ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.937— 2017

Государственная система обеспечения единства измерений

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ. СТАНДАРТНЫЕ СПРАВОЧНЫЕ ДАННЫЕ

Сегнетопьезоэлектрические керамические материалы на основе ниобатов натрия и калия. Диэлектрические и пьезоэлектрические характеристики при температурах от 0 °С до 100 °С

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Главным научным метрологическим центром «Стандартные справочные данные о физических константах и свойствах веществ и материалов» (ГНМЦ «ССД»), Научно-исследовательским институтом физики Южного Федерального университета (НИИ физики ЮФУ)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 180 «Стандартные справочные данные о физических константах и свойствах веществ и материалов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 декабря 2017 г. № 2074-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2018

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие положения 1
Приложение А (справочное) Характеристики сегнетопьезоэлектрических керамик 4
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ. СТАНДАРТНЫЕ СПРАВОЧНЫЕ ДАННЫЕ

Сегнетопьезоэлектрические керамические материалы на основе ниобатов натрия и калия. Диэлектрические и пьезоэлектрические характеристики при температурах от 0 °С до 100 °С

State system for ensuring the uniformity of measurements. National standard. Standard reference data. Segnetoelectric ceramic materials based on niobates of sodium and potassium. Dielectric and piezoelectric characteristics at temperatures from 0 °C to 100 °C

Дата введения — 2018—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стандартные справочные данные (ССД) о диэлектрических и пьезоэлектрических характеристиках сегнетопьезоэлектрических керамических материалов на основе ниобатов натрия и калия при температурах от 0 °С до 100 °С, которые могут быть использованы в ультразвуковых преобразователях, работающих в режиме приема в широком диапазоне температур.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

ГОСТ Р 54500.3/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

3.1 Основой для составления таблиц явились данные, приведенные в таблицах А.1, А.2 приложения А.

Табличные данные рассчитаны согласно [1] с применением методик [2] и [3], отображают значения характеристик пьезокерамических материалов состава $Li_aK_bNa_cNb_dTa_mSb_nO_3+z[Bi_2O_3–Fe_2O_3]$ при температуре 25 °С, приведенных в 3.1.1—3.1.7.

Издание официальное

3.1.1 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. $\varepsilon/\varepsilon_0$ рассчитывают по формуле

$$\varepsilon/\varepsilon_0 = 14{,}4 \cdot C_0 \cdot d/t, \tag{1}$$

где C_0 — емкость образца, Ф;

d — диаметр образца, м;

t — толщина образца, м.

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

3.1.3 Тангенс угла диэлектрических потерь (tg δ) — тангенс угла между векторами плотностей переменного тока проводимости и тока смещения диэлектрика на комплексной плоскости.

3.1.4 Коэффициент электромеханической связи планарной моды колебаний (K_p) — показатель эффективности преобразования электрической энергии в механическую энергию или преобразования механической в электрическую. K_p рассчитывают по формуле

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

где η — наименьший положительный корень частотного уравнения Бесселя, выбирающийся в соответствии с таблицей 9 [1];

σ — планарный коэффициент Пуассона (см. [1]);

f_{r1}, f_{a1} — частоты резонанса и антирезонанса для первой гармоники, Гц.

3.1.5 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. $|d_{31}|$ рассчитывают по формуле

$$|d_{31}| = \frac{0{,}188 \cdot K_p \cdot 10^{-5}}{r f_{r1}} \cdot \sqrt{\frac{\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0}{\rho}}, \tag{3}$$

где r — радиус образца, м;

ρ — измеренная плотность образца, определяемая методом гидростатического взвешивания в октане, г/м^3.

3.1.6 Механическая добротность планарной моды колебаний (Q_m) — отношение реактивного сопротивления к сопротивлению последовательной электрической цепи, эквивалентной пьезокерамическому элементу. Q_m рассчитывают по формуле

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

где R — сопротивление образца, измеренное на частоте резонанса первой гармоники, Ом.

3.1.7 Коэффициент температурной стабильности:

$$\Delta|M| = |(M_{(0\ °C)} - M_{(100\ °C)}) / M_{(0\ °C)}| \cdot 100\ \%,$$

$$(M = \varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0\ ,\ |d_{31}|,\ K_p). \tag{5}$$

3.2 Стандартные справочные данные о диэлектрических и пьезоэлектрических характеристиках сегнетопьезокерамических материалов приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Стандартные справочные данные о диэлектрических и пьезоэлектрических характеристиках сегнетопьезокерамических материалов состава $Li_aK_bNa_cNb_dTa_mSb_nO_3$ + zNiO + z/2B_2O_3 при температурах от 0 °С до 100 °С

Параметр	Значение показателя для пьезоэлектрического материала		
	NKLTSB-1	NKLTSB-2	NKLTSB-3
Na_2O, масс %	8,6664	8,6037	8,5420
K_2O, масс %	11,2208	11,1396	11,0597
Nb_2O_5, масс %	61,9453	61,4975	61,0561
Li_2O, масс %	0,3224	0,3201	0,3178
Ta_2O_5, масс %	11,4423	11,3596	11,2781
Sb_2O_5, масс %	3,4902	3,4650	3,4401
NiO, масс %	1,9417	2,4096	2,8708
B_2O_3, масс %	0,9709	1,2048	1,4354
$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	1190	1194	1200
$\Delta\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$, %	3	2	3
K_p	0,30	0,30	0,31
ΔK_p, %	6	6	6
$\lvert d_{31}\rvert$, пКл/Н	60	60	60
$\Delta\lvert d_{31}\rvert$, %	6	6	6
Q_M	Менее 100	Менее 100	Менее 100
tg δ	0,037	0,035	0,036

3.3 В НИИ физики ЮФУ были проведены обширные исследования свойств керамик на основе ниобата натрия, калия и лития в соответствии с [1] с использованием аттестованных методик [2] и [3]. Для разработки ССД были отобраны результаты исследований характеристик пяти керамических образцов каждого из исследуемых составов, полученных с использованием одинаковых регламентов синтеза и спекания (температура T, время τ) (таблица А.2).

Таблица 2 — Концентрации компонентов, регламенты синтеза и спекания исследуемых керамик

Параметр	Значение показателя для пьезоэлектрического материала		
	NKLT-1	NKLT-2	NKLT-3
Na_2O, масс %	8,66	8,60	8,54
K_2O, масс %	11,22	11,13	11,05
Nb_2O_5, масс %	61,94	61,49	61,05
Li_2O, масс %	0,32	0,32	0,31
Ta_2O_5, масс %	11,44	11,35	11,27
Sb_2O_5, масс %	3,49	3,46	3,44
NiO, масс %	1,94	2,40	2,87
B_2O_3, масс %	0,97	1,20	1,43
$T_{синт.}$, K $\tau_{синт.}$, с	1223 5	1223 5	1223 5
$T_{спек.}$, K $\tau_{спек.}$, с	1273 1,5	1273 1,5	1273 1,5

Приложение А
(справочное)

Характеристики сегнетопьезоэлектрических керамик

А.1 В настоящее время сегнетопьезоэлектрические материалы находят широкое применение в датчиковой аппаратуре различного назначения (датчики движения, давления, вибрации, скорости и пр.), микроэлектромеханических системах и устройствах СВЧ-техники. Однако в последние годы был принят ряд мер, направленных на защиту окружающей среды, приведших к тому, что в современном материаловедении стало уделяться большое внимание разработке нетоксичных пьезоэлектрических материалов, которые могут использоваться (в том числе и заменить используемые Pb-содержащие материалы на основе титаната свинца и цирконата-титаната свинца) в различных сферах современной техники. Одной из наиболее перспективных основ для создания подобных структур являются материалы на основе ниобата натрия, калия и лития.

Представленные таблицы являются обобщением работ, проводимых в отделе интеллектуальных материалов и нанотехнологии Научно-исследовательского института физики Южного федерального университета, по созданию и подготовке справочных данных диэлектрических и пьезоэлектрических характеристик новых бессвинцовых керамических материалов, которые могут быть использованы в различных отраслях современной техники.

А.2 Экспериментальные результаты. Обсуждение

По данным рентгенофазового анализа установлено, что получены беспримесные двухфазные керамические образцы NKLTSB-1, NKLTSB-2 и NKLTSB-3, которым свойственны достаточно высокие значения $\rho_{отн}$ (90—94 %), что приемлемо для материалов, полученных по обычной керамической технологии [4]. Результаты измерения диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик исследуемых составов NKLTSB-1, NKLTSB-2 и NKLTSB-3 в интервале температур от 0 °С до 100 °С приведены в таблицах А.1—А.3.

Таблица А.1 — Характеристики керамики NKLTSB-1

Параметр	Керамические образцы				
	1	2	3	4	5
Na_2O, масс %	8,6664	8,6664	8,6664	8,6664	8,6664
K_2O, масс %	11,2208	11,2208	11,2208	11,2208	11,2208
Nb_2O_5, масс %	61,9453	61,9453	61,9453	61,9453	61,9453
Li_2O, масс %	0,3224	0,3224	0,3224	0,3224	0,3224
Ta_2O_5, масс %	11,4423	11,4423	11,4423	11,4423	11,4423
Sb_2O_5, масс %	3,4902	3,4902	3,4902	3,4902	3,4902
NiO, масс %	1,9417	1,9417	1,9417	1,9417	1,9417
B_2O_3, масс %	0,9709	0,9709	0,9709	0,9709	0,9709
$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	1185	1187	1190	1191	1193
$\Delta\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$, %	Менее 4	Менее 4	Менее 4	Менее 4	Менее 4
K_p	0,29	0,30	0,30	0,30	0,31
ΔK_p, %	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6
$\lvert d_{31}\rvert$, пКл/Н	59	60	60	60	60
$\Delta\lvert d_{31}\rvert$, %	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6
Q_M	Менее 100	Менее 100	Менее 100	Менее 100	Менее 100
tg δ	0,032	0,036	0,037	0,037	0,038

Таблица А.2 — Характеристики керамики NKLTSB-2

Параметр	Керамические образцы				
	1	2	3	4	5
Na_2O, масс %	8,6037	8,6037	8,6037	8,6037	8,6037
K_2O, масс %	11,1396	11,1396	11,1396	11,1396	11,1396
Nb_2O_5, масс %	61,4975	61,4975	61,4975	61,4975	61,4975
Li_2O, масс %	0,3201	0,3201	0,3201	0,3201	0,3201
Ta_2O_5, масс %	11,3596	11,3596	11,3596	11,3596	11,3596
Sb_2O_5, масс %	3,4650	3,4650	3,4650	3,4650	3,4650
NiO, масс %	2,4096	2,4096	2,4096	2,4096	2,4096
B_2O_3, масс %	1,2048	1,2048	1,2048	1,2048	1,2048
$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	1192	1194	1194	1194	1199
$\Delta\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$, %	Менее 3	Менее 3	Менее 3	Менее 3	Менее 3
K_p	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31
ΔK_p, %	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6
$\lvert d_{31}\rvert$, пКл/Н	60	60	60	61	60
$\Delta\lvert d_{31}\rvert$, %	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6
Q_M	Менее 100	Менее 100	Менее 100	Менее 100	Менее 100
tg δ	0,034	0,035	0,035	0,035	0,035

Таблица А.3 — Характеристики керамики NKLTSB-3

Параметр	Керамические образцы				
	1	2	3	4	5
Na_2O, масс %	8,5420	8,5420	8,5420	8,5420	8,5420
K_2O, масс %	11,0597	11,0597	11,0597	11,0597	11,0597
Nb_2O_5, масс %	61,0561	61,0561	61,0561	61,0561	61,0561
Li_2O, масс %	0,3178	0,3178	0,3178	0,3178	0,3178
Ta_2O_5, масс %	11,2781	11,2781	11,2781	11,2781	11,2781
Sb_2O_5, масс %	3,4401	3,4401	3,4401	3,4401	3,4401
NiO, масс %	2,8708	2,8708	2,8708	2,8708	2,8708
B_2O_3, масс %	1,4354	1,4354	1,4354	1,4354	1,4354
$\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$	1197	1199	1200	1200	1203
$\Delta\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$, %	Менее 3	Менее 3	Менее 3	Менее 3	Менее 3
K_p	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31
ΔK_p, %	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6
$\lvert d_{31}\rvert$, пКл/Н	59	60	60	61	61
$\Delta\lvert d_{31}\rvert$, %	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6	Менее 6
Q_M	Менее 100	Менее 100	Менее 100	Менее 100	Менее 100
tg δ	—	—	0,036	—	—

Средние значения относительной диэлектрической проницаемости, $\varepsilon_{33}^{T}/\varepsilon_0$ (~ 1200), достаточно высокие значения пьезомодуля, $|d_{31}|$ (~ 60 пКл/Н), коэффициента электромеханической связи планарной моды колебаний, K_p (~ 0,30), низкая механическая добротность, Q_M (< 100), и высокая температурная стабильность (≤ 6 %) данных материалов определяют их основное назначение — использование в ультразвуковых преобразователях, работающих в режиме приема в широком диапазоне температур, в частности в системах ультразвуковой дефектоскопии (теневой и импульсной), предназначенных для неразрушающего контроля и мониторинга состояния сложных металлических конструкций. Кроме того, низкая Q_m способствует повышению отношение сигнал/шум и подавлению паразитных резонансов (ложных колебаний), искажающих форму рабочего сигнала и ухудшающих характеристики изготовленных из этого пьезокерамического материала устройств.

А.3 Оценка достоверности данных

Суммарные погрешности измерений диэлектрических, пьезоэлектрических и упругих характеристик исследуемых объектов представлены в таблице А.4.

Таблица А.4 — Суммарные погрешности измерений электрофизических параметров

Параметр	Значение A	$\Delta A/A$, %
$\varepsilon_{33}^{T}/\varepsilon_0$	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
$\lvert d_{31}\rvert$, пКл/Н	20—30	5,0
	30—40	2,0
d_{33}, пКл/Н	40—100	3,0
	100—700	2,0
Q_M	50—60	10
	600—5000	20
$\mathrm{tg}\delta \cdot 10^2$	0,3—20,0	5,0
$V_1^E \cdot 10^{-3}$, м/с	2,6—4,0	0,3

А.4 Оценка стандартного отклонения от среднего значения

В связи с тем, что все аттестуемые характеристики являются рассчитываемыми величинами (погрешности определения приведены в таблице А.4), для каждой из них была проведена оценка экспериментального стандартного отклонения от среднего значения по формулам (А.1), (А.2) по ГОСТ Р 54500.3/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008:

$$\bar{q} = \frac{1}{n}\sum_{k=1}^{n} q_k, \tag{А.1}$$

$$S(q_k) = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{k=1}^{n}(q_k - \bar{q})^2}, \tag{А.2}$$

где $\bar{q}$ — среднее арифметическое экспериментальное стандартное отклонение от среднего значения величины q_k;

k — номер измерения;

q_k — измеряемая величина.

Экспериментальные стандартные отклонения от среднего значения электрофизических параметров приведены в таблице А.5.

Таблица А.5 — Экспериментальные стандартные отклонения от среднего значения электрофизических параметров

Параметр	NKLTSB-1	NKLTSB-2	NKLTSB-3
$\varepsilon_{33}^{T}/\varepsilon_0$	17,72	19	16
K_p	0,0146	0,0161	0,0156
$\lvert d_{31}\rvert$, пКл/Н	3,16	3,10	3,9

Библиография

[1] ОСТ 11 0444—87 Материалы пьезокерамические. Технические условия
[2] ГСССД МЭ 184—2011 Методика экспериментального определения комплексной диэлектрической проницаемости, тангенса угла диэлектрических потерь, температуры Кюри диэлектрических материалов в широком диапазоне температур 10 К — 1000 К, частот 10^{-3} Гц — $15 \cdot 10^{6}$ Гц электрического измерительного поля // Резниченко Л.А., Вербенко И.А., Павленко А.В. Деп. в ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ». 03.05.2011 г., № 876 — 2011кк
[3] 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 диапазоне температур 10 К — 1000 К // Резниченко Л.А., Андрюшин К.П., Павленко А.В., Вербенко И.А. ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» 03.05.2011, № 875а — 2011кк
[4] Фесенко Е.Г. Семейство перовскита и сегнетоэлектричество. М.: Атомиздат. 1972. — 248 с.

УДК 669./539.5-536.6/:006.354 ОКС 17.020

Ключевые слова: стандартные справочные данные, вещества, материалы, свойства, неопределенность

БЗ 3—2018/4

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 19.02.2018. Подписано в печать 02.03.2018. Формат 60 × $84^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 23 экз. Зак. 391.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru