УДК 54-07

Папич Евгений Анатольевич

ОСОБЕННОСТИ ТЕХНОЛОГИЙ ИЗГОТОВЛЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПЬЕЗОМАТЕРИАЛОВ, ФОРМИРУЕМЫХ НА ОСНОВЕ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ФАЗ КИСЛОРОДНО-ОКТАЭДРИЧЕСКОГО ТИПА

Современное развитие материаловедения неразрывно связано с созданием «умных» материалов и структур. Особая роль отводится «умным» материалам, которые предназначены для решения ключевых задач при создании изделий и структур с высоким уровнем функциональности. К ним относятся многофункциональные материалы, приоритетное место среди которых занимает сегнетопьезоэлектрическая ЦТС-керамика (цирконат-титанат свинца), являющаяся основным материалом для датчиков и твердотельных актюаторов в устройствах электроники различного назначения [1]. Разработке перспективных структур, которые могут одновременно выполнять функции как сенсоров, так и актюаторов, отводится ведущая роль. Значительный интерес в этих исследованиях представляют пьезоэлектрические композиты.

В этой связи целью работы являюсь исследование технологических особенностей шликерного литья и горячего прессования перспективных отечественных сегнетопьезоматериалов для получения активных элементов, служащих основой пьезокомпозитов.

Пьезокерамика, тонкопленочные элементы, пьезокомпозиты, датчики, актюаторы, шликерное литье, горячее прессование.

Panich Evgeny Anatolyevich

FEATURES OF TECHNOLOGIES FOR OBTAINING COMPOSITE PIEZOMATERIALS BASED ON OXYGEN-OCTAHEDRAL FERROPHASES

The modern development of materials science is inextricably linked with the creation of "smart" materials and structures. A special role is given to "smart" materials, which are designed to solve key tasks in creating products and structures with a high level of functionality. These include multifunctional materials, the priority among which is piezoelectric CTS ceramics (lead zirconate titanate), which is the main material for sensors and solid-state actuators in electronics devices for various purposes [1]. The development of promising structures that can simultaneously perform the functions of both sensors and actuators is given a leading role. Piezoelectric composites are of considerable interest in these studies.

In this regard, the aim of the work was to study the technological features of slip casting and hot pressing of promising domestic piezo materials for the production of active elements that serve as the basis of piezo composites.

Piezoceramics, thin-film elements, piezocomposites, sensors, actuators, slip casting, hot pressing.

Materials and methods. The production of active ferroceramic elements was carried out by the method of slip casting and the method of hot pressing. In both cases, the task was to produce thin (50-150 microns) plates using modern high-tech equipment.

Research results and conclusion. Based on the conducted research in the field of creation of piezo composites 3-0, the technological parameters for the production of CTS elements with a thickness of 50-150 microns, which are an integral part of ferroceramic multilayer piezoactuators and adaptive optics matrices, have been determined. The technology of high-density active piezoelectric elements for the construction of devices based on piezo composites 1-3 is also shown. The developed technology serves as the basis for the creation of piezo composites for the design of innovative devices.

Введение

Анализ отечественных и зарубежных исследований показал, что разработка перспективных многофункциональных материалов, таких как сегнетопьезоэлектрическая керамика, которая в ближайшей и среднесрочной

перспективе будет являться основным материалом для пьезоэлектрических датчиков и твердотельных актюаторов, применяемых в различных устройствах современной электроники, по-прежнему активно продолжается. Постоянно ведутся работы по улучшению электрофизических параметров существующих составов пьезокерамики, а также технологий получения ЦТС тонких пленок, пьезоволокон и пьезокомпозитов.

Последние достижения в технологии производства пьезоматериалов позволили разрабатывать такие структуры, которые могут выполнять одновременно функции, как сенсоров, так и актюаторов. Этим критериям отвечают активные пьезоэлектрические композиты, которые могут использоваться,например, в устройствах виброкомпенсации и виброизоляции, ПАВ преобразователях, датчиках деформации и утилизации электроэнергии. Отсюда вытекает необходимость совершенствования технологии получения пьезокомпозитов на базе отечественных функциональных пьезоматериалов.

Основная часть

В данной статье представлены результаты экспериментальных исследований технологических особенностей шликерного литья и горячего прессования отечественных перспективных пьезокерамических материалов (табл. 1) с целью получения активных элементов для создания пьезокомпозитов, являющихся основой инновационных устройств.

Таблица 1

Электрофизические характеристики перспективных сегнетопьезокерамических ЦТС-материалов [2]

Материал	$\varepsilon_{33}/\varepsilon_0$	tgδ, не более	K_p не менее	Q_m	$\lvert d_{31}\rvert$, пКл/Н	d_{33}, пКл/Н	$T_к$, °C
Материалы сегнетомягкие							
ЦТС-19	1620-1980	0,026	0,50	50-120	150-200	310-460	290
ПКП-12	3500-4500	0,030	0,55	60-100	270-330	700-800	180
ЦТС-83Г*	1300-1600	0,030	0,50	65-100	120-160	260-340	340
** - рабочий температурный диапазон – до 300 °C*							
Сегнетожесткие материалы							
ПКП-31	900-1100	0,003	0,58	2000	130-180	200-220	325

Критерием классификации композитов является связность [3]. Из 10 возможных типов связности для двухфазных компонентов в нашем исследовании рассматривались два типа, представляющие наибольший практический интерес:

а) 3-0 - изолированные газовые поры в пьезоактивной матрице;

б) 1-3 - пьезоактивные стержни в пьезопассивной матрице.

Для каждого типа связности были разработаны технологические способы получения активных элементов пьезоактюаторов:

1. Шликерное литье для получения пленочных элементов толщиной до 50-100 мкм [4].

2. Метод резки монолитных высокоплотных сегнетокерамических блоков на тонкие твердотельные пластины/стержни [5] заданных размеров.

Шликерное литье для получения тонких сегнетокерамических элементов из ЦТС-порошков включало следующие этапы:

- дезинтеграция порошка в жидкой среде;

- приготовление шликера, состоящего из пьезокерамического материала, который смешивали с добавлением растворителя, пластификатора и органического связующего.

Смешивание компонентов проходило в агатовой шаровой мельнице типа «Пульверизете» Fritsch (Германия). Подготовленный шликер выливался на непрерывно движущуюся ленту литьевой установки при скорости движения лавсановой подложки 0,4 м/мин и зазором между фильерой и лавсановой подложкой от 300 до 500 мкм.

На толщину конечной пленки, помимо задаваемой высоты фильеры оказывает значительное влияние вязкость шликера. Поэтому было проведено исследование зависимости толщины пленки от вязкости шликера. Зависимость толщины пленки от вязкости шликера определялась с помощью прибора AND SV 10. Качество вылитой шликерной пленки оценивалось по толщине, однородности и эластичности.

Далее высушенную пленку резали на фрагменты заданных размеров, прессовали в изостатическом прессе и спекали. Образцы спеченной керамики исследовали методами рентгенофазового (РФА) и рентгеноструктурного (РСА) анализа. Для изучения микроструктуры образцов керамики (зерен, пор) применяли метод растровой электронной микроскопии (микроскоп фирмы JEOL, Япония). Микрофотографии спеченных образцов, с различным увеличением (1000x, 3000x, 5500x) представлены на рис. 1.

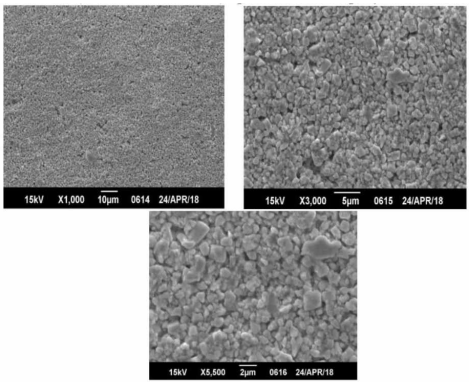


Рис. 1. Микроструктура спеченных тонкопленочных сегнетокерамических элементов, полученных методом шликерного литья

Из микроструктуры видно, что спеченные тонкопленочные образцы обладают практически однородным распределением зерен по размеру и плотными межзеренными границами. Приоритетным направлением использования таких тонкопленочных элементов, является создание на их основе многослойных пакетов, являющихся составной частью пьезоактюаторов для прецизионных устройств перемещения. Отработка методики их получения производилась на технологической линии фирмы «Кеко» (Словения).

Экспериментальные образцы многослойных пьезоактюаторов на основе пьезоматериала ПКП-12 были изготовлены **для устройств адаптивной оптики.** На рис. 2 показан четырехслойный актюатор для матрицы адаптивного зеркала с параметрами ± 5÷7 мкм при + 300В; - 200В.

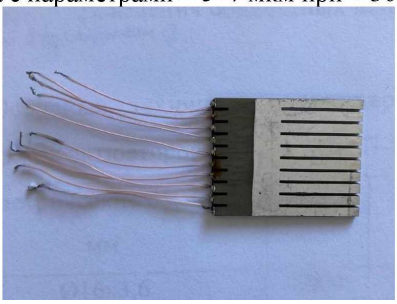
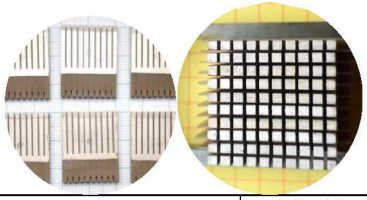


Рис. 2. Внешний вид пьезоактюатора для матрицы адаптивного зеркала

Метод резки монолитных блоков. Изготовление высокоплотных чувствительных элементов в виде стержней различной формы

пьезокомпозитов 1-3 производилось путем распила крупногабаритных блоков, полученных на установке горячего прессования УГП-110 [5], что позволило получать беспористую сегнетокерамику с плотностью, достигающей 0,99 от теоретической. Порошки для формовки сегнетокерамических блоков изготавливались по низкотемпературной технологии синтеза, что в совокупности с воздействием давления, снизило температуру спекания на 150-200°С и позволило получить высокие значения электрофизических и механических параметров образца.

На рис. 3 приведены разработанные в ходе исследований пьезокомпозиты связности 1-3, полученные методом горячего прессования, где в качестве активных элементов использованы многослойные стержни размером (4,5x4,5x7,5)мм из высокоэффективных пьезокерамических материалов. Данные пьезосборки актуальны при создании управляемых корректоров волнового фронта.



Габариты актюатора в матрице	**от 1,5 x 1,5 x 18 мм**
Материал	**ПКП-12, ПКР-7М**
Управляющее напряжение	**0-300 В**
Перемещение	**до 18 мкм**

Рис. 3. Примеры разработанных пьезосборок и их характеристики

Самостоятельным направлением развития композиционных пьезоматериалов являются **пористые пьезокомпозиты на основе связности 3-0**. Они являются основой высокочувствительных элементов в системах неразрушающего контроля и диагностики, а также в гидроакустических преобразователях. Основным критерием при выборе пьезоматериала для использования в гидроакустических системах являются величина объемного пьезомодуля d_v и объемная чувствительность q_v. На рис. 4 представлена зависимость g_v и d_v от пористости.

Разработанные технологии позволяют управлять размером и геометрией пор, точно задавать необходимые параметры и варьировать свойства пьезокомпозитов данного типа.

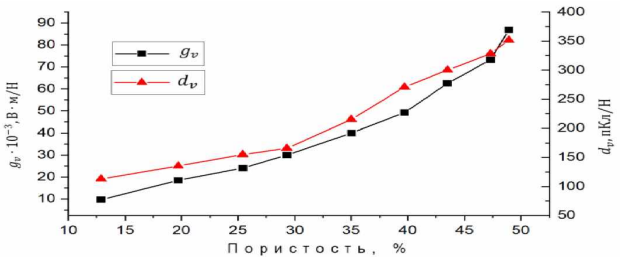


Рис. 4. Зависимость характеристик изделия (объемная чувствительность g_v и объемный пьезомодуль d_v) от пористости композита

В результате проведенных исследований была разработана конструкция чувствительного элемента для гидроакустического приёмника радиоакустического буя, которые успешно прошли натурные испытания.

Выводы

1. Разработан способ получения сегнето- пьезокерамических ЦТС-пленок толщиной 50÷150 мкм методом шликерного литья. При этом: установлен оптимальный состав и вязкость шликера; определены технологические параметры регулирования толщины пленки оптимизацией зазора между фильерой и лавсановой подложкой; предложена технологическая схема и оборудование для получения тонкопленочных пьезоэлементов, служащих основой многослойных пакетов-пьезоактюаторов. На базе сегнетопьезоматериала ПКП-12 разработаны экспериментальные образцы многослойных актюаторов для адаптивной оптики; разработана технология получения высокоплотных активных пьезоэлементов с управляемыми электрофизическими параметрами для конструирования устройств на основе пьезокомпозитов 1-3.

2. Показана возможность получения пористых пьезокомпозитов 3-0. Установлен критерий выбора процента пористости пьезоматериала для конкретных задач гидроакустики.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Гориш А.В.* Пьезоэлектрическое приборостроение / А.В.Гориш, В.П. Дудкевич, М.Ф. Куприянов, А.Е. Панич., А.В. Турик. Под ред. А. В. Гориша. М.: Ред. журн. "Радиотехника". 1999/ Т. 1: Физика сегнетоэлектрической керамики. Т. 1. - 1999. 367 с.

2. Каталог пьезокерамических материалов и элементов НКТБ «Пьезоприбор» // Ростов-на-Дону, 2020. https://ivtipt.ru/pm.

3. *Topolov V.Y* Electromechanical properties in composite based on ferroelectrics / V.Y. Topolov, C.R. Bowen. London : Springer. 2009. 202 с

4. *Панич Е.А., Баидаров Р.А., Дыкина Л.А., Бардин В.А.* Исследование процесса шликерного литья тонкопленочных элементов системы ЦТС. Сборник трудов III молодежной всероссийской с международным участием научной конференции, посвященной 20-летию Факультета высоких технологий «Актуальные проблемы пьезоэлектрического приборостроения».- Ростов-на-Дону: Фонд науки и образования, 2021. С. 214-218.

5. *Панич А.Е., Куприянов М.Ф.* Физика и технология сегнетокерамики. Ростов-на-Дону: Издательство Ростовского университета.1989. 180 с.

Панич Евгений Анатольевич, начальник лаборатории разработки технологического и контрольно-измерительного оборудования Научного конструкторско-технологического бюро «Пьезоприбор» Института высоких технологий и пьезотехники Южного федерального университета, Россия, город Ростов-на-Дону, улица Мильчакова,10, 344090, телефон +7 (918) 558-71-86, e-mail: 2987186@gmail.com.

Panich Evgeny Anatolyevich, Head of the Laboratory for the development of technological and control-measuring equipment of the Scientific Design and Technology Bureau "Piezopribor" of the Institute of High Technologies and Piezotechnics of the Southern Federal University, Russia, Rostov-on-Don, Milchakova Street,10, 344090, phone +7 (918) 558-71-86, e-mail: 2987186@gmail.com.