

## ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ СОЗДАНИЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ТЕКСТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ ПЬЕЗОЭЛЕМЕНТОВ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ

А. А. Трофимов<sup>1</sup>, В. В. Кикот<sup>2</sup>, Е. А. Фокина<sup>3</sup>, Д. М. Марков<sup>4</sup>, И. Е. Смирнов<sup>5</sup>

<sup>1, 2, 3, 4, 5</sup> Пензенский государственный университет, Пенза, Россия  
<sup>1</sup> alex.t1978@mail.ru, <sup>2</sup> kikot.v.v@mail.ru, <sup>3, 4, 5</sup> iit@pnzgu.ru

**Аннотация.** *Актуальность и цели.* Важнейшим стимулом к исследованию пьезокерамических материалов служат возрастающие требования к расширению диапазона рабочих температур, улучшению метрологических характеристик, устойчивости к воздействию дестабилизирующих факторов устройств, создаваемых на их основе. При этом наряду с поиском новых перспективных материалов и отработкой технологии их изготовления, направленными на решение отмеченных проблем, все более необходимой является разработка высокотемпературных текстурированных материалов для изготовления многослойных пьезоэлементов преобразователей. *Материалы и методы.* Методы исследований выбирали исходя из возможности получения наиболее полной информации об изменении структуры и свойств материала после спекания и поляризации изделий. При выполнении исследований применены рентгеноструктурный, рентгенографический, металлографический и электронно-микроскопический анализы. В ходе работы проводили измерения механической и электрической прочности, трещиностойкости, диэлектрической проницаемости, пьезоэлектрических и сегнетоупругих характеристик изделий. *Результаты.* Разработана технология изготовления многослойных пьезопакетов, получены результаты отработки технологии получения пьезокерамики системы твердых растворов, проведены исследования структуры, диэлектрических и пьезоэлектрических свойств керамики в интервале температур 20 ÷ 600 °С. Изготовлены экспериментальные образцы многослойных пьезоэлементов.

**Ключевые слова:** пьезочувствительность, пьезокерамический элемент, пьезопривод, технология изготовления, многослойная структура, пьезоактюатор, макет, шликерное литье

**Для цитирования:** Трофимов А. А., Кикот В. В., Фокина Е. А., Марков Д. М., Смирнов И. Е. Исследование технологии создания высокотемпературных текстурированных материалов для изготовления многослойных пьезоэлементов преобразователей // Надежность и качество сложных систем. 2023. № 2. С. 90–95. doi:10.21685/2307-4205-2023-2-10

## RESEARCH OF TECHNOLOGY FOR CREATING HIGH-TEMPERATURE TEXTURED MATERIALS FOR MANUFACTURING MULTILAYER PIEZO TRANSDUCER ELEMENTS

A.A. Trofimov<sup>1</sup>, V.V. Kikot<sup>2</sup>, E.A. Fokina<sup>3</sup>, D.M. Markov<sup>4</sup>, I.E. Smirnov<sup>5</sup>

<sup>1, 2, 3, 4, 5</sup> Penza State University, Penza, Russia  
<sup>1</sup> alex.t1978@mail.ru, <sup>2</sup> kikot.v.v@mail.ru, <sup>3, 4, 5</sup> iit@pnzgu.ru

**Abstract.** *Background.* The most important stimulus for the study of piezoceramic materials is the increasing requirements for extending the operating temperature range, improving the measurement characteristics, and the stability to destabilizing factors of the devices created on their basis. However, along with a search for new promising materials and refinement of manufacturing technology to solve the above problems, the development of high-temperature textured materials for manufacturing multilayer piezoelectric transducer elements is becoming increasingly necessary. *Materials and methods.* Research methods were chosen based on the possibility of obtaining the most complete information about the change in the structure and properties of the material after sintering and polarization of products. When carrying out research, X-ray structural, radiographic, metallographic and electron-microscopic analyses were used. The measurements of mechanical and electrical strength, fracture resistance, dielectric permittivity, piezoelectric and segmented elastic characteristics of the products were carried out in the course of the work. *Results.* The technology of multilayer piezo packages production has been developed, the results of the technology of solid solution system piezoceramics production have been obtained, the structure, dielectric and piezoelectric properties of ceramics in the temperature range 20÷600 °C have been studied. Experimental samples of multilayer piezoelements were made.

**Keywords:** piezosensitivity, piezoceramic element, piezoceramic elements, manufacturing technology, multi-layer structure, piezoactuator, model, slip casting

**For citation:** Trofimov A.A., Kikot V.V., Fokina E.A., Markov D.M., Smirnov I.E. Research of technology for creating high-temperature textured materials for manufacturing multilayer piezo transducer elements. *Nadezhnost' i kachestvo slozhnykh sistem = Reliability and quality of complex systems*. 2023;(2):90–95. (In Russ.). doi:10.21685/2307-4205-2023-2-10

### Основная часть

Пьезокерамика находит широкое применение в различных областях народного хозяйства, ракетно-космической и специальной техники [1–3]. Пьезокерамические элементы могут быть использованы в различных акустических устройствах, в датчиках для измерения давлений, вибраций и ускорения, датчиках для ультразвуковых линий задержки, в фильтровой технике, системах зажигания, гироскопах, пьезотрансформаторах. Находят применение в телефонах, микрофонах, звукозаписывающих устройствах, предназначенных для интенсификации технологических процессов, сейсмоприемниках, аппаратах медицинской диагностики, гироскопах и многих других устройствах.

Пьезокерамические элементы в составе многослойной структуры достаточно широко используются для создания чувствительных элементов датчиков высокой чувствительности, микроконденсаторов переменной емкости, микрофазовращателей, переключателей, пьезоприводов, управляемых микрозеркалами для адаптивной оптики и других устройствах микро- и нанoeлектроники.

Производство многослойных пьезокерамических элементов, состоящих из чередующихся слоев, обладает рядом преимуществ:

- тонкие керамические слои позволяют создавать большие перемещения при низких напряжениях возбуждения (20–100 В) [4];
- высокая интенсивность электрического поля (до 3000 В/мм) позволяет получить большую величину перемещения на единицу объема;
- малая мощность потребления;
- надежная работа в жестких условиях благодаря использованию встроенных электродов.

Разнообразие областей применения пьезокерамики приводит к большому разнообразию требований на ее свойства. Например: для специальных пьезодатчиков [5] требуется керамика, способная работать в широком интервале температур, для фильтровых резонаторов необходима высокая стабильность параметров в широком интервале температур и в течение длительного промежутка времени, для гидроакустических применений необходима пьезокерамика способная работать в сильных электрических полях и при больших давлениях, для гидроакустики и сейсмоприемников требуется высокоэффективная пьезокерамика (с большими значениями пьезомодулей). Требования, предъявляемые к пьезокерамике, непрерывно повышаются. Это заставляет искать новые пьезокерамические материалы и исследовать их свойства.

К изыскиваемым в этой работе пьезоэлектрическим материалам для работы их в качестве преобразователя в специальных пьезодатчиках предъявляются следующие требования:

- работоспособность в диапазоне температур от минус 60 °С до +600 °С;
- высокая чувствительность;
- минимальное изменение чувствительности от времени, температуры, давления;
- минимальный температурный гистерезис чувствительности;
- высокая прочность пьезокерамики.

Создание сегнетопьезоэлектрических материалов с оптимальными свойствами для различных применений является важной материаловедческой задачей. Параметры пьезоэлементов в значительной степени определяются составом пьезокерамического материала, из которого они изготавливаются.

К настоящему времени практическое применение нашли в основном три группы пьезокерамических материалов. К ним относятся: титанат бария и его производные материалы на основе титаната свинца и ниобатные материалы. Эти материалы наиболее полно исследованы и именно для них в литературе известны характеристики, определяющие возможность использования их в качестве пьезоэлектрических преобразователей. Так, известно, что применение в пьезодатчиках керамики титаната бария ограничено температурами порядка 70–80 °С.

Введение добавок Са и Рb повышает рабочие температуры до 110–130 °С, но вдвое снижает чувствительность. Введение кобальта в твердый раствор титаната бария-кальция (BaCa)TiO<sub>3</sub>

повышает устойчивость состава к воздействию сильных электрических полей и больших механических напряжений. Низкий верхний предел рабочих температур и низкотемпературные фазовые переходы ограничивают применение керамик на основе титаната бария в широком температурном интервале.

С целью расширения интервала рабочих температур были разработаны пьезодатчики с керамикой  $(PbBa)Nb_2O_6$ . Эти пьезодатчики работают на сдвиг, чувствительность их характеризуется пьезомодулем  $d_{15}$ , верхний предел рабочих температур – до 200 °С.

Пьезокерамика на основе твердых растворов  $(PbBa)Nb_2O_6$  по ряду показателей эффективнее составов системы титаната бария, однако пока не удается определить условия для получения стабильных составов.

Сейчас в пьезоэлектрических датчиках ценятся пьезокерамические материалы системы ЦТС. Семейство пьезокерамик ЦТС (цирконат-титанат свинца) имеет температуры Кюри до 350–400 °С, рабочие температуры порядка 250 °С, хорошую пьезочувствительность, но требуют тщательных исследований с учетом предъявляемых требований [6].

В последние годы интенсивно ведется разработка новых пьезокерамических материалов. Сейчас известны составы, у которых достаточно хорошие пьезосвойства сохраняются до 400 °С. Это материалы на основе титаната свинца, метаниобата свинца, метаниобатов натрия и калия.

При проведении исследований решались следующие задачи:

- поиск и исследование новых пьезокерамических материалов, работоспособных в интервале рабочих температур, – от минус 60 °С до +600 °С;
- исследование возможности повышения температурной стабильности пьезокерамики;
- поиск путей увеличения пьезочувствительности пьезоматериалов;
- разработка теоретических основ влияния дефектов структуры на стабильность рабочих параметров пьезоматериалов;
- получение и исследование диэлектрических свойств и стабильности рабочих параметров при воздействии дестабилизирующих факторов, в том числе при воздействии повышенных температур;
- внедрение разработанной технологии изготовления высокотемпературных текстурированных материалов пьезоэлементов при изготовлении пьезопроводов на основе пьезоэлектрических пластин, полученных методом холодного полусухого прессования для систем структурного мониторинга работоспособности объектов специальной техники. Укрупненная структурная схема технологического процесса производства пьезокерамических элементов методом холодного полусухого прессования представлена на рис. 1.

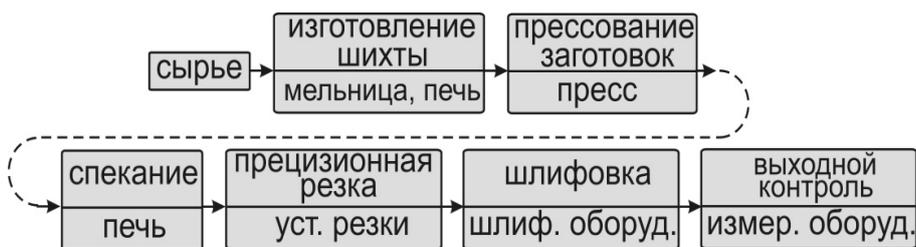


Рис. 1. Укрупненная структурная схема технологического процесса производства пьезокерамических элементов

При проведении исследований рассмотрены известные сейчас сегнетоэлектрики и твердые растворы на их основе, перспективные для получения пьезокерамики. Проведен обзор кристаллохимических принципов поиска новых составов, работоспособных в диапазоне температур от минус 60 °С до +600 °С, проанализированы экспериментальные данные относительно возможности управления электрофизическими свойствами материала, проанализированы возможности повышения пьезоактивности.

Рассмотрены вопросы технологии производства пьезокерамики, влияние отдельных технологических факторов на ее электрофизические и механические свойства. Исследованы режимы термообработки и поляризации, проведен рентгеноструктурный анализ.

Получены зависимости, показывающие влияние примесных атомов на стабильность пьезоэлектрических свойств пьезокерамики. Проведен анализ основных механизмов, связанных с диффузией примесей к доменным границам, определены характерные времена таких процессов, предложены

рекомендации по улучшению стабильности рабочих параметров пьезоматериалов. Получены результаты отработки технологии получения пьезокерамики системы твердых растворов  $(1-x)\text{PbTiO}_3 + x\text{Bi}(\text{Zn}_{0,5}\text{Zr}_{0,5})\text{O}_3$ . Проведены исследования структуры, диэлектрических и пьезоэлектрических свойств этой керамики в интервале температур  $20 \div 600$  °С, стабильности пьезосвойств при циклическом изменении температуры от 20 до 600 °С. Изготовлены экспериментальные образцы многослойных пьезоэлементов с техническими характеристиками, приведенными в табл. 1.

Таблица 1

Технические характеристики экспериментальных образцов многослойных пьезоэлементов

Наименование характеристики	Значение
Длина $a$ , мм	от 5 до 50
Ширина $b$ , мм	от 5 до 50
Толщина $H$ , мм	от 1 до 10
Толщина слоя $h$ , мкм	от 30 до 50
Количество слоев $n$ , шт.	Определяется толщиной одного слоя и толщиной пьезоэлемента
Пьезочувствительность $d_{33}$ , не менее, пКл/Н	250
Температура Кюри, °С, не менее	260
*Максимальное напряжение, В	200
Максимальная деформация, %	0,1
**Электрическая емкость, мкФ	не менее 1
Максимальное электрическое поле, кВ/мм	2

Внешний вид одного из изготовленных макетов многослойного пьезоактюатора приведен на рис. 2.

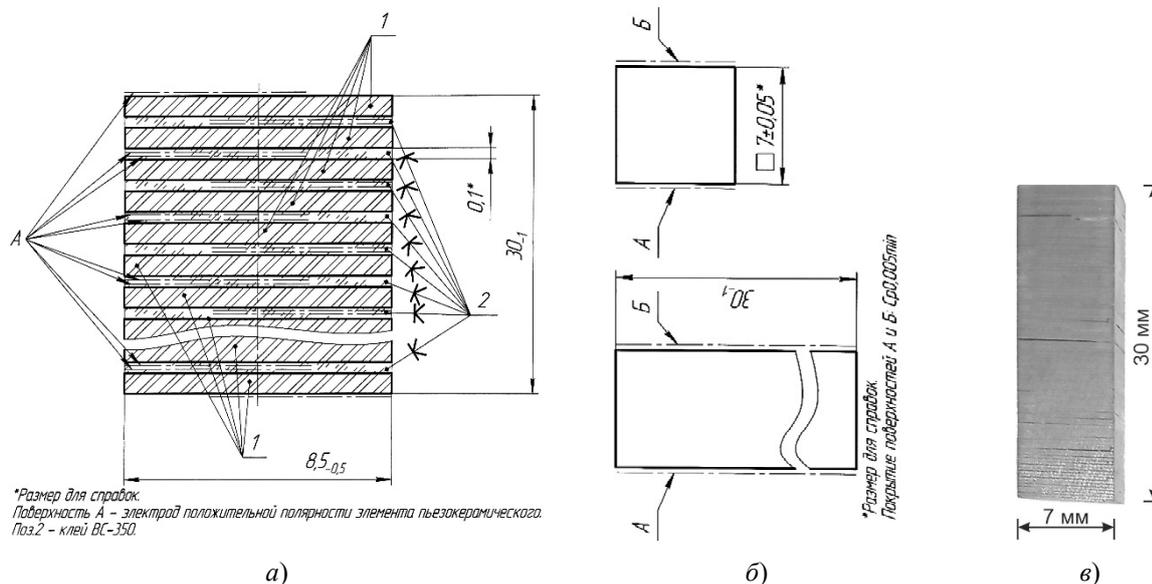


Рис. 2. Внешний вид макета многослойного пьезоактюатора:

$a$  – эскиз пьезосборки;  $b$  – эскиз пьезоактюатора;  $в$  – макет пьезоактюатора

В результате проработки вопросов по изготовлению пьезопакетов разработана и отработана технология изготовления многослойных пьезопакетов с линейной деформацией до 15 мкм при высоте пьезопакета 30 мм и управляющем напряжении 200 В [7].

### Заключение

Дальнейшее улучшение технических характеристик (увеличение линейной деформации при заданном управляющем напряжении) возможно при отработке технологии соединения (склеивания) пьезоэлементов в пьезопакете. В частности:

- при отработке возможности изготовления пьезокерамических элементов толщиной менее 100 мкм;
- при выборе клея с пониженной вязкостью, обеспечивающего минимально возможную толщину клеевого слоя.

Для выполнения технических требований необходимо применение технологии изготовления монолитных многослойных пьезоэлементов с использованием технологии шликерного литья.

### Список литературы

1. Дмитриенко А. Г., Трофимов А. Н., Трофимов А. А. Вопросы разработки унифицированных конструкций датчиков для перспективных систем измерения и контроля специальной техники // Измерительная техника. 2010. № 10. С. 18–21.
2. Дмитриенко А. Г., Блинов А. В., Трофимов А. Н., Трофимов А. А. Тенденции развития датчиков, преобразователей и на их основе систем измерения, мониторинга и контроля технически сложных объектов ракетно-космической техники // Датчики и системы. 2012. № 9. С. 4–6.
3. Бастрыгин К. И., Трофимов А. А. Система измерения, мониторинга, контроля и диагностики параметров ракетного двигателя // Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль. 2017. № 3. С. 18–25.
4. Губич И. А., Кикот В. В., Кошкин Г. А. [и др.]. Исследование многослойных пьезоактюаторов инжекторов системы управления питанием двигателей внутреннего сгорания // Проблемы автоматизации и управления в технических системах : XXXIV Междунар. науч.-практ. конф. Пенза : Изд-во ПГУ, 2021. С. 98–103.
5. Бастрыгин К. И., Трофимов А. А., Баранов А. С. [и др.]. Имитационное моделирование пьезоэлектрического датчика давления // Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль. 2017. № 1. С. 20–28.
6. Окадзак К. Технология керамических диэлектриков : пер. с японского. М. : Энергия, 1976. 336 с.
7. Бобцов А. А., Бойков В. И., Быстров С. В., Григорьев В. В. Исполнительные устройства и системы для микроперемещений. СПб. : ГУ ИТМО, 2011. 131 с.

### References

1. Dmitrienko A.G., Trofimov A.N., Trofimov A.A. Issues of development of unified sensor designs for advanced measurement and control systems of special equipment. *Izmeritel'naya tekhnika = Measuring equipment*. 2010;(10):18–21. (In Russ.)
2. Dmitrienko A.G., Blinov A.V., Trofimov A.N., Trofimov A.A. Trends in the development of sensors, transducers and on their basis measurement systems, monitoring and control of technically complex objects of rocket and space technology. *Datchiki i sistemy = Sensors and systems*. 2012;(9):4–6. (In Russ.)
3. Bastrygin K.I., Trofimov A.A. System of measurement, monitoring, control and diagnostics of rocket engine parameters. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol' = Measurement. Monitoring. Management. Control*. 2017;(3):18–25. (In Russ.)
4. Gubich I.A., Kikot V.V., Koshkin G.A. et al. Investigation of multilayer piezoactuators of injectors of the internal combustion engine power management system. *Problemy avtomatizatsii i upravleniya v tekhnicheskikh sistemakh: XXXIV Mezhdunar. nauch.-prakt. konf. = Problems of automation and control in technical systems : XXXIV International scientific and practical conference*. Penza: Izd-vo PGU, 2021:98–103. (In Russ.)
5. Bastrygin K.I., Trofimov A.A., Baranov A.S. et al. Simulation modeling of a piezoelectric pressure sensor. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol' = Measurement. Monitoring. Management. Control*. 2017;(1):20–28. (In Russ.)
6. Okadzaki K. *Tekhnologiya keramicheskikh dielektrikov: per. s yaponskogo = Technology of ceramic dielectrics : translated from Japanese*. Moscow: Energiya, 1976:336. (In Russ.)
7. Bobtsov A.A., Boykov V.I., Bystrov S.V., Grigor'ev V.V. *Ispolnitel'nye ustroystva i sistemy dlya mikroperemeshcheniy = Actuators and systems for micro-displacements*. Saint Petersburg: GU ITMO, 2011:131. (In Russ.)

### Информация об авторах / Information about the authors

#### Алексей Анатольевич Трофимов

доктор технических наук, доцент,  
 профессор кафедры информационно-измерительной  
 техники и метрологии,  
 Пензенский государственный университет  
 (Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
 E-mail: alex.t1978@mail.ru

#### Aleksey A. Trofimov

Doctor of technical sciences, associate professor,  
 professor of the sub-department of information  
 and measuring equipment and metrology,  
 Penza State University  
 (40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Виктор Викторович Кикот**

кандидат технических наук, доцент,  
доцент кафедры ракетно-космического  
и авиационного приборостроения,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: kikot.v.v@mail.ru

**Екатерина Александровна Фокина**

аспирант,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: iit@pnzgu.ru

**Дмитрий Максимович Марков**

аспирант,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: iit@pnzgu.ru

**Иван Евгеньевич Смирнов**

аспирант,  
Пензенский государственный университет  
(Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)  
E-mail: iit@pnzgu.ru

**Victor V. Kikot**

Candidate of technical sciences, associate professor,  
associate professor of the sub-department  
of rocket-space and aviation instrumentation,  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Ekaterina A. Fokina**

Postgraduate student,  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Dmitry M. Markov**

Postgraduate student,  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Ivan E. Smirnov**

Postgraduate student,  
Penza State University  
(40 Krasnaya street, Penza, Russia)

**Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов /  
The authors declare no conflicts of interests.**

**Поступила в редакцию/Received 15.04.2023**

**Поступила после рецензирования/Revised 30.04.2023**

**Принята к публикации/Accepted 05.05.2023**