов эталонов).

В настоящее время в БелГИМ прорабатывается вопрос создания аналогичного эталона и его сличения с эталоном ВНИИМ. Созданные в МНИПИ калибраторы наиболее удобны при выпуске ЭМА в заводских условиях. С их помощью можно воспроизводить любые значения тока из указанного диапазона. Однако такая универсальность приводит к ограничению точностных возможностей из-за взаимного влияния узлов и коммутатора в дифференциаторе и нестабильности цепочек резистивных делителей в генераторе линейно изменяющегося напряжения (ГЛИН), что нежелательно в эталоне. В связи с этим предложена иная структурная схема эталона, приведенная на рисунке 4.

Каждый дифференцирующий конденсатор и высокоточный резистор предлагается размещать в отдельных малогабаритных металлических корпусах (размерами 100\*55\*35 мм). Общий вид макетного образца корпуса показан на рисунке 5. Такие размеры и конструктивное исполнение узла эталона позволяет производить его соединение с унифицированным входным разъемом электрометра, располагаемым вертикально (рис.3), а также горизонтально со стороны передней и задней панелей (с использованием крепежных узлов калибраторов). Крутизну выходного напряжения ГЛИН целесообразно установить с номинальным значением 10 мВ/с.

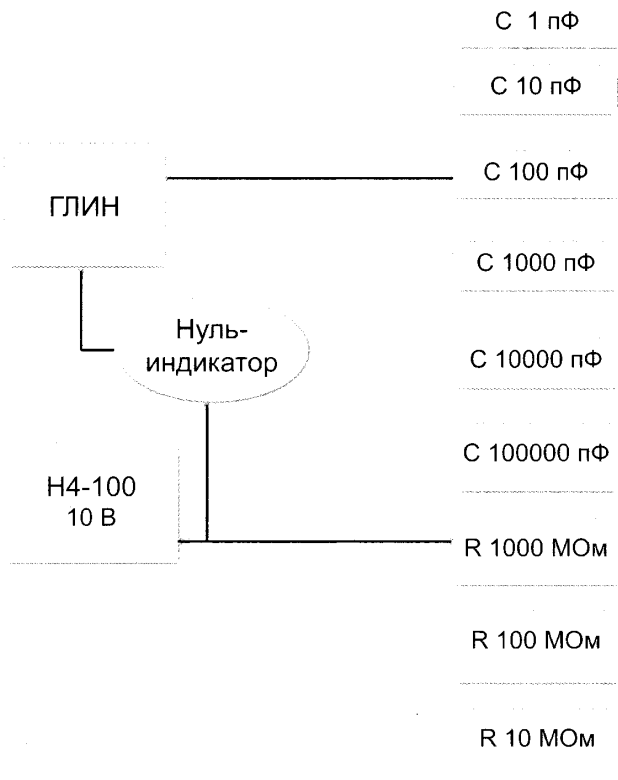


Рис. 4. Блок-схема эталона малых токов

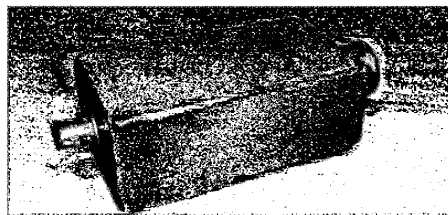


Рис. 5. Общий вид корпуса дифференциатора для эталона

В диапазоне токов более 1 нА в качестве опорного напряжения в настоящее время могут быть использованы меры напряжения 732В (Fluke) или Н4-100 (МНИПИ) с номинальным значением выходного напряжения 10 В, которые калибруются по национальному эталону постоянного напряжения в течение длительного времени. Резисторы (с сопротивлением  $10^9$  Ом,  $10^8$  Ом и  $10^7$  Ом) должны быть изготовлены из микропровода (типа МРХ и МВСГ). Они должны быть хорошо экранированы и исследованы с помощью эталона сопротивления. Используемые изоляционные материалы не должны приводить к изменению сопротивления  $R$  и к созданию наведенных электрических потенциалов. Подсоединение к измерителю должно быть надежным и защищенным от внешних электрических полей. Результаты предварительных измерений при воспроизведении соответствующих токов показывают хорошую стабильность.

В диапазоне воспроизведения токов менее 1 нА необходимо высокоточное измерение крутизны  $S$  линейно изменяющегося напряжения в течение

не менее 600 секунд, и оно должно определяться через каждые 50 или 100 секунд с помощью аппаратуры калибруемой по эталону напряжения (НЭ РБ 10-02) и эталону частоты и времени (НЭ РБ 1-95). Измерение емкостей дифференцирующих конденсаторов должно осуществляться (без вскрытия экранирующего корпуса) с использованием эталона емкости и с учетом влияния используемого в конденсаторах диэлектрика [10]. Конденсаторы и резисторы (обеспечивающие некоторую постоянную времени  $\tau = R \cdot C$ ) должны устойчиво крепиться в корпусах к выходным разъемам и не подвергаться воздействию влаги. К их общей точке должна подсоединяться клемма, используемая при измерении емкости конденсатора. Подсоединение к различным измерителям токов должно осуществляться с помощью унифицированных разъемов, обеспечивающих непосредственную связь (рис. 3), а при необходимости – с помощью специальных кабельных узлов и применением экранированных камер. В выходном разъеме в качестве опорного изолятора должен использоваться лейкосапфир.

Выбор материала для опорных изоляторов электрометрических измерителей и типа изоляционных материалов для дифференцирующих конденсаторов калибраторов производился на основе длительных исследований в МНИПИ при создании аппаратуры дозиметрического приборостроения с начала шестидесятых годов. Для измерения доз излучения использованы фторопластовые конденсаторы емкостью 50, 500, 1000 пФ и 5000 пФ. Требуемое время хранения информации – до 180 суток. Сопротивление изоляции между электродами конденсаторов (при указанном времени хранения заряда) должно превышать все известные удельные сопротивления изоляторов. Для измерения сопротивления изоляции использовался электрометр фирмы Vibron в режиме напряжения. Опорное напряжение (до 1000 В) подавалось на последовательно соединенные исследуемый изолятор и резистор с заданным сопротивлением  $R$ , с которого сигнал подавался на вход электрометра. Измерение сигнала затруднялось появлением электрических полей изоляторов. Было установлено, что наиболее высокое сопротивление изоляции имеют фторопласт, янтарь, эскапон (синтетический каучук Понамарёва). Так как промышленностью

изготавливались конденсаторы с пленкой из фторопласта выбор (для дозиметров) был сделан на применение этих конденсаторов с некоторой доработкой их конструкции. Промышленный выпуск приборов с такими конденсаторами показал, что их сопротивление изоляции превышает  $10^{21}$  Ом. При выборе дифференцирующих конденсаторов для калибраторов были применены конденсаторы (емкостью 1000 пФ, 10000 пФ и 100000 пФ) аналогичного типа, так как к ним предъявляются практически те же требования. Внутри корпусов дифференцирующих фторопластовых конденсаторов (так же, как и внутри корпусов конденсаторов для дозиметров) не должно быть воздушного пространства, так как в этом случае наличие воздуха проявляется как ионизационная камера (реагирующая на естественный радиоактивный фон излучения). В тех приборах на конденсаторах измерялся с помощью электрометра уровень электрического потенциала (напряжения), а в калибраторах также с помощью электрометра – стабильность весьма малого зарядного тока конденсатора. Здесь возникли другие трудности: на конденсаторах при изменении температуры, а также после воздействия напряжений более 3 В появляются электрические потенциалы, которые могут исказить крутизну  $S$  подаваемого на конденсатор линейно изменяющегося напряжения (ЛИН). Для снижения температурных воздействий предложено [11] дифференцирующий конденсатор выполнять из двух со встречно параллельным включением. Для снижения последствий влияния напряжения более 3 В предложено [12] ввести трехминутный период короткого замыкания конденсатора (режим «сброс»).

Для обеспечения длительности в генераторах линейно изменяемого напряжения не менее 600 секунд (не создавая при этом больших уровней напряжения) было выбрано номинальное значение крутизны  $S$  в приборе НК4-1 – 10 мВ/с, а в ЕК1-6 – 20 мВ/с (в дифференциаторе этот уровень уменьшался в два раза). Это позволяет длительно измерять крутизну  $S$  высокоточным вольтметром (3458А фирмы Agilent) на пределе 10 В. Формирование ЛИН в ЕК1-6 выполнено на основе интегратора Миллера. Такие схемы весьма сложны в изготовлении и настройке; высоки требования и к интегрирующему конденсатору емкостью 4 мкФ. В НК4-1 с целью уменьшения погрешности ЛИН и

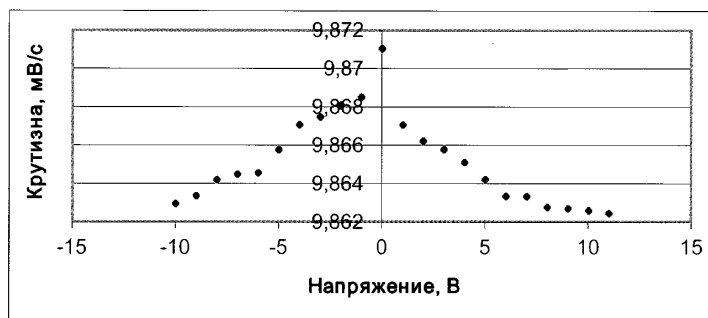


Рис. 6. Изменение крутизны ЛИН прибора ЕК1-6

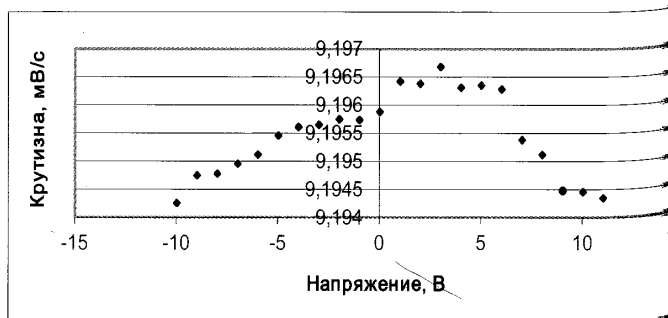


Рис. 7. Изменение крутизны ЛИН прибора НК4-1

повышения надежности предложен (и реализован) цифроаналоговый метод формирования квазилинейного преобразования [13]. Это принципиально новый вариант построения ГЛИН с применением широтно импульсной модуляции. На рисунках 6 и 7 приведены диаграммы воспроизведения ЛИН калибраторов. Погрешность измерения крутизны ЛИН в приборе НК4-1 меньше чем в ЕК1-6. Поэтому в эталоне малых токов целесообразно использовать цифроаналоговый метод формирования ЛИН.

При экспериментальных исследованиях дифференциаторов было установлено, что фторопластовые конденсаторы генерируют «паразитные» токи порядка 1 фА и менее. Возникла необходимость создавать новые дифференцирующие конденсаторы (емкостью 100 пФ, 10 пФ и 1 пФ) для воспроизведения токов менее 1 пА. Общий вид созданных конденсаторов показан на рисунках 8 и 9. В качестве опорных в них используются изоляторы из лейкосапфира, паразитные токи которых весьма малы, а сопротивление изоляции велико. Такие же изоляторы используются и в выходном разьеме дифференциатора. Между пластинами конденсаторов находится воздух. Емкость этих конденсаторов с высокой точностью может изменяться при частоте 1 кГц.

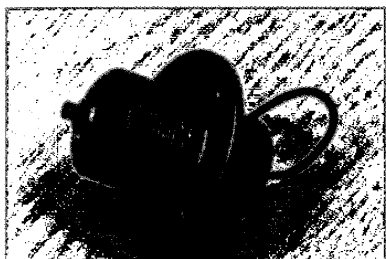


Рис. 8. Конденсатор емкостью 1 пФ

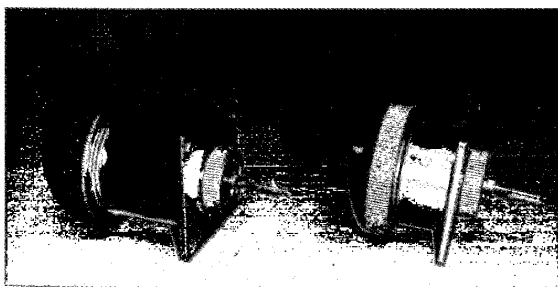


Рис. 9. Конденсаторы емкостью 100 пФ и 10 пФ

Длительные исследования этих конденсаторов привели к выводу, что они стабильны в диапазоне температур  $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ . Целесообразно их применение и в эталоне малых токов. Однако воздушная среда между пластинами может рассматриваться как ионизационная камера, которая реагирует на естественный радиоактивный фон. Дальнейшее снижение «паразитных» токов может быть реализовано при применении дифференцирующего конденсатора емкостью 1 пФ нестационарной конструкции (рис. 10). Здесь 1 и 2 – корпуса выходных узлов измерителя и калибратора,

3 и 4 – выходные электроды измерителя и калибратора. Использование такой емкостной схемы соединения измерителя и калибратора позволило уверенно воспроизвести и длительно измерить по обеим полярностям токи 10 аА и 20 аА (рис. 11). Наблюдаемые флуктуации обусловлены воздействием естественного радиоактивного фона излучения. Емкость конденсатора – 1 пФ, крутизна ЛИН – 10 и 20 мкВ/с.

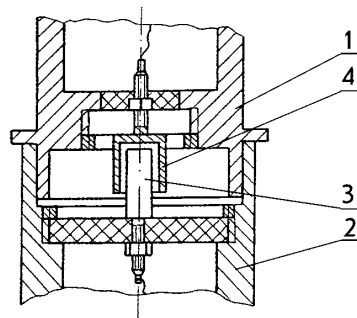


Рис. 10. Схема соединения узлов калибратора и измерителя

Исследование узлов калибраторов с целью использования их в настоящее время для эталона малых токов в диапазоне от 10 фА до 1 мкА производилось в экранированной лаборатории, расположенной на глубине около 6 метров от поверхности земли. В этом помещении находится национальный эталон единицы постоянного напряжения и необходимое для исследования оборудование: калибраторы ЕК1-6 и НК4-1, высокоточный вольтметр 3458А (фирмы Agilent), калибруемый по названному эталону для измерения 10 В и крутизны ЛИН с интервалами 50 и 100 секунд, вольтметр электрометрический В7-45 для измерения постоянного напряжения на высокоомных объектах и токов в диапазоне 1 фА – 1 мкА для контроля работы калибраторов тока, меры напряжения 732В (фирмы Fluke) и Н4-100 (МНИПИ) и др.

Вольтметр В7-45 (для измерения малых токов) кроме цифрового выхода информации имеет аналоговый выход для подключения более точного измерительного прибора (с большим числом разрядов). В качестве такого высокоточного прибора может быть использован названный вольтметр 3458А.

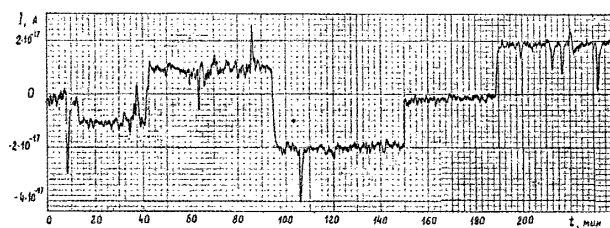


Рис. 11. Результаты измерений тока 10 аА и 20 аА

Наилучшая точность при измерении крутизны ЛИН ( $S = 10 \text{ мВ/с}$ ) калибратора НК4-1 с помощью

вольтметра 3458А составила 0,02 %, а калибратора ЕК1-6 – 0,05 %. При проведении многократных измерений  $S$  замечена нестабильность, обусловленная влиянием резистивных делителей изменения крутизны.

Измерение емкостей дифференцирующих конденсаторов калибраторов осуществлялось с помощью прибора МНС – 1100 (RLC-meter) на частоте 1 кГц. Погрешность измерения емкости 1 пФ составляет 0,03 %, а в диапазоне емкостей (10 – 100000) пФ – 0,01 %. В эталоне малых токов необходимо учитывать особенности измерения емкостей фторопластовых конденсаторов [10]. Упрощенная схема замещения конденсатора с диэлектриком показана на рисунке 12. Здесь емкость  $C$  эквивалентна емкости диэлектрика, обусловленной мгновенной поляризацией, сопротивление  $R$  характеризует сквозную проводимость, а цепочка  $R_i C_i$  (их может быть много) описывает медленно устанавливающуюся поляризацию, т.е. учитывает процесс абсорбции заряда. Поэтому емкости фторопластовых конденсаторов рекомендуется измерять с использованием эталона емкости в диапазоне инфранизких частот (лучше на частоте 0,1 Гц) [10]. При больших частотах необходимо увеличивать длительность измерений.

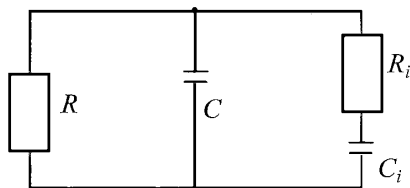


Рис. 12. Упрощенная схема замещения диэлектрика и конденсатора с диэлектриком

Создаваемые для эталона малых токов узлы с дифференцирующими конденсаторами и на основе высокоточных резисторов (10 МОм, 100 МОм и 1 ГОм) конструктивно должны быть выполнены независимыми и с унифицированными входными и выходными разъемами (рис. 5). ГЛИН должен воспроизводить линейно изменяющееся напряжение с номинальным значением крутизны, равной 10 мВ/с с погрешностью не более 0,025 %, иметь управляющие команды «Пуск», «Сброс», «Стоп», «Полярность» и индикатор изменения напряжения.

При этом достигается более высокоточное измерение сопротивлений резисторов (с помощью эталона сопротивления) и емкостей конденсаторов (с помощью эталона емкости) и обеспечивается высокоточное воспроизведение токов. Высокоточное измерение постоянного напряжения 10 В (для токов более 1 нА) и ЛИН с крутизной 10 мВ/с (для воспроизведения токов менее 1 нА) может обеспечиваться национальными эталонами единицы постоянного напряжения и частоты и времени.

Список используемой литературы

1. П. А. Черняев, Е. А. Казакова. Особенности аппаратуры для измерений сигналов в высоко-

омных цепях// Метрология и приборостроение. БелГИМ.– 2011.– №2. – С.35–39.

2. П. А. Черняев, Е. А. Казакова, В. В. Попко. О создании эталонного генератора линейно изменяющегося напряжения// Метрология и приборостроение. – 2012. – №1. С. 7–9.

3. В. П. Лобко, П. А. Черняев, Е. А. Казакова, А. А. Волкодатов. Исследование эталонного обору- дования воспроизведения малых постоянных токов.//Метрология и приборостроение.– 2013.– №2. – С. 4 – 10.

4. П. А. Черняев, Е. А. Казакова, Д. В. Сенте- мова. Воспроизведение и измерение постоянного тока в аттоамперном диапазоне// Метрология и приборостроение. – 2013. – №4. – С.25 – 28.

5. Черняев П. А., Казакова Е. А. Результаты ис- следования аппаратуры для измерений сигналов в высокоомных цепях. Сборник научных трудов БелГИМ. – вып. 10. – С.49 – 55. Минск, 2012.

6. А. А. Арчаков, А. А. Володкевич, П. А. Чер- няев. Особенности калибровки электрометри- ческих измерителей. Сборник научных трудов БелГИМ. Выпуск 2. – С.52 – 55. Минск, 2004.

7. О. М. Павлов, П. А. Черняев. Воспроизведе- ние и измерение постоянного тока в аттоампер- ном диапазоне с наивысшей точностью. Измери- тельная техника №7. М., 2014.

8. А. М. Илюкович. Техника электрометрии. «Энергия», М., 1976.

9. G.-D. Willenberg. Supplementary Comparison of Small Current Sources. REPORT. EUROMET.EM- S24 (Euromet Project 830).

10. И. В. Дзюбенко, А. М. Илюкович. Приме- нение высокоомных мостовых схем с питанием линейно изменяющимся напряжением для изме- рения характеристик диэлектриков и конденса- торов с диэлектриком. ВНИИФТРИ. Исследования в области электрометрии. ТРУДЫ. Вып. 1(31), часть 2. М., 1970.

11. Черняев П.А. Ковалев Л.С., Федчун Л. Н. Устройство для калибровки электрометров. Ав- торское свидетельство СССР № 1479903.

12. Калибратор больших сопротивлений и малых токов ЕК1-6. Техническое описание и инструкция по эксплуатаии.

13. Ковалев Л. С., Федчун Л. Н., Черняев П. А.– Генератор ступенчатого напряжения. Авторское свидетельство СССР № 1479903.

**Петр Андреевич Черняев**, кандидат технических наук, ученый хранитель национального эталона единицы электрического напряжения – вольта, ведущий инженер отдела БелГИМ;

**Елена Андреевна Казакова**, начальник отдела БелГИМ;

**Вадим Васильевич Попко**, инженер I категории отдела БелГИМ;

**Диана Валентиновна Сентемова**, инженер I ка- тегории отдела БелГИМ

Дата поступления 16.04.2015 г.