

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СЛУЖБА
СТАНДАРТНЫХ СПРАВОЧНЫХ ДАННЫХ
(ГСССД)

УДК 669. /539.5 – 536.6/

ТАБЛИЦЫ СТАНДАРТНЫХ СПРАВОЧНЫХ ДАННЫХ

СЕГНЕТОМЯГКИЕ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ
МНОГОКОМПОНЕНТНОЙ СИСТЕМЫ

$(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2})[\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle_{1-x-y}]\text{O}_3$. ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ,

ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И УПРУГИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИ
КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

ГСССД 307 – 2015

(ОКОНЧАТЕЛЬНАЯ РЕДАКЦИЯ, тема RU.3.033 — 2016)

РАЗРАБОТАНЫ ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» с участием специалистов Научно - исследовательского института физики Южного федерального университета (докт. физ.-мат. наук Л.А. Резниченко, канд. физ.-мат. наук К.П. Андрияшин, канд. физ.-мат. наук А.В. Павленко, канд. физ.-мат. наук А.А. Павелко, канд. физ.-мат. наук И.Н. Андрияшина)

РЕКОМЕНДОВАНЫ к утверждению Федеральным государственным унитарным предприятием «Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия» (ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»)

ОДОБРЕНЫ экспертной комиссией в составе:

докт. физ.-мат. наук В.В. Иванова,
докт. физ.-мат. наук Е.М. Панченко,
докт. физ.-мат. наук Л.С. Лунина,
канд. техн. наук П.В. Попова

ПОДГОТОВЛЕНЫ к утверждению Российским научно-техническим центром информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия (ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»)

УТВЕРЖДЕНЫ Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии **«27» октября 2015 г.**
(протокол № 3)

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СЛУЖБА
СТАНДАРТНЫХ СПРАВОЧНЫХ ДАННЫХ**

Таблицы стандартных справочных данных

Сегнетомягкие керамики на основе **ГСССД**
многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2})$ **307 – 2015**
 $[\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle_{1-x-y}]_3\text{O}_3$. Диэлектрические,
пьезоэлектрические и упругие характеристики
при комнатной температуре.

Tables of Standard Reference Data

Segнето soft ceramics based on multicomponent **GSSSD**
system $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2})$ $[\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle_{1-x-y}]_3\text{O}_3$. **307 - 2015**
Dielectric, piezoelectric and elastic properties at
the room temperature

ДЕПОНИРОВАННАЯ РУКОПИСЬ

УДК 669. /539.5 – 536.6/

Таблицы стандартных справочных данных ГСССД 307 – 2015. Сегнетомягкие керамики на основе многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2}) [\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle_{1-x-y}] \text{O}_3$. Диэлектрические, пьезоэлектрические и упругие характеристики при комнатной температуре/ Л.А. Резниченко, К.П. Андриюшин, А.В. Павленко, А.А. Павелко, И.Н. Андриюшина ; Росс. научн.–технич. центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» – М., 2015, – 21 с. : Ил. 3 – Библиогр. 3 назв. – Рус. – 3 назв.

Депонированы в ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» 27.10.2015 г, № 887-2015 кк.

В таблицах представлены стандартные справочные данные о диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих свойствах керамик на основе многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2}) [\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle_{1-x-y}] \text{O}_3$ при комнатной температуре.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Основная часть	6
Таблица 1. Стандартные справочные данные о диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих свойствах керамик на основе многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2})[\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle_{1-x-y}]\text{O}_3$ при комнатной температуре	8
ПРИЛОЖЕНИЕ А. (справочное)	9
Таблица А1. Концентрации компонентов, регламенты синтеза и спекания аттестуемых составов	10
2. Метод получения образцов	10
3. Методы исследования образцов	10
4. Методы и исследования образцов	
5. Экспериментальные результаты	14
6. Оценка достоверности данных	20
7. Список литературы	21

1.Основная часть

Настоящие таблицы стандартных справочных данных (ССД) являются новыми и распространяются на диэлектрические, пьезоэлектрические и упругие свойства керамик на основе многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2})\left[\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle\right]_{1-x-y}\text{O}_3$ при комнатной температуре.

Основой для составления таблиц явились данные, приведенные в таблицах А2-А17 приложения А.

Табличные данные рассчитаны согласно ГОСТ 11 0444-87 [1] с применением методики ГСССД 183-2011 [2] и отображают значения следующих характеристик керамик на основе многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2})\left[\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle\right]_{1-x-y}\text{O}_3$ при комнатной температуре:

1. Относительная диэлектрическая проницаемость $(\varepsilon/\varepsilon_0)$ – отношение индуцированного в электрическом поле заряда на обкладках конденсатора, заполненного диэлектриком, к заряду, индуцированному в том же поле на обкладках того же конденсатора с вакуумным промежутком. Расчеты проводили по формуле:

$$\varepsilon / \varepsilon_0 = \frac{14.4 \bullet C_0 \bullet d}{t}, \quad (1)$$

где C_0 - емкость образца (Ф); d - диаметр образца (м); t - толщина образца (м); ε_0 - диэлектрическая постоянная, равная $8.85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м.

2. Относительная диэлектрическая проницаемость, $\varepsilon_{33}^T / \varepsilon_0$, поляризованного образца в форме диска в направлении, параллельном его оси поляризации, в условиях постоянного давления.

3. Тангенс угла диэлектрических потерь ($\text{tg}\delta$) – тангенс угла между векторами плотностей переменного тока проводимости и тока смещения диэлектрика на комплексной плоскости.

4. Коэффициент электромеханической связи планарной моды колебаний (K_p) – показатель эффективности преобразования электрической энергии в механическую энергию или преобразования механической в электрическую. Расчеты проводили по формуле:

$$K_p = \sqrt{\frac{\eta^2 - 1 + \sigma^2}{2(1 + \sigma)}} \left(1 - \frac{f_{r1}^2}{f_{a1}^2}\right), \quad (2)$$

где f_{r1}, f_{a1} – частоты резонанса и антирезонанса для первой гармоники (Гц), f_{r3} – частота резонанса для третьей гармонике (Гц), σ и η – планарный коэффициент Пуассона и

наименьший положительный корень частотного уравнения Бесселя, соответственно, выбирающиеся в соответствие с таблицей 9 ОСТ 11 0444-87 [1].

5. Пьезоэлектрический модуль (d_{ij} , пКл/Н) – наведенная поляризация в направлении i на единицу механического давления, приложенного в направлении j , или величина деформации в направлении i на единицу напряженности электрического поля, приложенного в направлении j ; направление 3 – параллельно оси поляризации, 1 – перпендикулярно оси поляризации. Расчеты $|d_{31}|$ проводили по формуле:

$$|d_{31}| = \frac{0.188 \cdot K_p \cdot 10^{-5}}{rf_{r1}} \sqrt{\frac{\varepsilon_{33}^T / \varepsilon_0}{\rho}}, \quad (3)$$

где ρ – измеренная плотность образца, определяемая методом гидростатического взвешивания в октане (г/м^3), r – радиус образца (м).

d_{33} – измеряли квазистатическим методом с помощью YE2730A d_{33} METER.

6. Механическая добротность планарной моды колебаний (Q_m) – отношение реактивного сопротивления к сопротивлению последовательной электрической цепи эквивалентной пьезокерамическому элементу. Расчеты проводили по формуле:

$$Q_m = \frac{f_{a1}^2 \cdot 10^{12}}{2\pi r \cdot R \cdot f_{r1} (f_{a1}^2 - f_{r1}^2)}, \quad (4)$$

где R – сопротивления образца (Ом), измеренное на частоте резонанса первой гармоники.

7. Пьезоэлектрический коэффициент по напряжению (пьезочувствительность) (g_{ij} , мВ·м/Н) – величина генерируемого электрического поля в направлении i к единице механического давления в направлении j . Расчеты проводили по формуле:

$$|g_{31}| = \frac{|d_{31}|}{\varepsilon_{33}^T}. \quad (5)$$

8. Скорость звука по радиальной моде колебаний (V_1^E) – скорость распространения звуковой волны в образце в форме диска в направлении перпендикулярном оси поляризации и приложенному переменному электрическому полю. Расчеты проводили по формуле:

$$V_1^E = \frac{2\pi r f_r}{100\eta} \sqrt{1 - \sigma^2}. \quad (7)$$

Таблица 1

Стандартные справочные данные о диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих свойствах керамик на основе многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2})\left[\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle_{1-x-y}\right]\text{O}_3$ при комнатной температуре

Номер состава	1	2
PbO	67.02	64.64
TiO ₂	10.48	10.35
ZrO ₂	15.74	16.4
Nb ₂ O ₅	4.62	4.71
BaO	0.44	1.06
SrO	0.81	1.93
MgO	0.51	0.52
ZnO	0.38	0.39
$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	2700	3020
tgδ, % (E = 50 В/см)	1.7	1.58
K_p	0.7	0.65
$ d_{31} $, пКл/Н	235	238
d_{33} , пКл/Н	540	547
$d_{33}^{обр.}$, пм/В	2200 ^{*)}	3000
g_{33} мВ·м/Н	9.9	8.8
Q_M	75	69
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0.551	0.587
$V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2.681	2.792

^{*)} Напряженность постоянного электрического поля E=5 кВ/см

ПРИЛОЖЕНИЕ А.

(справочное)

Данные таблицы являются результатом научно-исследовательских работ, проводимых в отделе активных материалов научно-исследовательского института физики Южного федерального университета по созданию и подготовке справочных данных диэлектрических (ϵ/ϵ_0 , $\text{tg}\delta$), пьезоэлектрических (K_p , d_{ij} , g_{ij}) и упругих (Y_{11}^E , Q_M , V_1^E) характеристик новых функциональных керамических материалов на основе многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2}) [\text{Ti}_x\text{Zr}_y \langle (\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3}) \rangle]_{1-x-y} \text{O}_3$.

Керамики указанной системы изготавливаются по обычной керамической технологии, характеризуются высокими значениями относительной диэлектрической проницаемости поляризованных образцов, обратного пьезомодуля, коэффициента электромеханической связи планарной моды колебаний, температуры Кюри, и могут быть использованы в высоковольтных актюаторах лазерных адаптивных систем, компенсаторах вибрации оборудования, приборах точного позиционирования объектов (микролитография, туннельные растровые микроскопы), а также в топливно- распределительных системах бензиновых и дизельных двигателей. Однако на данный момент для них отсутствуют аттестованные справочные данные при комнатной температуре.

В НИИ физики ЮФУ были проведены обширные исследования свойств керамик на основе многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2}) [\text{Ti}_x\text{Zr}_y \langle (\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3}) \rangle]_{1-x-y} \text{O}_3$ с использованием аттестованной методики ГСССД МЭ 183-2011 [2] в соответствии с ОСТ 11 0444-87 [1]. Для разработки ССД были отобраны результаты исследований характеристик двух составов (по восемь экспериментальных образцов для каждого) системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2}) [\text{Ti}_x\text{Zr}_y \langle (\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3}) \rangle]_{1-x-y} \text{O}_3$, полученные с помощью специализированного автоматического измерительного комплекса.

Аттестуемые образцы имели различный химический состав (различное количественное соотношение исходных компонентов), и были получены с использованием отличающихся регламентов синтеза и спекания (температура, T , время, τ) (таблица А1).

Таблица А1

Концентрации компонентов, регламенты синтеза и спекания аттестуемых составов

Номера состава	Состав, масс. %								Т _{синт.1} , К	Т _{синт.2} , К	Т _{спек.} , К
	PbO	TiO ₂	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅	BaO	SrO	MgO	ZnO	τ _{синт.1} ,	τ _{синт.2} ,	τ _{спек.} ,
1	67.02	10.48	15.74	4.62	0.44	0.81	0.51	0.38	1140 5	1160 5	1570 1.5
2	64.64	10.35	16.4	4.71	1.06	1.93	0.52	0.39	1140 5	1160 5	1570 1.5

2. Метод получения образцов

Регламенты синтеза и спекания

Экспериментальные образцы ТР состава $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2})[\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle_{1-x-y}]\text{O}_3$ получали твердофазным синтезом в две стадии и спекали по обычной керамической технологии (ОКТ) ($T_{\text{синт.1}} = 1140\text{K}$, $\tau = 5$ ч., $T_{\text{синт.2}} = 1160\text{K}$, $\tau = 5$ ч.; $T_{\text{спек.}} = 1570\text{K}$ в зависимости от состава, длительность изотермической выдержки, $\tau_{\text{сп}} = 1.5$ ч).

Механическая обработка.

Измерительные образцы изготавливали в виде дисков (10×1 мм или 10×0.5 мм). Обработку поверхностей производили алмазным инструментом по 6 классу точности.

Металлизация.

Электроды наносили двукратным вжиганием серебрясодержащей пасты при температуре 1070K в течение 0.5 ч.

Поляризация.

Формирование поляризованного состояния в объектах осуществляли методом "горячей" поляризации: образцы загружали в камеру с полиэтиленсилоксановой жидкостью ПЭС-5 при $\sim 300\text{K}$, в течение 0.5 ч. осуществляли плавный подъем температуры до 440K , сопровождающийся увеличением создаваемого поля от 0 до $5-7$ кВ/мм. В этих условиях образцы выдерживали $20-25$ мин и затем охлаждали под полем до комнатной температуры.

3. Методы исследования образцов.

Рентгеноструктурный анализ

Рентгенографические исследования проводили в отделе активных материалов НИИ физики ЮФУ (старший научный сотрудник Шилкина Л. А.) методом порошковой дифракции (ДРОН-3, $Co_{K\alpha}$, геометрия Брэгга - Брентано). Исследовали синтезированные порошки и измельченные керамические объекты, что позволило исключить влияние поверхностных эффектов, напряжений и текстур, возникающих в процессе получения

керамик. Расчет структурных параметров производили по стандартным методикам [3]. Точность определения параметров перовскитной ячейки: линейных $\delta a = \delta c = \delta b = \pm 0,05 \%$; угловых $\delta \alpha = \delta \beta = \pm 5 \%$; объема $\delta V = \pm 0,07 \%$.

Определение плотностей (измеренной, рентгеновской, относительной)

Определение измеренной ($\rho_{\text{изм.}}$) плотности образцов осуществляли методом гидростатического взвешивания, где в качестве жидкой среды использовали октан. Плотность рассчитывали по формуле:

$$\rho_{\text{изм.}} = (\rho_{\text{окт}} * m_1) / (m_2 - m_3 + m_4),$$

где $\rho_{\text{окт}}$ – плотность октана, m_1 – масса сухой заготовки, m_2 – масса заготовки, насыщенной октаном, m_3 – масса насыщенной заготовки, взвешенной в октане с подвесом, m_4 – масса подвеса для заготовки.

Расчет рентгеновской плотности ($\rho_{\text{рентг.}}$) производили по формуле: $\rho_{\text{рентг.}} = 1.66 * M / V$, где M – вес формульной единицы в граммах, V – объем перовскитной ячейки в Å. Относительную плотность ($\rho_{\text{отн.}}$) рассчитывали по формуле $(\rho_{\text{изм.}} / \rho_{\text{рентг.}}) * 100\%$.

Измерения диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик

Измерения диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик проводили по методике ГСССД МЭ 183-2011 [2] с помощью разработанного автоматического измерительного комплекса (АИК). На рис. А1 представлена Блок- схема АИК.

4. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ОБРАЗЦОВ

Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализы

Рентгенографические исследования проводили в отделе активных материалов НИИ физики ЮФУ (старший научный сотрудник Шилкина Л. А.) методом порошковой дифракции (ДРОН-3, Со_{кк}, геометрия Брэгга - Брентано). Исследовали синтезированные порошки и измельченные керамические объекты, что позволило исключить влияние поверхностных эффектов, напряжений и текстур, возникающих в процессе получения керамик. Расчет структурных параметров производили по стандартным методикам. Точность определения параметров перовскитной ячейки: линейных $\delta a = \delta c = \delta b = \pm 0,05 \%$; угловых $\delta \alpha = \delta \beta = \pm 5 \%$; объема $\delta V = \pm 0,07 \%$.

Определение плотностей (измеренной, рентгеновской, относительной)

Определение измеренной ($\rho_{\text{изм.}}$) плотности образцов осуществляли методом гидростатического взвешивания, где в качестве жидкой среды использовали октан. Плотность рассчитывали по формуле:

$$\rho_{\text{изм.}} = (\rho_{\text{окт}} * m_1) / (m_2 - m_3 + m_4),$$

где $\rho_{\text{окт}}$ – плотность октана, m_1 – масса сухой заготовки, m_2 – масса заготовки, насыщенной октаном, m_3 – масса насыщенной заготовки, взвешенной в октане с подвесом, m_4 – масса подвеса без заготовки.

Расчет рентгеновской плотности ($\rho_{\text{рентг.}}$) производили по формуле: $\rho_{\text{рентг.}} = 1.66 \cdot M/V$, где M - вес формульной единицы в граммах, V – объем перовскитной ячейки в Å. Относительную плотность ($\rho_{\text{отн.}}$) рассчитывали по формуле $(\rho_{\text{изм.}} / \rho_{\text{рентг.}}) \cdot 100\%$.

*Измерения диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик
при комнатной температуре*

Измерения диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик проводили в соответствии с методикой ГСССД МЭ 183-2011 [3] с помощью разработанного измерительного комплекса (ИК) на базе прецизионного анализатора импеданса Wayne Kerr 6500 В. На рис. А2 представлена Блок- схема ИК.

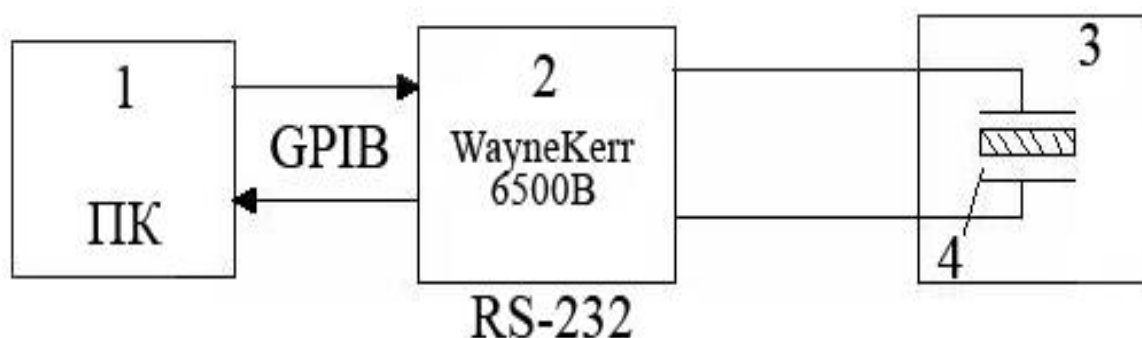


Рисунок А2 – Схема измерительного комплекса для измерения диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик различных пьезокерамических материалов.

- 1 – блок управления (персональный компьютер с программным обеспечением);
- 2 - прецизионный анализатор импеданса Wayne Kerr 6500 В;
- 3 – измерительная камера;
- 4 – измерительный образец.

Исследуемый образец (4) помещали в измерительную камеру (3). На него подавали переменное электрическое измерительное поле амплитудой $40 \div 60$ мВ заданной частоты f и производили автоматическое измерение диэлектрических параметров. При этом данные с (2) передаются в (1), где происходит их дальнейшая обработка и запись. Далее в (1) происходит изменение f и процедура измерения повторяется через заданный частотный шаг, минимальное значение которого составляет 1 Гц. Из частотных зависимостей адмитанса ($Y(f)$), согласно [3], определяли частоты резонанса выбранной гармоники (первой, третьей или пятой). Частоте резонанса (f_r) соответствует максимум действительной части частотной зависимости $Y(f)$, при последовательной схеме замещения. Частоте антирезонанса (f_a) соответствует минимум $Y(f)$, при параллельной схеме замещения. При частоте резонанса также производится измерение сопротивления образца, R . На частоте 1кГц производили измерения емкости, C , и тангенса угла диэлектрических потерь, $\text{tg}\delta$, при амплитуде измерительного электрического поля $40 \div 60$ мВ.

Для обработки и расчета необходимых диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик аттестуемых керамических образцов использовалась специализированная программа «Kalipso 2.0.0.27», рабочее окно которой представлено на рис. А3.

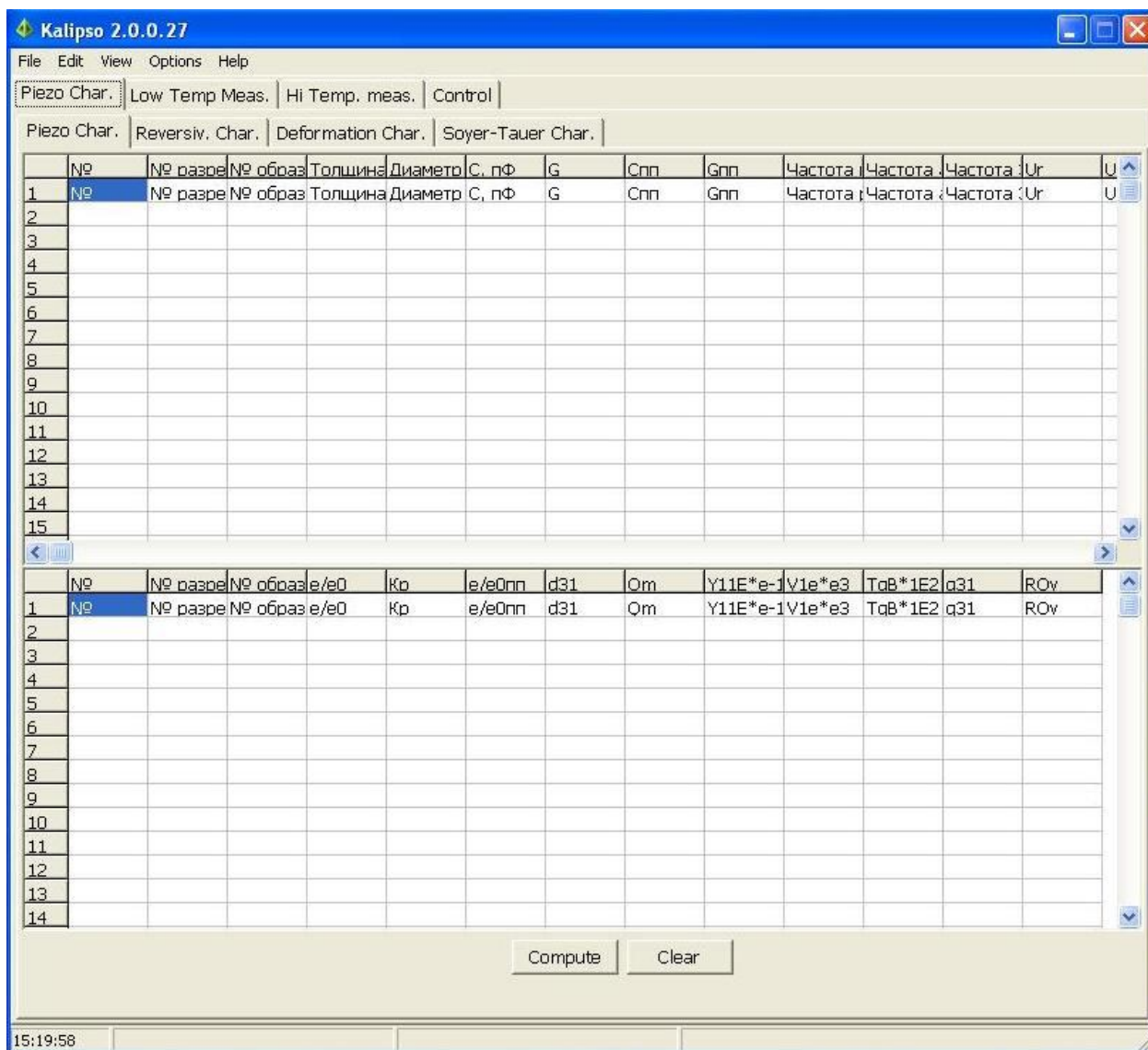


Рисунок А3 – Рабочее окно программы «Kalipso 2.0.0.27»

В соответствующие ячейки рабочего окна вводятся номер экспериментального образца, его геометрические размеры (толщина, t , и диаметр, d , в сантиметрах, соответственно), значения диэлектрических параметров до и после поляризации (емкость, C в пФ и тангенса угла диэлектрических потерь, $\text{tg}\delta$), f_r (для первой и третьей гармоник), f_a (для первой гармоники), а также R и значения $\rho_{\text{изм.}}$. Для запуска процесса расчета необходимо нажать на кнопку «compute». Для сохранения полученных результатов в формате Microsoft Office Excel 2007 «xlsx» необходимо зайти в основное меню программы «Файл», выбрать

опцию «Сохранить как», директорию и имя файла, в котором будут сохранены рассчитанные данные. Последовательность операций продемонстрирована на рис. А4.

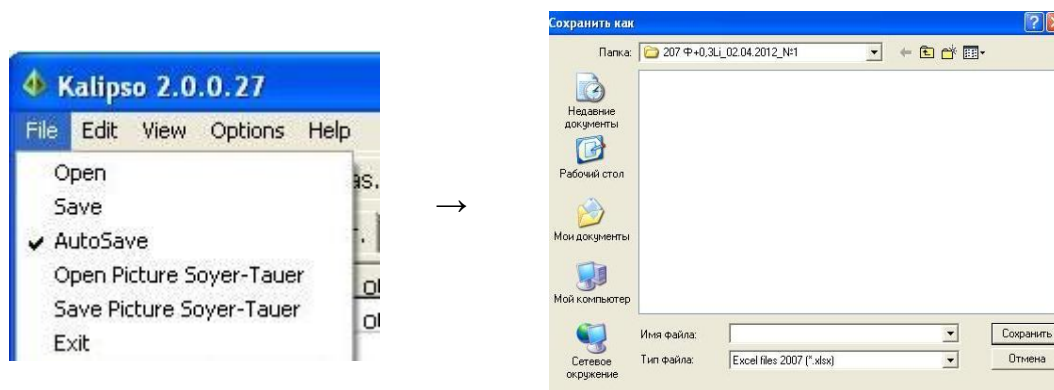


Рисунок А4 – Последовательность операций для сохранения данных.

Применение рентгенофазового контроля на всех стадиях получения аттестуемых объектов и определение плотностей в совокупности с измерением диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик позволили выбрать оптимальные регламенты синтеза и спекания аттестуемых объектов.

5. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Результаты измерения диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик керамик на основе многокомпонентной системы $(\text{Pb}_{1-\alpha_1-\alpha_2}\text{Sr}_{\alpha_1}\text{Ba}_{\alpha_2})$ $[\text{Ti}_x\text{Zr}_y\langle(\text{Nb}_{2/3}\text{Zn}_{1/3})(\text{Nb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3})\rangle_{1-x-y}]\text{O}_3$ приведены в таблицах А2-А17.

Таблица А2. Состав 1. Образец 1.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	2700
$\text{tg}\delta$, % ($E = 50 \text{ В/см}$)	1,69
K_p	0,69
$ d_{31} $, пКл/Н	236
d_{33} , пКл/Н	540
$d_{33}^{\text{обр.}}$, пм/В	2150
g_{33} мВ·м/Н	9,9
Q_M	74
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,55
$V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,682

Таблица А3. Состав 1. Образец 2.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	2690
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	1,71
K_p	0,7
$ d_{31} $, пКл/Н	236
d_{33} , пКл/Н	540
$d_{33\max}^{обр.}$, пм/В	2150
g_{33} мВ·м/Н	9,9
Q_M	74
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,55
$V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,682

Таблица А4. Состав 1. Образец 3.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	2695
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	1,71
K_p	0,7
$ d_{31} $, пКл/Н	237
d_{33} , пКл/Н	535
$d_{33\max}^{обр.}$, пм/В	2200
g_{33} мВ·м/Н	9,7
Q_M	75
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,551
$V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,678

Таблица А5. Состав 1. Образец 4.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	2695
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	1,71
K_p	0,71
$ d_{31} $, пКл/Н	234
d_{33} , пКл/Н	545
$d_{33\max}^{обр.}$, пм/В	2200
g_{33} мВ·м/Н	10
Q_M	76
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,552
$V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,683

Таблица А6. Состав 1. Образец 5.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	2710
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	1,69
K_p	0,7
$ d_{31} $, пКл/Н	234
d_{33} , пКл/Н	550
$d_{33 \max}^{обр.}$, пм/В	2250
g_{33} мВ·м/Н	10
Q_M	76
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,552
$V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,681

Таблица А7. Состав 1. Образец 6.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	2700
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	1,69
K_p	0,7
$ d_{31} $, пКл/Н	235
d_{33} , пКл/Н	535
$d_{33 \max}^{обр.}$, пм/В	2250
g_{33} мВ·м/Н	10
Q_M	75
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,551
$V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,682

Таблица А8. Состав 1. Образец 7.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	2710
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	1,7
K_p	0,7
$ d_{31} $, пКл/Н	234
d_{33} , пКл/Н	535
$d_{33 \max}^{обр.}$, пм/В	2200
g_{33} мВ·м/Н	9,9
Q_M	75
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,551
$V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,678

Таблица А9. Состав 1. Образец 8.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	2700
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	1,7
K_p	0,7
$ d_{31} $, пКл/Н	234
d_{33} , пКл/Н	540
$d_{33}^{обр.}$, пм/В	2200
g_{33} мВ·м/Н	9,8
Q_M	75
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,551
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,682

Таблица А10. Состав 2. Образец 1.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	3015
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	0,65
K_p	1,25
$ d_{31} $, пКл/Н	235
d_{33} , пКл/Н	547
$d_{33}^{обр.}$, пм/В	3000
g_{33} мВ·м/Н	8,7
Q_M	68
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,589
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,793

Таблица А11. Состав 2. Образец 2.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	3020
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	0,65
K_p	1,25
$ d_{31} $, пКл/Н	238
d_{33} , пКл/Н	544
$d_{33}^{обр.}$, пм/В	2970
g_{33} мВ·м/Н	8,8
Q_M	68
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,587
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,792

Таблица А12. Состав 2. Образец 3.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	3020
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	0,64
K_p	1,26
$ d_{31} $, пКл/Н	240
d_{33} , пКл/Н	549
$d_{33\max}^{обр.}$, пм/В	3000
g_{33} мВ·м/Н	8,8
Q_M	67
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,589
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,793

Таблица А13. Состав 2. Образец 4.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	3025
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	0,66
K_p	1,26
$ d_{31} $, пКл/Н	239
d_{33} , пКл/Н	548
$d_{33\max}^{обр.}$, пм/В	3000
g_{33} мВ·м/Н	8,9
Q_M	69
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,586
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,792

Таблица А14. Состав 2. Образец 5.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	3020
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	0,65
K_p	1,25
$ d_{31} $, пКл/Н	239
d_{33} , пКл/Н	548
$d_{33\max}^{обр.}$, пм/В	3030
g_{33} мВ·м/Н	8,7
Q_M	69
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,586
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,791

Таблица А15. Состав 2. Образец 6.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	3020
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	0,65
K_p	1,27
$ d_{31} $, пКл/Н	239
d_{33} , пКл/Н	547
$d_{33\max}^{обр.}$, пм/В	3030
g_{33} мВ·м/Н	8,8
Q_M	67
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,586
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,791

Таблица А16. Состав 2. Образец 7.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	3015
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	0,64
K_p	1,27
$ d_{31} $, пКл/Н	236
d_{33} , пКл/Н	546
$d_{33\max}^{обр.}$, пм/В	2990
g_{33} мВ·м/Н	8,8
Q_M	68
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,587
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,792

Таблица А17. Состав 2. Образец 8.

$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	3020
$\operatorname{tg}\delta$, % (E = 50 В/см)	0,66
K_p	1,27
$ d_{31} $, пКл/Н	238
d_{33} , пКл/Н	547
$d_{33\max}^{обр.}$, пм/В	3010
g_{33} мВ·м/Н	8,9
Q_M	68
$Y_{11}^E \cdot 10^{-11}$, Н/м ²	0,587
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,793

6. ОЦЕНКА ДОСТОВЕРНОСТИ ДАННЫХ

Суммарные погрешности измерений диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик аттестуемых объектов представлены в таблице A18.

Таблица A18 – Суммарные погрешности измерений электрофизических параметров

Параметры		$\Delta A/A, \%$
Наименование	Значение A	
$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	250÷5000	1.0
K_p	0.2÷0.3	5.0
	0.3÷0.4	2.0
	0.4÷0.5	1.5
	0.5÷0.7	1.0
$ d_{31} \cdot 10^{12}, \text{ КЛ/Н}$	20÷30	5.0
	30÷40	2.0
$d_{33} \cdot 10^{12}, \text{ КЛ/Н}$	40÷100	3.0
	100÷700	2.0
$d_{33}^{обп.}, \text{ пм/В}$	400÷3500	10.0
$ g_{31} \cdot 10^3, \text{ В} \cdot \text{м/Н}$	8÷17	2.0
$g_{33} \cdot 10^3, \text{ В} \cdot \text{м/Н}$	16÷40	2.0
Q_M	50÷60	10
	600÷5000	20
$\text{tg} \delta \cdot 10^2$	0.3÷20.0	5.0
$\gamma_{11}^E \cdot 10^{-11}, \text{ Па}$	0.55÷1.20	0.7
$\nu_1^E \cdot 10^{-3}, \text{ м/с}$	2.6÷4.0	0.3

7. СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ОСТ 11 0444-87. Материалы пьезокерамические. Технические условия. Группа Э10. Введен 01.01.88. -140с.
2. Резниченко, Л.А. Методика ГСССД МЭ 183-2011. Методика экспериментального определения пьезоэлектрических и упругих характеристик: пьезомодулей, коэффициентов электромеханической связи, механической добротности, модуля юнга, скорости звука, пьезоэлектрического коэффициента (пьезочувствительности); – различных сегнетопьезоэлектрических материалов в широком интервале температур (10÷1000)К. / Л.А. Резниченко, К.П. Андрюшин, И.Н. Андрюшина, И.А. Вербенко, С.П. Кубрин, А.А. Павелко, А.В. Павленко, Ю.И. Юрасов // Рос. н-техн. центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия. М. 2011. Деп. в ФГУП “Стандартинформ”. 03.05.2011. № 875а-2011 к.к. УДК. 621.315.612.
3. Хаякава, С. Электронно-техническая керамика: Симпозиум по электротехнической и электронной технике при выставке электронной техники / С. Хаякава //М. 1975. 56 с.