



Научная статья
2.6.17 - Материаловедение (технические науки)
УДК67.02

doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2022.02.018

 EDN: LYLCNH

К ВОПРОСУ О ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ПЬЕЗОМАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛАЗЕРНОЙ ГИРОСКОПИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХОЛОДНОГО ОДНООСНОГО ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ

Александр Вячеславович Власов¹, Нина Рудольфовна Запотылько²,
Александр Анатольевич Катков³, Виктор Викторович Кикот⁴,
Глеб Александрович Кошкин⁵

^{1, 2, 3} Научно-исследовательский институт «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха, Москва, Россия

¹ <https://orcid.org/0000-0001-8796-1581>

² <https://orcid.org/0000-0001-6313-4661>

³ <https://orcid.org/0000-0002-7668-0714>

^{4, 5} Научно-исследовательский институт физических измерений, Пенза, Россия

⁴ vkfax@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1258-2119>

⁵ gl.koshkin@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8353-7812>

Аннотация. Рассматриваются результаты использования пьезокерамических элементов, изготовленных НИИФИ (г. Пенза) с использованием холодного прессования из материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50), в составе малогабаритных датчиков угловой скорости. Приводятся результаты исследований структуры этих элементов в сравнении со структурой элементов из материала ЦТС-19, изготавливаемых с использованием холодного прессования на заводе «Аврора-ЭЛМА» (г. Волгоград), а также элементов, изготовленных с использованием горячего прессования из материала ЦТС-19 на предприятии «ЭЛПА» (г. Зеленоград). Отмечается отличие в пористости материалов и влияние пористости на надежность работы лазерных гироскопов. Приводятся результаты измерения относительного удлинения материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) и ситалла СО-115М, натурального эксперимента по установлению температурных характеристик материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) производства НИИФИ. Представлены результаты натурных испытаний пьезокерамических элементов СДАИ.757681.020-04 производства НИИФИ в составе пьезокорректоров датчиков лазерных гироскопов, установлен гистерезис информативных параметров и длительность установления выходного сигнала гироскопа; в течение наработки 120 ч в режиме переключения поляризации установлены коэффициенты передачи пьезокорректоров и их изменение в диапазоне рабочей температуры от минус 50 до 75 °С. Рассматривается возможность использования элементов в лазерных гироскопах с увеличенным ресурсом. Описываются возможные пути совершенствования технологии изготовления элементов с использованием холодного прессования в части повышения плотности материала путем модификации технологических режимов помола для механической активации шихты и получения оптимального размера ее зерна, синтеза и спекания пьезокерамического материала для установления оптимальных температурных и временных режимов обработки материала при его изготовлении.

Ключевые слова: пьезокерамический элемент; холодное прессование; горячее прессование; пьезокорректор; пористость; микроструктура; гистерезис; лазерный гироскоп.

Для цитирования: К вопросу о технологии изготовления пьезоматериалов для лазерной гироскопии с использованием холодного одноосного прессования и спекания / А. В. Власов [и др.]. // Ползуновский вестник. 2022. № 2. С. 129 – 138. doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2022.02.018, EDN: <https://elibrary.ru/lylcnh>.

© Власов, А. А., Запотылько, Н. Р., Катков, А. А., Кикот, В. В., Кошкин, Г. А., 2022

Original article

ON THE MATTER OF TECHNOLOGY FOR PRODUCING PIEZOELECTRIC MATERIALS FOR LASER GYROS BY COLD UNIAXIAL PRESSING AND SINTERING

Alexander V. Vlasov ¹, Nina R. Zapotylo ², Alexander A. Katkov ³,
Viktor V. Kikot ⁴, Gleb A. Koshkin ⁵

^{1, 2, 3} Polyus Scientific Research Institute, Moscow, Russia

¹ <https://orcid.org/0000-0001-8796-1581>

² <https://orcid.org/0000-0001-6313-4661>

³ <https://orcid.org/0000-0002-7668-0714>

^{4, 5} Science and Research Institute for Physical Measurements, Penza, Russia

⁴ vkfax@yandex.ru; <https://orcid.org/0000-0003-1258-2119>

⁵ gl.koshkin@yandex.ru; <https://orcid.org/0000-0001-8353-7812>

Abstract. *The results of using piezoelectric transducers manufactured by Science and Research Institute Measurements NIIFI (Penza) via cold pressing from PZT-LM (NFI-50) material as part of small-sized angular velocity sensors are reviewed. The results of studies of the structure of these elements are presented in comparison with the structure of transducers made of the PZT-19 material, manufactured using cold pressing at the Aurora-ELMA factory (Volgograd), as well as transducers made using hot pressing from the PZT-19 material at "ELPA" company (Zelenograd). The difference in the porosity of materials and the effect of porosity on the reliability of laser gyroscopes are noted. The results of measuring the relative elongation of the material PZT-LM (NFI-50) and sital SO-115M, and testing of a piezoelectric transducer in laser gyroscope to establish the temperature characteristics of the PZT-LM (NFI-50) material produced by NIIFI are presented. The results of tests of piezoelectric transducers SDAI.757681.020-04 manufactured by NIIFI as part of piezo adjusters of laser gyroscope sensors are presented, the hysteresis of informative parameters and the duration of the gyroscope output signal establishment are measured; during 120 hours of operation in the polarization switching mode, the transmission coefficients of the piezo adjusters and their change in the operating temperature range from minus 50 to 75 °C were determined. The possibility of using elements in laser gyroscopes with an increased resource is considered. Possible ways of improving the technology of manufacturing elements using cold pressing in terms of increasing the density of the material are described by modifying the technological modes of milling for mechanical activation of the charge and obtaining the optimal grain size, synthesis and sintering of the piezoelectric ceramic material to establish the optimal temperature and time conditions for processing the material during its manufacture.*

Keywords: *piezoelectric ceramic transducer; cold pressing; hot pressing; piezo adjuster; porosity; microstructure; hysteresis; laser gyroscope.*

For citation: Vlasov, A. A., Zapotylo, N. R., Katkov, A. A., Kikot, V. V. & Koshkin, G. A. (2022). On the matter of technology for producing piezoelectric materials for laser gyros by cold uniaxial pressing and sintering. *Polzunovskiy vestnik*, (2), 129-138. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2022.02.018.

Лазерные гироскопы (гироскопы) являются высокотехнологичными приборами, которые, несмотря на более чем полувековую историю, продолжают активно использоваться и развиваться для различных применений. Такие приборы используются в системах ориентации космических аппаратов, в гражданской авиации, в геодезических системах, в морской навигации и в других специальных

областях. К основным преимуществам таких приборов относятся: высокая стабильность масштабного коэффициента, нечувствительность к механическим воздействиям, малое время готовности, высокий динамический диапазон (до 1000 °/с), возможность работы в широком интервале температур, отсутствие подвижных частей [1].

К ВОПРОСУ О ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ПЬЕЗОМАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛАЗЕРНОЙ ГИРОСКОПИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХОЛОДНОГО ОДНООСНОГО ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ

Одной из причин снижения точности систем измерения угловых скоростей на основе гироскопов в процессе их эксплуатации являются последствия изменения оптической частоты генерации кольцевого лазера из-за температурных изменений периметра резонатора гироскопа в связи с саморазогревом лазера и температурными деформациями элементов конструкции гироскопа, которые проявляются в изменении значения информативного относительно измеряемой угловой скорости параметра выходного сигнала гироскопа [2]. Например, для квадратного лазерного гироскопа со стороной 4 см необходимая точность поддержания геометрических размеров периметра резонатора во всем интервале температур не превышает десяти ангстрем [3].

Для поддержания постоянства длины оптического периметра используются пьезокорректоры [4, 5], в состав которых входят пьезопроводы мембранного или пакетного типов. Основное преимущество существующих пьезопроводов состоит в высокоточном преобразовании электрического напряжения в линейные перемещения нанометрового диапазона с низким потреблением энергии. Изменение температуры при эксплуатации гироскопа влияет на технические характеристики пьезокорректора. С температурой меняются свойства материалов, возникают температурные напряжения в местах сопряжения разнородных деталей, они создают дополнительные деформации, искажая основную функцию преобразования движения пьезопровода. Так, пьезокорректор, установленный на ситалловый корпус, обладающий ультранизким температурным коэффициентом линейного расширения (ТКЛР), имеет свою температурную характеристику расширения, поэтому в местах соединения возникают механические напряжения, деформирующие привод. Пьезопровод, в свою очередь, вносит смещение зеркала пьезокорректора, дополнительное к пьезоэлектрическому, что приводит к изменению установленных настроек гироскопа, что недопустимо. В лазерных системах эта проблема весьма актуальна. Так, в [6] показано, что изменение температуры на $0,1^\circ$ в лазерном резонаторе с интерферометром Фабри-Перо приводит к «перескоку» резонансной частоты. Для увеличения стабильности одночастотного режима лазера повышенной мощности необходимо термостатирование с точностью $0,01^\circ\text{C}$.

Технические характеристики каждого пьезокорректора (диапазоны изменения перемещения и управляющего напряжения)

определяются, в том числе, электрофизическими характеристиками пьезокерамических элементов (элементов) пьезокорректоров [7], поэтому их исследование, создание новых и модификация имеющихся технологий изготовления элементов являются актуальными задачами для лазерной гироскопии.

Материалом элементов для пьезокорректоров в большинстве случаев является твердый раствор цирконата-титаната свинца (ЦТС), который модифицируется при его изготовлении введением различных легирующих добавок, которые определяют требуемые параметры, такие как пьезочувствительность (до 550 пКл/Н), механическая добротность (до 2000), диапазон рабочих температур (от минус 60 до 100°C).

При изготовлении элементов широкое распространение получили две технологии производства компактных заготовок: 1) полусухого холодного прессования, при котором порошки пьезокерамического материала гранулируют с использованием органического связующего, запрессовывают и спекают в атмосферообразующей засыпке; 2) горячего прессования, при котором пьезокерамический порошок спекают под действием одноосного или изостатического давления [8].

Целью работы является исследование возможности применения элементов, изготовленных с использованием технологии полусухого холодного прессования и спекания при атмосферном давлении из материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50), в лазерной гироскопии, установление характера и численных параметров температурной деформации материала и выбор направления экспериментальных работ по совершенствованию технологии изготовления материала.

Проведены испытания элементов СДАИ.757681.020-04 ($\varnothing 23 \times \varnothing 4 \times 0,4$) мм из материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50), изготовленных по технологии полусухого холодного прессования на основе твердых растворов цирконата-титаната свинца $\text{Pb}(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3$ (ЦТС) со структурой типа перовскита, изготовлены и испытаны пьезопроводы с их использованием, а также изготовлены и испытаны гироскопы, имеющие в своем составе пьезокорректоры с этими элементами.

Измерения относительного удлинения образцов, результаты которых представлены в настоящей статье, проводились на термомеханическом анализаторе «ТМА F3 Hyperion» фирмы «Netzsch» (Германия). Разрешающая способность устройства составляет 10 нм . В качестве чувствительного элемента используется катушка индуктивности.

Измерения проводились в среде гелия. В качестве образцов для исследования в НИИФИ были изготовлены керны из пьезокерамического материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) с размерами ($\varnothing 6 \times 25$) мм как поляризованные вдоль оси, так и неполяризованные. Измерения проведены в интервале температур от минус 60 °С до 100 °С, который является наиболее актуальным для лазерной гироскопии с учетом самопрогрева датчиков. При измерении ТКЛР пьезокерамики торцы кернов закорачивались графитом.

Результаты исследований элементов в составе пьезокорректоров гироскопов

При контроле электрофизических характеристик элементов перед сборкой пьезокорректора установлено, что их электрическая емкость составляет около 13 нФ (у элементов других производителей от 20 до 60 нФ), что является положительным фактором для использования элементов в составе гироскопов, которые эксплуатируются в режиме реверса мод, поскольку при этом повышается быстродействие пьезокорректоров при переключении на соседнюю моду генерации.

При входном контроле изменение диаметра элементов при напряжении 100 В составило от 1,25 до 1,4 мкм при объеме выборки 50 шт., ток утечки при 250 В не превышал 0,02 мкА, что соответствует требованиям, предъявляемым к работе пьезокорректоров в составе малогабаритных гироскопов, в частности, позволяет поддерживать пьезокорректоры в состоянии заданной деформации в течение длительного времени с минимальными затратами энергии.

При контроле собранных пьезокорректоров их деформация при электрическом напряжении 200 В составила не менее 10,9 мкм, ток утечки при 250 В не превысил 0,03 мкА, что также соответствует предъявляемым требованиям.

В ходе испытаний пьезокорректоров в составе гироскопов:

1) определен гистерезис информативных параметров выходного сигнала одного из датчиков каждого гироскопа при эксплуатации в течение 2-х часов в режиме реверса мод в нормальных климатических условиях (НКУ) и при температуре минус 50 и 75 °С.

Наблюдаемый усредненный гистерезис информативных параметров выходного сигнала гироскопов приведен на рисунке 1. Цифрой 1 обозначено движение в сторону уменьшения напряжения, цифрой 2 – в сторону повышения напряжения;

2) определена длительность установления выходного сигнала оптического периметра резонатора τ при изменении управляющего напряжения $U_{упр}$ пьезокорректора: значение τ составило не более 1 мс, что при эксплуатации датчиков в составе гироскопа в режиме реверса мод сокращает время потери информации и соответствует требованиям, предъявляемым к пьезокорректорам при эксплуатации в составе гироскопа;

3) проведена наработка датчиков гироскопа в течение 120 ч в режиме переключения поляризаций с реверсом 32 с, по результатам выполнения наработки установлено:

- усредненные коэффициенты передачи пьезокорректоров при длине волны $\lambda = 0,63$ мкм обеспечивают перестройку оптического периметра резонатора: при 75 °С на 4λ ; при минус 50 °С на 3λ , что соответствует требованиям к датчику гироскопа при эксплуатации гироскопов в режиме реверса мод;

- изменение коэффициента передачи пьезокорректора при минус 50 °С относительно коэффициента в НКУ (47 ... 48 В/λ) составило не более 2,1 %; причем изменений коэффициента передачи пьезокорректора при 75 °С не установлено.

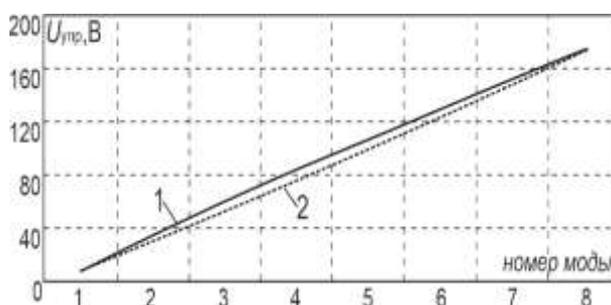


Рисунок 1 – Усредненный гистерезис информативных параметров выходного сигнала датчиков гироскопов

Figure 1 - Mean hysteresis of informative parameters of gyroscope sensor output signal

К ВОПРОСУ О ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ПЬЕЗОМАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛАЗЕРНОЙ ГИРОСКОПИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХОЛОДНОГО ОДНООСНОГО ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ

Исследование температурной зависимости температурного коэффициента линейного расширения

Поскольку материалы элементов конструкции пьезопривода имеют различные зависимости ТКЛР, то с температурой меняются свойства материалов, возникают механические напряжения в местах сопряжения разнородных деталей, в результате создаются дополнительные деформации, которые искажают основную функцию преобразования движения пьезопривода [9–11]. В связи с этим необходим расчет напряженно-деформированного состояния пьезокорректора при изменении температуры рабочей среды и его интегрального ТКЛР для создания технологических, конструктивных и схемно-технических способов улучшения его технических характеристик. Для расчета интегрального ТКЛР требуются сведения о ТКЛР материалов элементов конструкции пьезокорректора (стеклокерамика, пьезокерамика,

припоев, клеев), полученные при исследованиях, в том числе при натуральных испытаниях, поэтому исследование свойств новых материалов элементов конструкции пьезокорректора является актуальной задачей. Основными материалами конструкции пьезопривода являются стеклокерамика с ультранизким ТКЛР и пьезокерамика. Если ТКЛР стеклокерамик различных составов достаточно освещен в современной литературе как их производителями, так и исследователями в области лазерной гироскопии [12, 13], то данные по ТКЛР пьезокерамики встречаются относительно редко.

На рисунке 2 приведены результаты исследований в НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) производства НИИФИ и ситалла оптического СО-115М в части измерения относительного удлинения кернов из вышеуказанных материалов в диапазоне изменения температуры рабочей среды от минус 70 до 100 °С.

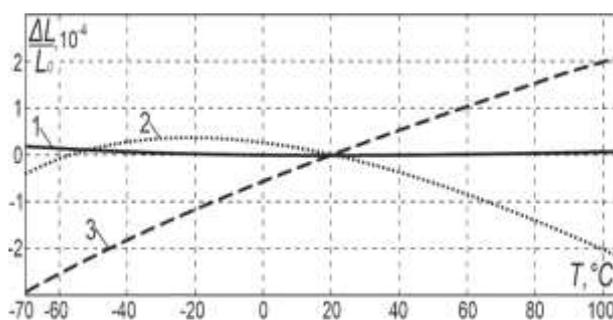


Рисунок 2 – Температурная зависимость относительного удлинения: 1 – ситалла оптического СО-115М; кернов $\varnothing 6 \times 25$ мм из материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) производства НИИФИ: 2 – поляризованных; 3 – неполяризованных

Figure 2 - The temperature dependence of a relative lengthening: 1 - optical sital SO-115M; 6 mm in diameter and 25 mm length samples from PZT-LM (NFI-50) made by NIIFI: 2 - poled, 3 - unpoled

Из анализа приведенных зависимостей следует, что ТКЛР поляризованных и неполяризованных образцов отличаются между собой, относительное удлинение поляризованного образца в интервале рабочих температур прибора (от минус 60 до 90 °С) составляет от минус $2,5 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-4}$, а неполяризованного – от минус $1,88 \cdot 10^{-4}$ до $0,4 \cdot 10^{-4}$. Для неполяризованной пьезокерамики среднее значение ТКЛР составляет $2,86 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, для поляризованной керамики в связи с нелинейностью деформации расчёт одного значения ТКЛР для всего температурного диапазона нецелесообразен.

Для неполяризованного материала НФИ-50 наблюдается температурная зависимость

удлинения, характерная для квазиизотропных поликристаллических материалов: монотонное увеличение линейных размеров с увеличением температуры.

Поляризованный образец пьезокерамики характеризуется наличием незначительно выраженного пика линейных размеров, после которого линейный размер монотонно убывает с ростом температуры. Подобное поведение материала обусловлено появлением в результате поляризации анизотропии в макроскопическом масштабе. При этом с ростом температуры происходит уменьшение параметров кристаллической решетки в направлении поляризации и увеличение в перпендикулярных направлениях, из-за чего мини-

мальные линейные размеры изделия будут достигнуты при переходе в имеющую кубическую симметрию изотропную параэлектрическую фазу при температуре Кюри. При последующем нагреве, согласно [14], имеет место монотонное увеличение линейных размеров пьезокерамической заготовки, обусловленное увеличением параметра кубической решетки.

Анализ результатов исследований температурного расширения аналогичных пьезокерамик на основе цирконата-титаната свинца, в частности, ЦТС-19 [15], ПКР-7М [16],

ПКР-1 и ПКР-37 [17] подтвердил правильность проведенных исследований.

Исследование влияния способа прессования (горячего или холодного) на структуру материалов

На рисунке 3 представлена структура материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) производства НИИФИ, изготовленного по технологии холодного прессования. Пористость материала составляет от 20 до 25 %.

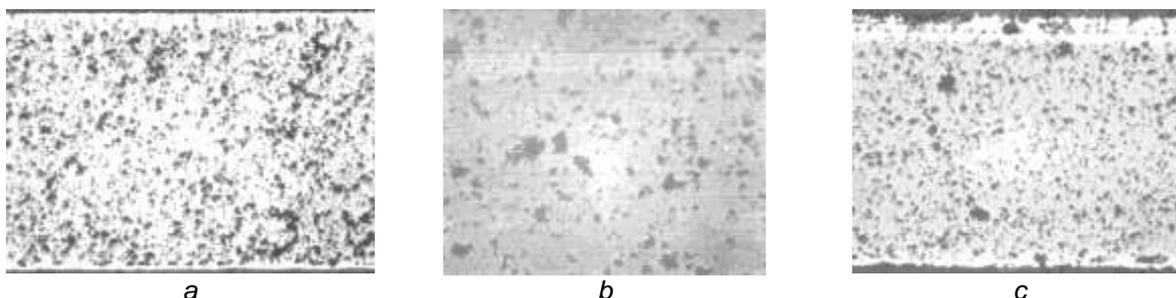


Рисунок 3 – Структура элементов из материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) производства НИИФИ при увеличении: а – 100^х; б – 400^х; с – 100^х (в составе пьезопривода)

Figure 3 - Microstructure of transducers manufactured from PZT-LM (NFI-50) material by NIIFI at magnification: a - 100^x; b - 400^x; c - 100^x(as part of a piezo adjuster)

На рисунке 4 представлена структура элементов, изготавливаемых методом холодного прессования на предприятии «Аврора-ЭЛМА» (г. Волгоград). Наличие крупных

пор в структуре материала крайне нежелательно для долговременного использования элементов при подаче электрического напряжения в составе гироскопа.

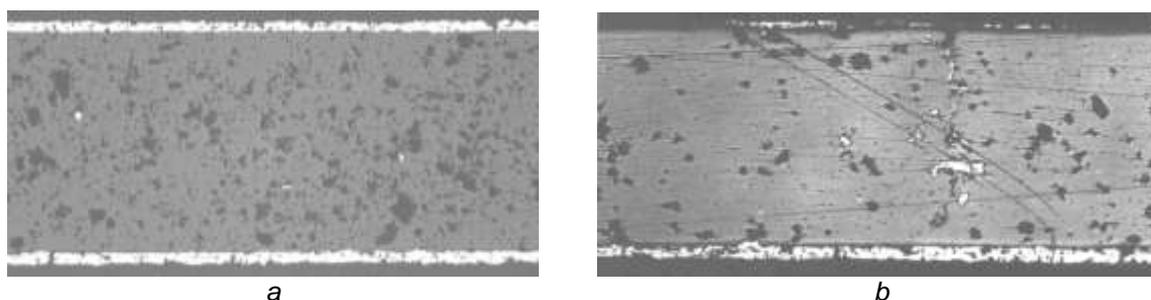


Рисунок 4 – Структура элементов из материала ЦТС-19 производства «Аврора-ЭЛМА» при увеличении 100^х: а – без дефектов; б – с дефектом

Figure 4 - Microstructure of transducers manufactured from PZT-19 material by Avrora-ELMA factory at 100^x magnification: a - normal, b - with metal leak through ceramics

Результаты анализа шлифов материала показали, что материал имеет выраженную пористую структуру. Поры составляют от 20 до 25 % фазового состава материала (средний размер пор от 10 до 15 мкм, отдельные поры достигают в диаметре 30 мкм). Некото-

рые поры соединяются между собой с образованием каналов, причем каналы, заполняемые серебрсодержащей пастой при ее нанесении и последующем вжигании (при нанесении электродов), формируют в структуре материала токопроводящие структуры,

К ВОПРОСУ О ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ПЬЕЗОМАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛАЗЕРНОЙ ГИРОСКОПИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХОЛОДНОГО ОДНООСНОГО ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ

как это можно видеть на рисунке 4, *b*. Наличие в диэлектрическом материале образованных токопроводящих структур значительно снижает надежность работы пьезокорректора из-за повышения вероятности отказа лазерного гироскопа в связи со снижением электрической прочности элементов и механического разрушения элементов от электрического пробоя. Материал ЦТС-ЛМ характеризуется более мелкими порами, благодаря чему менее подвержен протеканию вязкого расплава металлизационной пасты в процессе вжигания электродов и, следовательно, в меньшей степени склонен к образованию токопроводящих структур.



a)



b)

Рисунок 5 – Структура элементов из материала ЦТС-19 производства «ЭЛПА» при увеличении: *a* – 100 \times ; *b* – 400 \times

Figure 5 - Microstructure of transducers manufactured from PZT-19 material by "ELPA" company at magnification: *a* - 100 \times ; *b* - 400 \times

ОБСУЖДЕНИЕ

Материалы ЦТС-ЛМ (НФИ-50) и ЦТС-19 являются аналогами по своим электрофизическим характеристикам. При исследовании структуры материалов ЦТС-ЛМ (НФИ-50) и ЦТС-19 установлено, что технология полусухого холодного прессования, используемая при изготовлении материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50), обеспечивает пористость от 20 до 25 % состава материала, а технология горячего прессования, которая используется при изготовлении материала ЦТС-19, обеспечивает пористость до 3 %. Для снижения пористости материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) до 3 % требуется модификация имеющейся технологии материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) в части повышения его плотности до 7,8 г/см³. Повышение плотности материала при сохранении мелкозернистой структуры способствует повышению прочности и снижению подвижности доменных границ материала, определяющей устойчивость структуры температурную и

временную стабильность электрофизических характеристик.

Возможность повышения плотности пьезоматериала, формируемого по технологии полусухого прессования с последующим спеканием при атмосферном давлении, зависит от нескольких факторов: формы и размера гранулированных частиц пресс-порошка, режимов прессования, количества и однородности распределения легко испаряющихся примесей в отпрессованной заготовке, режимов термической обработки.

Гранулы пресс-порошка должны иметь высокую пластичность и текучесть, определяющие однородность заполнения прессформ, для чего наиболее рациональным является использование сфероидизированных пресс-порошков, предпочтительно получаемых методом распылительной сушки [18]. Для сохранения или повышения пластичности при снижении содержания связующего вещества важно также проработать вопрос применения поверхностно-активных веществ – пла-

стификаторов различного механизма действия.

Режимы прессования должны обеспечить получение монолитных заготовок без пор с равномерным распределением связующего вещества. Для этого необходимо подбирать давление прессования, гарантирующее механическое разрушение гранул пресс-порошка без нарушения целостности заготовки, и задавать длительность воздействия механического усилия, достаточную для полного удаления из заготовки воздуха, заполняющего пустоты между гранулами пресс-порошка.

Подбор режимов термической обработки материала, обеспечивающих получение заготовок максимальной плотности, необходимо производить только после оптимизации технологий гранулирования и компактирования в связи с тем, что поры и макроскопические дефекты (трещины, расслоения и др.) наследуются спеченным материалом и не могут быть компенсированы на этапе спекания. Верно и обратное – при неправильно подобранных режимах спекания пресс-заготовки, полностью соответствующих требованиям по содержанию и распределению примесей, будут характеризоваться высокой пористостью и посредственными пьезоэлектрическими и диэлектрическими характеристиками. При выборе температурных режимов нагрева и выдержки необходимо руководствоваться тем, что длительность процесса должна обеспечить полное удаление всех летучих примесей (связующего и загрязняющих примесей) и минимальное воздействие на летучие компоненты керамики во избежание искажения заданного стехиометрического состава.

Снижение времени и температуры обработки необходимо для получения мелкозернистой керамики, характеризующейся высокой электрической и механической прочностью, электрической и механической добротностью. Следствием столь разнородных требований является необходимость подбора оптимального режима термообработки в зависимости от пьезоматериала, геометрических размеров заготовок и расположения заготовок в печи.

В экспериментальных работах, результаты которых приведены в [19], установлено, что наивысшая плотность материала ЦТС-19 ($7,8 \text{ г/см}^3$) при его спекании при атмосферном давлении получена с использованием механической активации шихты путем ее помола в течение от 2 до 4 часов в мельнице планетарного типа до получения среднего размера

зерна от 1 до 1,5 мкм, синтеза шихты в течение 5 часов при температуре от 850 °С, последующего спекания пресс-заготовок пьезокерамических элементов при температуре 1150 °С. Причем установлено, что снижение среднего размера зерна до размера менее 1 мкм, обеспечиваемое увеличением длительности высокоэнергетического помола, не приводит к повышению плотности материала, однако повышает испарение оксида свинца из пресс-заготовок в процессе спекания при нагреве до температуры спекания, что ухудшает электрофизические характеристики изготавливаемых пьезокерамических элементов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе выполнения работы подтверждена возможность изготовления работоспособных пьезоэлементов для пьезокорректоров лазерных гироскопов из сегнетомягкого материала ЦТС-ЛМ (НФИ-50) с использованием технологии полусухого холодного прессования и спекания при атмосферном давлении.

Определен характер и численные параметры температурной деформации пьезокерамики ЦТС-ЛМ (НФИ-50) в неполяризованном и поляризованном состояниях в направлении поляризации. Наблюдаемое для поляризованной керамики уменьшение линейных размеров с ростом температуры обусловлено проявлением анизотропии электромеханических характеристик из-за ориентации кристаллитов во время поляризации внешним электрическим полем.

По результатам исследований микроструктуры пьезокерамических элементов, полученных с использованием технологий полусухого прессования и горячего прессования, установлены направления экспериментальных работ, направленных на снижение пористости пьезокерамики. Доработка режимов прессования и спекания пьезокерамики позволяют достичь плотности, сопоставимой с горячепрессованной керамикой, что позволит рассмотреть возможность применения элементов в высокоресурсных системах измерения на основе лазерных гироскопов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Колчев А.Б., Ларионов П.В., Фомичев А.А. Исследование тепловых дрейфов лазерных гироскопов с магнитооптической частотной подставкой // Исследовано в России. 2006. Т. 9. С. 2388–2398.
2. Голяев Ю.Д., Запотьлько Н.Р., Недзвецкая А.А., Синельников А.О., Тихменев Н.В. Лазерные гироскопы с увеличенным временем непрерывной работы // Датчики и системы. 2011. № 11. С. 49–51.

К ВОПРОСУ О ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ПЬЕЗОМАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛАЗЕРНОЙ ГИРОСКОПИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХОЛОДНОГО ОДНООСНОГО ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ

3. Матвеев В.В., Распопов В.Я. Основы построения бесплатформенных инерциальных систем. Санкт-Петербург : ГНЦ РФ ОАО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор». 2009. 280 с.

4. Запотько Н.Р., Катков А.А., Недзвецкая А.А. Пьезокорректор для компенсации тепловых вариаций длины оптического пути резонатора лазерного гироскопа // Оптический журнал. 2011. Т. 78. № 10. С. 10–12.

5. Запотько Н.Р. Современные пьезокорректоры высокостабильных газовых лазеров для измерительных систем // Лазерные новости. 1996. № 2. С. 13.

6. Борисовский С.П., Керносов М.Ю., Степанов В.А., Чуляева Е.Г. Исследование свойств лазерного излучения одночастотного лазера повышенной мощности // Вестник РГРТА. 2007. № 20. С. 99–103.

7. Богуш М.В. Пьезоэлектрические датчики для экстремальных условий эксплуатации. Пьезоэлектрическое приборостроение. Ростов-на-Дону : СКНЦ ВШ, 2006. 346 с.

8. Окадзак К. Технология керамических диэлектриков. Москва : Энергия, 1976. 327 с.

9. Кольцевой резонатор лазерного гироскопа: пат. 2660290 Рос. Федерация № 2017123774; заявл. 06.07.2017; опубл. 05.07.2018; Бюл. № 19. 15 с.

10. Богуш М.В. Влияние температуры на коэффициент преобразования пьезоэлектрических датчиков // Приборы и системы. Управление, контроль, диагностика. 2008. № 2. С. 26–39.

11. Синельников А.О., Катков А.А., Запотько Н.Р., Савельев И.И. Влияние свойств конструкционных материалов на выходные характеристики зеемановских датчиков угловых скоростей // Известия ТулГУ. Технические науки. 2020. № 1. С. 45–50.

12. Запотько Н.Р., Катков А.А., Полевин И.Н., Тихменев Н.В. Влияние ТКЛР материалов, используемых в лазерной гироскопии, на эксплуатационные характеристики прибора // Вопросы оборонной техники. Серия 9 «Специальные системы управления, следящие приводы и их элементы». 2012. № 6 (258). С. 61–68.

13. Власов А.В., Запотько Н.Р., Катков А.А. Влияние отжига на относительное удлинение образцов из стеклокерамики СО-115М и Zerodur // Конференция «Инновационные технологии в электронике и приборостроении». Москва : МИРЭА, 2021. Т. 1. С. 255–259.

14. Каллаев С.Н. Теплофизические свойства нанополярной пьезокерамики на основе цирконата-титаната свинца // Вестник Дагестанского научного центра. 2012. № 47. С. 22–28.

15. Каллаев С.Н., Гаджиев Г.Г., Камилов И.К., Омаров З.М., Садыков С.А., Резниченко Л.А. Теплофизические свойства сегнетокерамики на основе ЦТС // Физика твердого тела. 2006. Т. 48. № 6. С. 1099–1100.

16. Каллаев С.Н., Омаров З.М., Митаров Р.Г., Садыков С.А. Теплофизические свойства сегнетокерамики ПКР-7М в области размытого фазового

перехода // Физика твердого тела. 2011. Т. 53. № 7. С. 1307–1311.

17. Гаджиев Г.Г., Омаров З.М., Абдуллаев Х.Х., Резниченко Л.А., Кравченко О.Ю. Тепловые свойства пьезоэлектрической керамики ПКР-1 и ПКР-37 // Известия РАН, серия физическая. 2009. Т. 73. № 8. С. 1190–1191.

18. Анциферов В.Н., Андреев В.Г., Гончар А.В., Дубров А.Н., Летюк Л.М., Попов С.А., Сатин А.И. Проблемы порошкового материаловедения. Часть. III. Реология дисперсных систем в технологии функциональной магнитной керамики. Екатеринбург : УрО РАН, 2003. 147 с.

19. Нестеров А.А., Панич А.А., Свирская С.Н., Нагаенко А.В. Зависимость электрофизических свойств керамических материалов на основе пьезофаз системы ЦТС-ЦННС от способов синтеза и характеристик частиц порошков исходной шихты // Всероссийская научно-техническая конференция «Актуальные проблемы пьезоэлектрического приборостроения». Ростов-на-Дону : Изд-во Южного федерального университета. 2012. С. 6–7.

Информация об авторах

А. В. Власов – инженер 1 категории АО «НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха».

Н. Р. Запотько – кандидат технических наук, начальник участка АО «НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха».

А. А. Катков – кандидат технических наук, руководитель группы АО «НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха».

В. В. Кикот – кандидат технических наук, начальник центра пьезопроизводства АО «НИИФИ».

Г. А. Кошкин – инженер-технолог 1 категории центра пьезопроизводства АО «НИИФИ».

REFERENCES

1. Kolchev, A.B., Larionov, P.V., Fomichev, A.A. (2006). Investigating heat fluctuation of laser gyroscopes with magnetic optical frequency shift. *Researched in Russia*, 9, 2388-2398. (In Russ.).

2. Golyaev, Yu.D., Zapotyko, N.R., Nedzvetskaia, A.A., Sinelnikov, A.O., Tikhmenev, N.V. (2011). Laser gyros with the increased time of the continuous operation. *Sensors and systems*, (11), 49-51. (In Russ.).

3. Matveyev, V.V., Raspopov, V.Ya. (2009). *Basics of designing of strapdown inertial systems*. Saint-Petersburg: JSC "Central Science and Research Institute "Electropibor". (In Russ.).

4. Zapotyko, N.R., Katkov, A.A., Nedzvetskaia, A.A. (2011). Piezo adjuster for compensating the thermal variations of the optical path length of the cavity of a laser gyroscope. *Journal of Optical Technology*, 78(10), 644-645.

5. Zapotyko, N.R. (1996). Modern piezo adjusters of high stable gas lasers for measuring systems. *Laser news*, (2), 13. (In Russ.).

6. Borisovskii, S.P., Stepanov, N.A., Kernosov, M.Y., Chulyaeva, E.S. (2009). Investigation of the parameters of laser radiation emitted by a single-frequency high-power gas laser. *Measurement Techniques*, 52(3), 254-259.
7. Bogush, M.V. (2006). *Piezoelectric sensors for extreme working conditions. Piezoelectric instrumentation*. Rostov-on-Don: SKNC VSh. (In Russ.).
8. Okazaki, K. (1973). *Technology of ceramic dielectric materials*. Moscow: Energy. (In Russ.).
9. Churkin, M.V., Borisov, M.V. (2018). Laser gyro ring resonator. *Pat. 2660290. Russian Federation, published on 05.07.2017*, Bull. No. 19. (In Russ.).
10. Bogush, M.V. (2008). Temperature influence on conversion ratio of piezoelectric sensors. *Instruments and Systems: Monitoring, Control, and Diagnostics*, (2), 26-39. (In Russ.).
11. Sinelnikov, A.O., Katkov, A.A., Zapotytko, N.R., Saveliev, I.I. (2020). The effect of the properties of structural materials on the output characteristics of Zeeman laser sensors. *Izvestiya Tula State University. Technical Sciences*, (1), 45-50. (In Russ.).
12. Zapotytko, N.R., Katkov, A.A., Polekhin, I.N. (2012). Influence of coefficient of thermal expansion of materials used in laser gyroscopes on characteristics of devices. *Matters of defence tech. Series 9 "Special systems for control, monitoring actuators, and their elements"*, 6(258), 61-98. (In Russ.).
13. Vlasov, A.V., Zapotytko, N.R., Katkov, A.A. (2021). Influence of annealing on the relative elongation of glass ceramic samples from CO-115M and Zerodur. *Transactions of the Science and technology conference "Innovational technologies in electronics and instrumentation"*. Moscow: MIREA. (In Russ.).
14. Kallaev, S.N. (2012). Thermophysical properties of nanopolar piezoelectric ceramics based on lead zirconate – lead titanate. *Herald of Daghestan Scientific Center*, (47), 22-28.
15. Kallaev, S.N., Gadzhiev, G.G., Kamilov, I.K., Omarov, Z.M., Sadykov, S.A., Reznichenko, L.A. (2006). Thermal properties of PZT-based ferroelectric ceramics. *Physics of the Solid State*, 48(6), 1169-1170.
16. Kallaev, S.N., Omarov, Z.M., Mitarov, R.G., Sadykov, S.A. (2011). Thermal physical properties of ferroelectric ceramics PKR-7 near the diffuse phase transition. *Physics of the Solid State*, 53(7), 1378-1382.
17. Gadzhiev, G.G., Omarov, Z.M., Abdullaev, H.H., Reznichenko, L.A., Kravchenko, O.Yu. (2009). Thermal properties of piezoelectric ceramics PKR-1 and PKR-37. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 73(8), 1190-1191. (In Russ.).
18. Antsyferov, V.N., Andreev, V.G., Gonchar, A.V., Dubrov, A.N., Letyuk, L.M., Popov, S.A., Satin, A.I. (2003). *Problems of powder materials science. Part III. Rheology of dispersed systems in technology of functional ceramics*. Ekaterinburg: Ural Branch of the Russian Academy of Sciences. (In Russ.).
19. Nesterov, A.A., Panich, A.A., Svirskaya, S.N., Nagayenko, A.V. (2012). Dependency of electrophysical properties of ceramic materials based on PZT-PMN-PZN system on method of synthesis and powder particle properties. *Transactions of the science and technology conference "Topical problems of piezoelectric instrumentation"*. Rostov-on-Don: Southern Federal University. (In Russ.).

Information about the authors

- A. V. Vlasov - engineer of Polyus Institute.
N. R. Zapotytko - Candidate of Technical Sciences, head of department, Polyus Institute.
A. A. Katkov - Candidate of Technical Sciences, head of group, Polyus Institute.
V. V. Kikot - Candidate of Technical Sciences, head of piezo manufacturing center, NIIFI.
G. A. Koshkin - engineering technologist of piezo manufacturing center, NIIFI.

*Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.
The authors declare that there is no conflict of interest.*

Статья поступила в редакцию 28.03.2022; одобрена после рецензирования 06.05.2022; принята к публикации 17.05.2022.

The article was received by the editorial board on 28 Mar 22; approved after reviewing on 6 May 22; accepted for publication on 17 May 22.