

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СЛУЖБА
СТАНДАРТНЫХ СПРАВОЧНЫХ ДАННЫХ
(ГСССД)

УДК 669. /539.5 – 536.6/

ТАБЛИЦЫ СТАНДАРТНЫХ СПРАВОЧНЫХ ДАННЫХ

СЕГНЕТОМАГНЕТИКИ НА ОСНОВЕ БИНАРНОЙ СИСТЕМЫ
 BiFeO_3 - $\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$. ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ,
ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И УПРУГИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИ
КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

ГСССД 306 – 2015

(ОКОНЧАТЕЛЬНАЯ РЕДАКЦИЯ, тема RU.3 041 — 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 А.В. Павленко, канд. физ.-мат. наук И.А. Вербенко, С.И. Дудкина)

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 Е.М. Панченко,
канд. физ.-мат. наук С.В. Титова,
канд. физ.-мат. наук А.А. Павелко,
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)

УДК 669. /539.5 – 536.6/

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СЛУЖБА
СТАНДАРТНЫХ СПРАВОЧНЫХ ДАННЫХ**

Таблицы стандартных справочных данных

Сегнетомагнетики на основе бинарной
системы BiFeO_3 - $\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$.
Диэлектрические, пьезоэлектрические и
упругие характеристики при комнатной
температуре

**ГСССД
306 – 2015**

Tables of Standard Reference Data

Ferroelectromagnets based on a binary
system BiFeO_3 - $\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$. Dielectric,
piezoelectric and elastic properties at room
temperature.

**GSSSD
306 – 2015**

ДЕПОНИРОВАННАЯ РУКОПИСЬ

УДК 669. /539.5 – 536.6/

Таблицы стандартных справочных данных ГСССД 306 – 2015.

Сегнетомагнетики на основе бинарной системы BiFeO_3 - $\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$. Диэлектрические, пьезоэлектрические и упругие характеристики при комнатной температуре. / Л.А. Резниченко, А.В. Павленко, И.А. Вербенко, С.И. Дудкина; Росс. научн.–технич. центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия (ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ») – М., 2015. – 17 с. : Ил. 4 – Библиогр. 8 назв. – Рус. – 8 назв.

Депонированы в ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» 27.10.2015 г, № 886-2015 кк.

В таблицах представлены стандартные справочные данные о диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристиках керамик твердых растворов бинарной системы $(1-x) \text{BiFeO}_3 - x \text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$.

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|----|
| 1. Основная часть | 6 |
| Таблица 1. Стандартные справочные данные диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик керамик твердых растворов системы $(1-x)\text{BiFeO}_3$ - $x\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ ($x=0.275\div 0.35$) при комнатной температуре | 7 |
| ПРИЛОЖЕНИЕ А. (справочное) | 9 |
| Таблица А1. Концентрации компонентов, регламенты синтеза и спекания аттестуемых керамик. | 10 |
| 2. Метод получения образцов | 10 |
| 3. Методы и исследования образцов | 10 |
| 5. Экспериментальные результаты | 14 |
| 6. Оценка достоверности данных | 16 |
| 7. Список литературы | 17 |

1. Основная часть

Настоящие таблицы стандартных справочных данных (ССД) являются новыми и распространяются на диэлектрические, пьезоэлектрические и упругие характеристики керамик на основе бинарной системы $(1-x)\text{BiFeO}_3 - x\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ ($x=0.275 \div 0.4$) при комнатной температуре.

Основой для составления таблиц явились данные, приведенные в таблицах А2-А6 приложения А.

Табличные данные рассчитаны согласно ОСТ 11 0444-87 [1] с применением методики ГСССД 183-2011 [2] и отображают значения следующих характеристик керамик твердых растворов на основе системы $(1-x)\text{BiFeO}_3 - x\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ 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:

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

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:

$$|d_{31}| = \frac{0.188 \cdot K_p \cdot 10^{-5}}{rf_{r1}} \sqrt{\frac{\epsilon_{33}^T / \epsilon_0}{\rho}}, \quad (3)$$

где ρ – измеренная плотность образца, определяемая методом гидростатического взвешивания в октане (г/м³), r – радиус образца (м).

d_{33} – измеряли квазистатическим методом с помощью YE2730A d₃₃ 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:

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

Таблица 1

Стандартные справочные данные диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик керамик твердых растворов системы (1-х)BiFeO₃- хPbFe_{1/2}Nb_{1/2}O₃ (х=0.275÷0.35) при комнатной температуре

| | | | |
|---|---------|---------|---------|
| PbO, масс % | 19.3357 | 21.0656 | 24.5122 |
| Bi ₂ O ₃ , масс % | 53.2117 | 51,3091 | 47.5191 |
| Nb ₂ O ₅ , масс % | 5.7569 | 6.2722 | 7.2981 |

Окончание Таблицы 1.

| | | | |
|------------------------------------|---------|---------|---------|
| Fe_2O_3 , масс % | 21.6957 | 21.3531 | 20.6706 |
| $\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$ | 200 | 320 | 452 |
| $\text{tg}\delta$ | 0.05 | 0.06 | 0.03 |
| K_p | 0.10 | 0.10 | 0.11 |
| $ d_{31} $, пКл/Н | 9 | 10 | 13 |
| d_{33} , пКл/Н | 23 | 20 | 22 |
| $ g_{31} $, мВ·м/Н | 5.11 | 3.52 | 3.24 |
| Q_M | 514 | 380 | 292 |

ПРИЛОЖЕНИЕ А.

(справочное)

Сегнетомагнетики (материалы, обладающие в определенном температурном интервале одновременно сегнетоэлектрическим (СЭ) и магнитным упорядочениями [2]) в настоящее время представляют огромный интерес как с теоретической, так и с практической точек зрения, что непосредственно связано с потенциальными возможностями их использования в различных областях современной техники, таких как спинтроника, сенсорная и СВЧ-техника, стремительно развивающихся в последнее время [3]. Представителями данного класса объектов являются твердые растворы бинарной системы $(1-x)\text{BiFeO}_3-x\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$, крайними компонентами которой являются наиболее изученные высокотемпературные сегнетомагнетики.

Приведенные таблицы являются обобщением работ, проводимых в отделе активных материалов Научно-исследовательского института физики Южного федерального университета, по формированию справочных данных диэлектрических (ϵ/ϵ_0 , $\text{tg}\delta$), пьезоэлектрических (K_p , d_{ij} , g_{ij}) и упругих (Q_M) характеристик мультиферроидных керамик на основе BiFeO_3 и $\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$. Представленные керамики имеют состав $(1-x)\text{BiFeO}_3 - x\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ ($x = 0.275 \div 0.35$), являются одновременно сегнетоэлектриками и магнетиками (рис. А1) [4] в широком интервале температур и характеризуются наличием существенных пьезоэлектрических откликов [5].

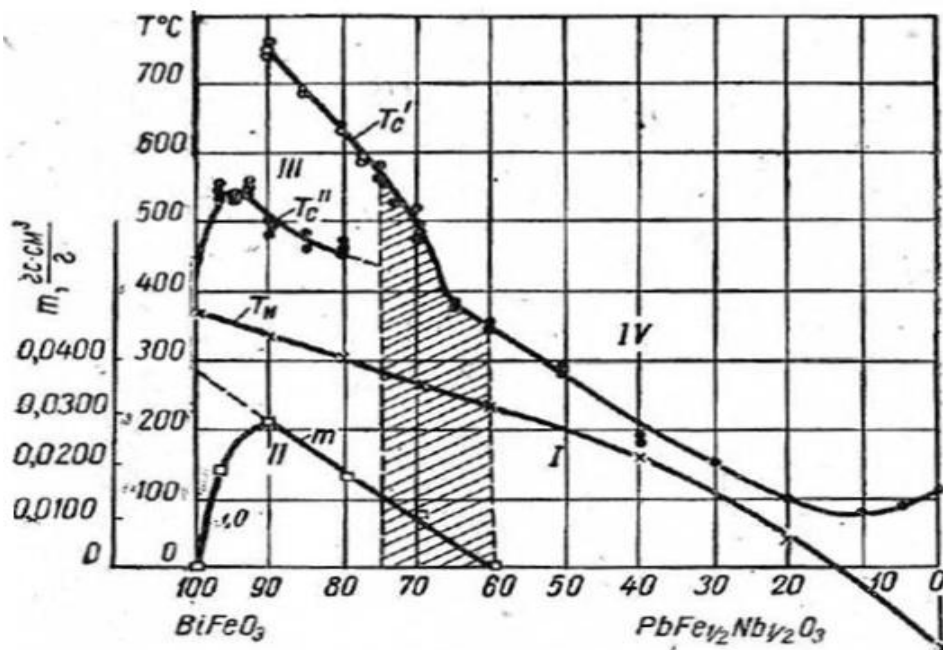


Рис. А1 Диаграмма фазовых переходов в системе ТР $(1-x)\text{BiFeO}_3 - x\text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ [4].

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 системы $(1-x) \text{BiFeO}_3 - x \text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ с использованием аттестованных методик ГСССД МЭ 183-2011 [6] и ГСССД МЭ 184-2011 [7] в соответствии с ОСТ 11 0444-87 [1]. Для разработки ССД были отобраны результаты исследований характеристик семи керамических образцов каждого из аттестуемых составов, полученных с использованием одинаковых регламентов синтеза и спекания (температура, T , время, τ) (таблица А1).

Таблица А1

Концентрации компонентов, регламенты синтеза и спекания аттестуемых керамик.

| Состав. масс. % | | | | $T_{\text{синт.1}}, \text{ К}$ | $T_{\text{синт.2}}, \text{ К}$ | $T_{\text{спек.}}, \text{ К}$ |
|-----------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|
| PbO | Bi_2O_3 | Nb_2O_5 | Fe_2O_3 | $\tau_{\text{синт.1}}, \text{ час.}$ | $\tau_{\text{синт.2}}, \text{ час.}$ | $\tau_{\text{спек.}}, \text{ час.}$ |
| 19,3357 | 53,2117 | 5,7569 | 21,6957 | 1123 10 | 1143 10 | 1243 2.5 |
| 21,0656 | 51,3091 | 6,2722 | 21,3531 | 1123 10 | 1143 10 | 1243 2.5 |
| 24,5122 | 47,5191 | 7,2981 | 20,6706 | 1123 10 | 1143 10 | 1243 2.5 |

2. МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ОБРАЗЦОВ

Регламенты синтеза и спекания

Экспериментальные образцы керамик твердых растворов системы $(1-x) \text{BiFeO}_3 - x \text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ получали твердофазным синтезом, спекали по обычной керамической технологии. В качестве исходных реагентов использовали оксиды следующих квалификаций: PbO - «ч.д.а.», Fe_2O_3 - «ч.д.а.», Nb_2O_5 - «Нбо-Пт», Bi_2O_3 - «ч.д.а.». Температура обжига при синтезе, $T_{\text{синт1}}$, составила 1123 К, длительность изотермической выдержки, $\tau_{\text{синт1}} = 10$ час., $T_{\text{синт2}}$, составила 1143 К, длительность изотермической выдержки, $\tau_{\text{синт2}} = 10$ час. Спекание образцов в виде столбиков диаметром 12 мм, высотой (15÷18) мм осуществляли при температуре, $T_{\text{сп}}$, равной 1243 К, длительность изотермической выдержки, $\tau_{\text{сп}} = 2.5$ час.

Механическая обработка.

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

Металлизация.

Электроды наносили двукратным вжиганием серебрясодержащей пасты при температуре 1070 К в течение 0.5 час.

Поляризация.

Формирование поляризованного состояния в объектах осуществляли методом "горячей" поляризации: образцы загружали в камеру с полиэтиленсилоксановой жидкостью ПЭС-5 при ~ 300 К, в течение 0.5 час. осуществляли плавный подъем температуры до 410 К, сопровождающийся увеличением создаваемого поля от 0 кВ/мм до 7 кВ/мм. В этих условиях образцы выдерживали 40 мин и затем охлаждали под полем до комнатной температуры.

3. 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, **СФК**, 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:

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

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 \AA . 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.

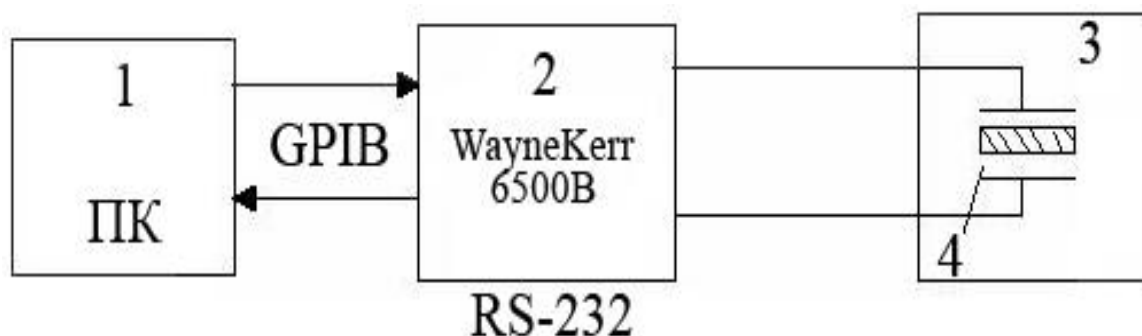


Рисунок А2 – Схема измерительного комплекса для измерения диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик различных пьезокерамических материалов.

- 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.

Kalipso 2.0.0.27

File Edit View Options Help

Piezo Char. | Low Temp Meas. | Hi Temp. meas. | Control

Piezo Char. | Reversiv. Char. | Deformation Char. | Soyer-Tauer Char.

| | № | № разрез | № образ | Толщина | Диаметр | C, пФ | G | Cnn | Gnn | Частота | Частота | Частота | Ur | U |
|----|---|----------|---------|---------|---------|-------|---|-----|-----|---------|---------|---------|----|---|
| 1 | № | № разрез | № образ | Толщина | Диаметр | C, пФ | G | Cnn | Gnn | Частота | Частота | Частота | Ur | U |
| 2 | | | | | | | | | | | | | | |
| 3 | | | | | | | | | | | | | | |
| 4 | | | | | | | | | | | | | | |
| 5 | | | | | | | | | | | | | | |
| 6 | | | | | | | | | | | | | | |
| 7 | | | | | | | | | | | | | | |
| 8 | | | | | | | | | | | | | | |
| 9 | | | | | | | | | | | | | | |
| 10 | | | | | | | | | | | | | | |
| 11 | | | | | | | | | | | | | | |
| 12 | | | | | | | | | | | | | | |
| 13 | | | | | | | | | | | | | | |
| 14 | | | | | | | | | | | | | | |
| 15 | | | | | | | | | | | | | | |

| | № | № разрез | № образ | e/e0 | Kp | e/e0nn | d31 | Qm | Y11E*e-1 | V1e*e3 | TdB*1E2 | q31 | ROv |
|----|---|----------|---------|------|----|--------|-----|----|----------|--------|---------|-----|-----|
| 1 | № | № разрез | № образ | e/e0 | Kp | e/e0nn | d31 | Qm | Y11E*e-1 | V1e*e3 | TdB*1E2 | q31 | ROv |
| 2 | | | | | | | | | | | | | |
| 3 | | | | | | | | | | | | | |
| 4 | | | | | | | | | | | | | |
| 5 | | | | | | | | | | | | | |
| 6 | | | | | | | | | | | | | |
| 7 | | | | | | | | | | | | | |
| 8 | | | | | | | | | | | | | |
| 9 | | | | | | | | | | | | | |
| 10 | | | | | | | | | | | | | |
| 11 | | | | | | | | | | | | | |
| 12 | | | | | | | | | | | | | |
| 13 | | | | | | | | | | | | | |
| 14 | | | | | | | | | | | | | |

Compute Clear

15:19:58

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 гармоник), 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.

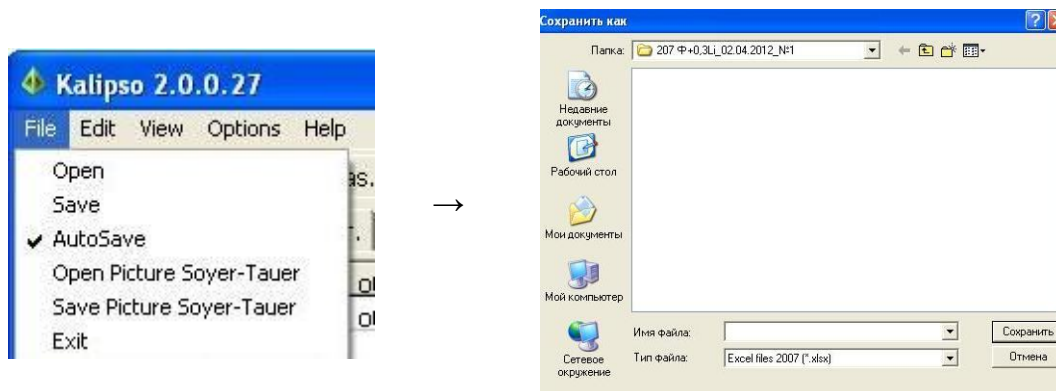


Рисунок А4 – Последовательность операций для сохранения данных.

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.

4.ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

По данным рентгенофазового анализа установлено, что получены беспримесные керамические образцы ТР системы $(1-x) \text{BiFeO}_3 - x \text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ с ромбоэдрической структурой, которым свойственны достаточно высокие значения $\rho_{\text{отн}}$ (90÷95 %), что приемлемо для материалов, полученных по обычной керамической технологии [8]. Результаты измерения диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик керамик составов $0.725 \text{BiFeO}_3 - 0.275 \text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$, $0.70 \text{BiFeO}_3 - 0.30 \text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ и $0.65 \text{BiFeO}_3 - 0.35 \text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ при комнатной температуре приведены в таблицах А2-А4.

Таблица А2.

Основные электрофизические характеристики ТР $0.725 \text{BiFeO}_3 - 0.275 \text{PbFe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ при комнатной температуре

| № образца | $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ | $\text{tg } \delta$ | K_p | Q_M | $ d_{31} , \text{ пКл} \cdot \text{H}^{-1}$ | $ g_{31} , \text{ мВ} \cdot \text{м/Н}$ | $d_{33}, \text{ пКл} \cdot \text{H}^{-1}$ |
|-----------|------------------------------|---------------------|-------|-------|---|---|---|
| 1 | 199 | 0.050 | 0.10 | 514 | 9 | 5.1 | 23 |
| 2 | 195 | 0.048 | 0.10 | 510 | 9 | 5.2 | 22 |
| 3 | 197 | 0.048 | 0.09 | 512 | 8 | 4.6 | 23 |
| 4 | 199 | 0.050 | 0.10 | 505 | 9 | 5.1 | 22 |
| 5 | 196 | 0.051 | 0.09 | 515 | 8 | 4.6 | 21 |
| 6 | 200 | 0.049 | 0.10 | 514 | 9 | 5.1 | 23 |
| 7 | 198 | 0.050 | 0.10 | 512 | 9 | 5.1 | 23 |

Таблица А3.

**Основные электрофизические характеристики ТР 0.70 BiFeO₃ – 0.30 PbFe_{1/2}Nb_{1/2}O₃
в при комнатной температуре**

| № образца | $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ | $\text{tg } \delta$ | K_p | Q_M | $ d_{31} $, пКл/В | $ g_{31} $, мВ·м/В | d_{33} , пКл/В |
|-----------|------------------------------|---------------------|-------|-------|-----------------------|------------------------|---------------------|
| 1 | 320 | 0.06 | 0.10 | 380 | 10 | 3.5 | 20 |
| 2 | 321 | 0.054 | 0.10 | 382 | 10 | 3.5 | 19 |
| 3 | 313 | 0.041 | 0.11 | 349 | 11 | 3.9 | 21 |
| 4 | 332 | 0.05 | 0.10 | 377 | 10 | 3.4 | 20 |
| 5 | 313 | 0.041 | 0.11 | 349 | 11 | 3.9 | 21 |
| 6 | 332 | 0.05 | 0.10 | 377 | 10 | 3.4 | 20 |
| 7 | 320 | 0.06 | 0.10 | 380 | 10 | 3.5 | 20 |

Таблица А4.

**Основные электрофизические характеристики ТР 0.65 BiFeO₃ – 0.35 PbFe_{1/2}Nb_{1/2}O₃
при комнатной температуре**

| № образца | $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ | $\text{tg } \delta$ | K_p | Q_M | $ d_{31} $, пКл/В | $ g_{31} $, мВ·м/В | d_{33} , пКл/В |
|-----------|------------------------------|---------------------|-------|-------|-----------------------|------------------------|---------------------|
| 1 | 452 | 0.03 | 0.11 | 292 | 13 | 3.2 | 22 |
| 2 | 450 | 0.03 | 0.10 | 290 | 13 | 3.3 | 22 |
| 3 | 455 | 0.02 | 0.11 | 295 | 13 | 3.2 | 22 |
| 4 | 451 | 0.03 | 0.10 | 291 | 12 | 3.0 | 20 |
| 5 | 452 | 0.03 | 0.11 | 289 | 13 | 3.2 | 22 |
| 6 | 454 | 0.02 | 0.10 | 292 | 13 | 3.2 | 21 |
| 7 | 452 | 0.03 | 0.10 | 293 | 13 | 3.2 | 22 |

5. ОЦЕНКА ДОСТОВЕРНОСТИ ДАННЫХ

Суммарные погрешности измерений диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик аттестуемых объектов представлены в таблице А7.

Таблица А7 – Суммарные погрешности измерений электрофизических параметров

| Параметры | | $\Delta A/A, \%$ |
|------------------------------------|------------|------------------|
| Наименование | Значение А | |
| $\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$ | 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} $, пКл/Н | 20÷30 | 5.0 |
| | 30÷40 | 2.0 |
| d_{33} , пКл/Н | 40÷100 | 3.0 |
| | 100÷700 | 2.0 |
| g_{33} , мВ·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 |
| $V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с | 2.6÷4.0 | 0.3 |

6. СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ОСТ 11 0444-87. Материалы пьезокерамические. Технические условия. Группа Э10. Введен 01.01.88. -140с.
2. Веневцев Ю.Н., Гагулин В.В., Любимов В.Н. Сегнетомагнетики. М.: Наука. 1982. - 254с.
3. Пятаков А.П., Звездин А.К. Магнитоэлектрические материалы и мультиферроики. УФН. 2012. Т. 182. №6. С. 593-620.
4. Павленко А.В. Фазовые переходы, пьезо- и магнитодиэлектрические свойства Fe- И Mn-содержащих мультиферроиков // Автореф. дисс.... к. ф.-м. н. Нальчик. 2013. – 22 с.
5. Фесенко Е.Г..Сегнетоэлектрики. Ростов-на-Дону. Изд-во Ростовского университета. 1968. -274с.
6. Резниченко Л.А., Андриюшин К.П., Павленко А.В., Дудкина С.И., Вербенко И.А., Павелко А.А., Андриюшина И.Н., Кубрин С.П., Юрасов Ю.И. 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 диапазоне температур (10÷1000) К // Аттестат № 183 от 03.05. 2011. Методика ГСССД (зарегистрирована в Рос. н.-т. центре информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия под № ГСССД МЭ 183-2011 ФГУП «Стандартинформ». Гос. служба стандартных справочных данных (ГСССД). Главный научный метрологический центр «Стандартные справочные данные о физических константах и свойствах веществ и материалов» (ГНМЦ «ССД»).
7. Резниченко Л.А., Андриюшин К.П., Андриюшина И.Н., Вербенко И.А., Кубрин С.П., Павелко А.А., Павленко А.В., Юрасов Ю.И. Методика экспериментального определения комплексной диэлектрической проницаемости, тангенса угла диэлектрических потерь, температуры Кюри диэлектрических материалов в широком диапазоне температур (10÷1000) К, частот (10^{-3} ÷ $15 \cdot 10^6$) Гц электрического измерительного поля // Аттестат № 184 от 03.05. 2011. Методика ГСССД (зарегистрирована в Рос. н.-т. центре информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия под № ГСССД МЭ 184-2011 ФГУП «Стандартинформ». Гос. служба стандартных справочных данных (ГСССД). Главный научный метрологический центр «Стандартные справочные данные о физических константах и свойствах веществ и материалов» (ГНМЦ «ССД»)).x
8. Окадзаки К. Технология керамических диэлектриков. М. "Энергия". 1976. – 336 с.