

บทที่ 3 วิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงวัสดุ สารเคมีและการเตรียมเซรามิกในระบบ PSZT-ZN ที่เตรียมโดยวิธีผสมออกไซด์แบบขั้นตอนเดียว (mixed oxide) และฟิล์มเซรามิกในระบบ PSZT ที่เตรียมโดยวิธีโซล เจล (sol gel) รวมถึง การหาลักษณะเฉพาะของเซรามิกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction; XRD) การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ และการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเซรามิก

ตาราง 3.1 สารเคมีที่ใช้เตรียมเซรามิกโดยวิธี Mixed Oxide และ Sol Gel

สารเคมี	สูตรทางเคมี	แหล่งที่มา
โดยวิธี Mixed Oxide		
- ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide); 99%	ZnO	Sigma Aldrich
- นีโอเบียมออกไซด์ (Niobium oxide); 99.95%	Nb ₂ O ₅	CERAC
- ไททานเนียมออกไซด์ (Titanium (IV) oxide); 99-105%	TiO ₂	Sigma Aldrich
- เลดออกไซด์ (Lead (II) oxide); 99-100.5%	PbO	Sigma Aldrich
- เซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium (IV) oxide); 99%	ZrO ₂	Sigma Aldrich
- สตรอนเทียมคาร์บอเนต (Strontium carbonate); 98%	SrCO ₃	Sigma Aldrich
- แอนติโมนีออกไซด์ (Antimony (III) oxide); 99%	Sb ₂ O ₃	Fluka
- เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol); 99.9%	C ₂ H ₅ OH	Merck
- โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol: PVA)		Fluka
- อะซิโตน (Acetone); 99.8%	CH ₃ COOH ₃	Merck

ตาราง 3.1 (ต่อ)

สารเคมี	สูตรทางเคมี	แหล่งที่มา
- น้ำ DI (DI water)		
- พงอะลูมินา (Alumina oxide)	Al_2O_3	
- กาวเงิน (Silver)		
โดยวิธี Sol Gel		
- Lead (II) acetate trihydrate; 99%	$C_4H_{12}O_7Pb$	Sigma Aldrich
- Zirconium (IV) isopropoxide Isopropanal complex; 99.9%	$Zr(OCH(CH_3)_2)_4 \cdot (CH_3)_2CHOH$	Sigma Aldrich
- Titanium (IV) isopropoxide; 97%	$C_{12}H_{28}O_4Ti$	Sigma Aldrich
- Strontium isopropoxide; 99.9%	$Sr(OCH(CH_3)_2)_2$	Sigma Aldrich
- Antimony (III) acetate; 99%	$Sb(CH_3CO_2)_3$	Sigma Aldrich
- 2-Methoxyethanal anhydrous; 99.8%	$C_3H_8O_2$	Sigma Aldrich
- Acetic acid (glacial); 100%	CH_3COOH	Merck
- Acetone; 99.8%	CH_3COOH_3	Merck
- 2-Propanal; 99.9%	C_2H_5COOH	Fluka

3.2 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมเซรามิก

ตาราง 3.2 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมโดยวิธี Mixed Oxide และ Sol Gel

สารเคมี
โดยวิธี Mixed Oxide
- บีกเกอร์ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- แท่งกวนแม่เหล็ก (magnetic bar)
- ถ้วยอะลูมินาสำหรับเผาสารพร้อมฝาปิด
- ซ้อนตัดสารสแตนเลส
- ครกบดสารที่ทำด้วยหยก
- อะลูมิเนียมเปลว
- ตะแกรงร่อนสาร
- กระจุกบดสาร
- เม็ดบดสารเซอร์โคเนีย
- เครื่องผสมสารแบบ ball mill
- เตาแผ่นความร้อน (hot plate)
- เวิร์เนียดิจิตอล
- กระจายทรายเบอร์ 220 400 800 และ 1200
- เครื่องขัดไฟฟ้า
- เครื่องชั่งดิจิตอล ผลิตโดยบริษัท AND
- เตาเผาสารอุณหภูมิสูง
- แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร
- เครื่องอัดขึ้นรูประบบไฮดรอลิก
โดยวิธี Sol Gel
- บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
- ขวดคูแลน (dulan) ขนาด 50, 100 มิลลิลิตร
- ขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask) ขนาด 250 มิลลิลิตร
- กระจกบดวงสารขนาด 25 มิลลิลิตร

ตาราง 3.2 (ต่อ)

วัสดุและอุปกรณ์
- แผ่นพลาติน
- หลอดหยดสาร
- เข็มฉีดยา
- เตาแผ่นความร้อน (hot plate)
- แท่งกวนแม่เหล็ก (magnetic bar)
- แผ่นแผ่นฐานรองTi/SiO ₂ /Si
- เครื่องล้างอัลตราโซนิก
- เครื่องปลูกชั้นออกไซด์แบบ PECVD
- เครื่องปลูกชั้นฟิล์มโลหะ Ti แบบสปัตเตอร์ริง
- เครื่องตัดแผ่นซิลิกอน
- เครื่องเป่าไนโตรเจน

ตาราง 3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบสมบัติ

เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ
- เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ รุ่น D500
- เครื่อง L-C-R meter รุ่น Agilent E4980A 20 Hz- 2MHz
- เครื่องวัดฮิสเทอรีซิส model 6093
- เครื่องวัดค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก รุ่น S5865 d ₃₃ meter
- เครื่องโพลสาร (poling)
- เครื่องควบคุมความต่างศักย์
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิและชุดประมวลผล

3.3 การเตรียมเซรามิกด้วยกระบวนการผสมแบบออกไซด์ชั้นตอนเดียว (mixed oxide)

3.3.1 การเตรียมผงเซรามิก

ทำการเตรียมสารเซรามิกในระบบ $Pb_{(1-x)}Sr_x(Zr_{0.54}Ti_{0.44}Sb_{0.02})_{(1-y)} - (Zn_{1/3}Nb_{2/3})_yO_3$ (PSZT-ZN) เมื่อ y (ZN) เท่ากับ 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10, 0.12, 0.14, 0.16, 0.18 และ 0.20 และเงื่อนไข x (Sr) เท่ากับ 0.00, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10 และ 0.12 ด้วยวิธีการผสมแบบออกไซด์ชั้นตอนเดียว (mixed oxide) ขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิกแสดงในรูป 3.1 โดยมีรายละเอียดดังนี้

3.3.1.1 เริ่มจากการชั่งสารตั้งต้นในปริมาณตามที่คำนวณได้จากสมการด้านบน นำสารที่ชั่งเรียบร้อยแล้วใส่ลงในกระปุกพลาสติกที่มีลูกบดเซอร์โคเนียแล้วเติม เอทานอล ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นตัวช่วยกระจาย (dispersion) ให้ทั่วสารที่เตรียม

3.3.1.2 จากนั้นนำไปบดโดยเครื่อง ball milling เพื่อให้ขนาดอนุภาคเล็กลงตามที่ต้องการเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำสารที่ได้มากรองลงในบีกเกอร์ด้วยตะแกรงกรองแล้วนำไปทำการระเหยเอทานอลออกด้วยความร้อนพร้อมกับคนสารด้วย magnetic stirrer บนเตาแผ่นความร้อนเพื่อให้สารกระจายตัวได้ดีขึ้นและไม่ให้สารเกิดการตกตะกอน

3.3.1.3 นำสารไปอบที่อุณหภูมิ 120 °ซ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาบดให้ละเอียดแล้วนำสารไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที นาน 2 ชั่วโมง แผลงผังเงื่อนไขการเผาแคลไซน์ แสดงในรูปที่ 3.2 แล้วนำสารมาบดให้ละเอียดเพื่อนำไปทำการขึ้นรูปต่อไป

3.3.2 การขึ้นรูปเซรามิก

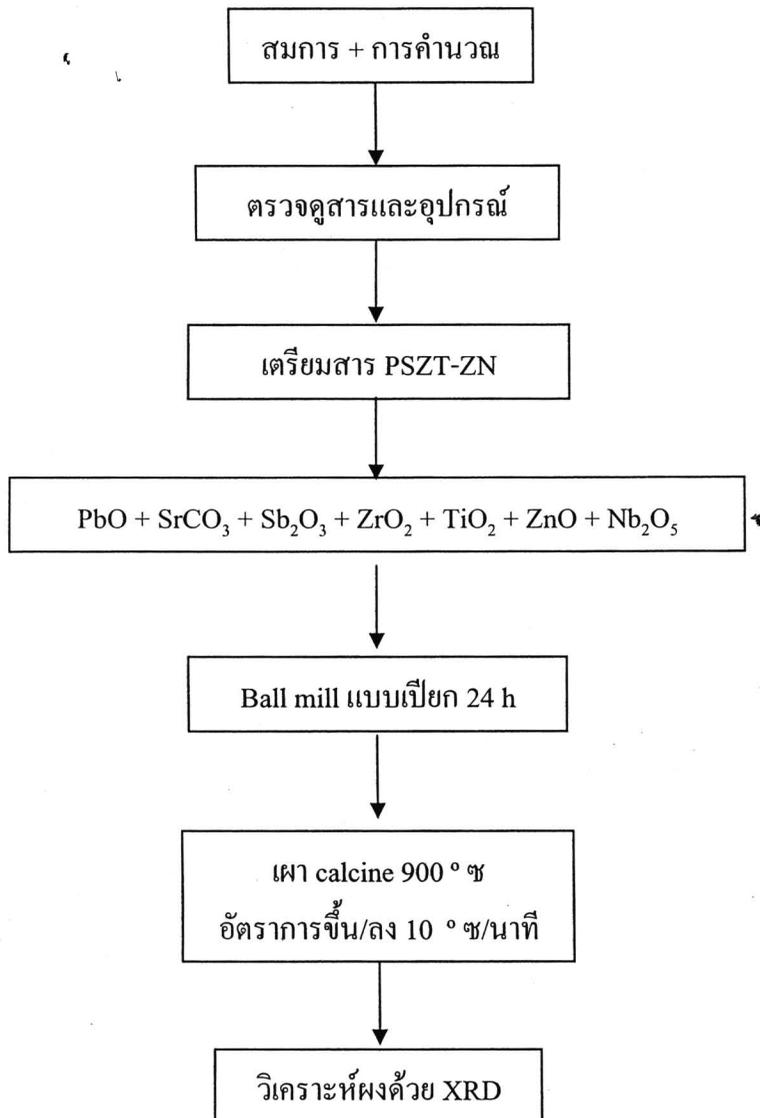
3.3.2.1 นำผงเซรามิกที่เตรียมได้มาชั่งในปริมาณ 1.0 กรัม บดผสมกับสารละลายโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol; PVA) ที่มีความเข้มข้น 4% จำนวน 1 หยดจนผงเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.2.2 นำสารมาใส่ในแม่พิมพ์โลหะทำการขึ้นรูปเป็นเม็ดเซรามิกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร โดยทำการขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (hydraulic press) อัดแบบทิศทางเดียว (uniaxial pressing) ด้วยแรงอัดประมาณ 25 kg/m² เป็นเวลา 15 วินาที

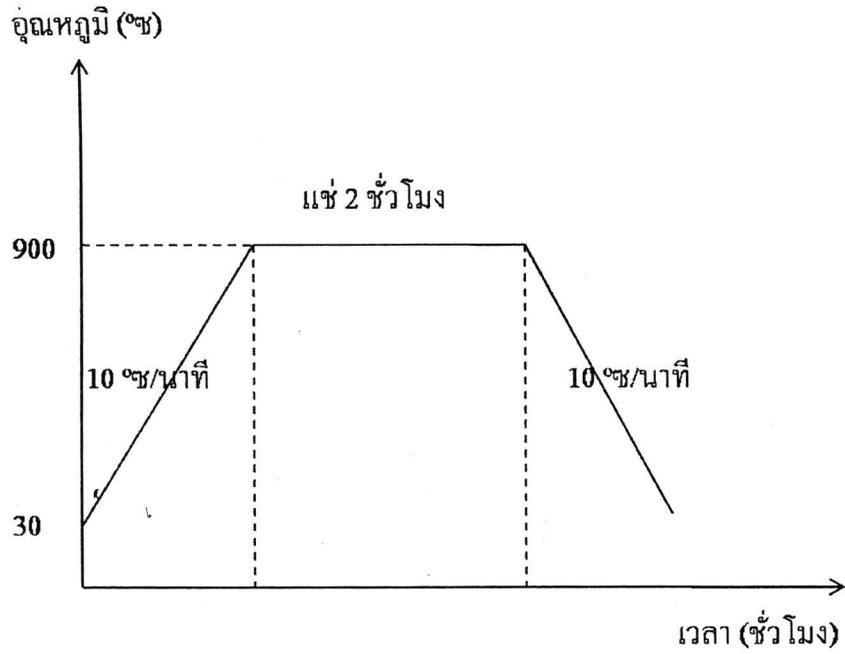
3.3.2.3 จากนั้นนำสารที่อัดขึ้นรูปเรียบร้อยแล้วมาทำการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และ

ความหนา ก่อนเผา นำชิ้นงานวางเรียงในถ้วยอะลูมินาโดยใช้ ฟงอะลูมินา กลบด้านล่างสุดของถ้วย อะลูมินา ตามด้วยฟง PSZT-ZN กลบชิ้นงานทั้งด้านบนและด้านล่าง จากนั้นกลบด้วย ฟงอะลูมินา ด้านบนของฟง PSZT-ZN อีกชั้นหนึ่งดังแสดงในรูป 3.5

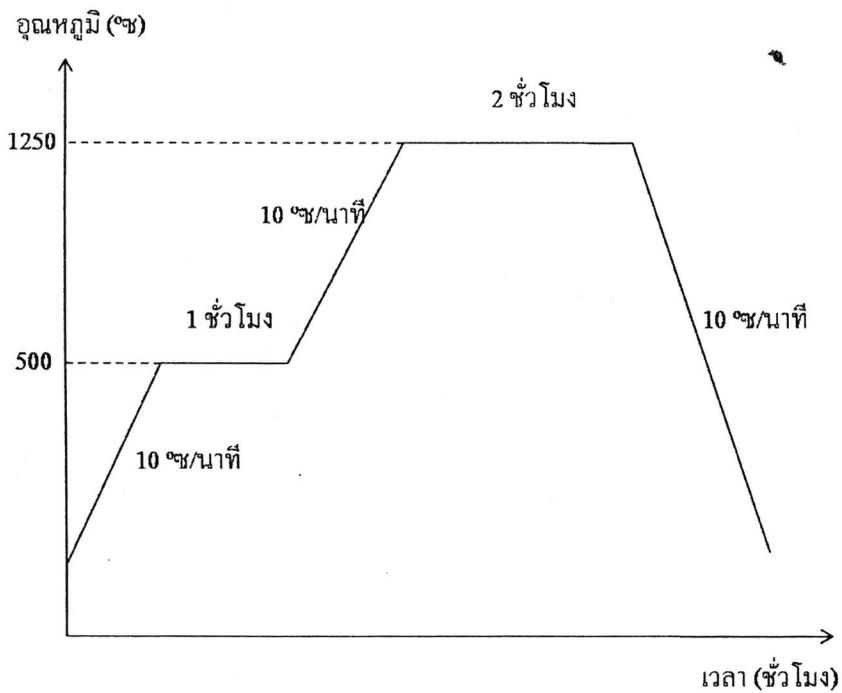
3.3.2.5 นำสารไปทำการเผาซินเตอร์ (sintering) ที่อุณหภูมิ 1250 ° ซ ในอัตราการขึ้นลง ของอุณหภูมิ 10 ° ซ/นาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เผาไล่สารยึดเหนี่ยว (PVA) ที่อุณหภูมิ 500 ° ซ เป็น เวลา 1 ชั่วโมง แผลงผังแสดงอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์แสดงในรูปที่ 3.3 สุดท้ายนำสารเซรามิกที่ ผ่านการเผามาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางไฟฟ้า ดังแสดงในรูปที่ 3.4



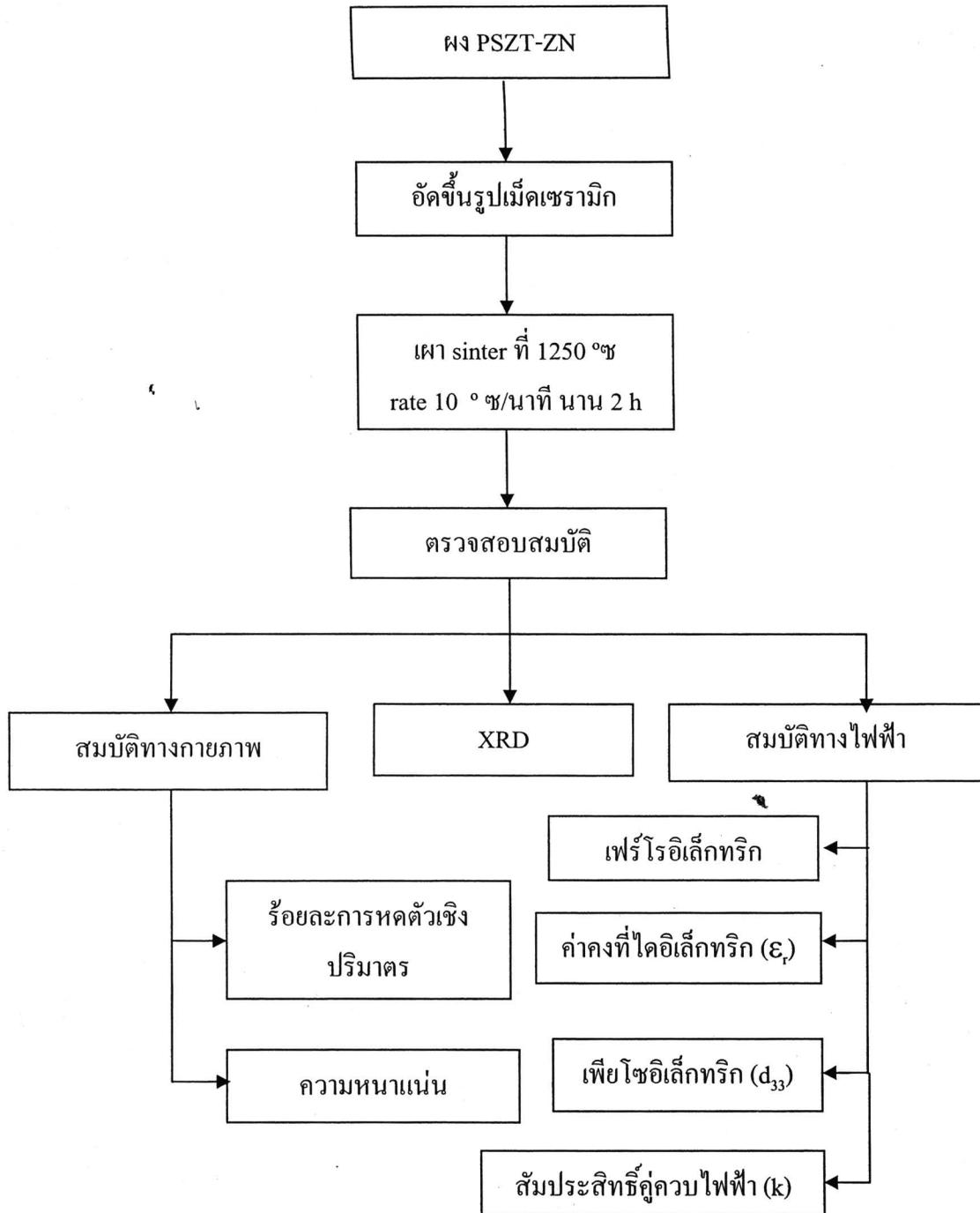
รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิก PSZT-ZN



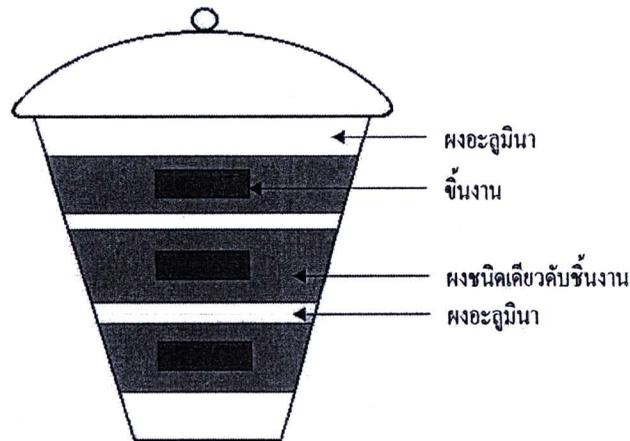
รูปที่ 3.2 แผงผังแสดงอุณหภูมิการเผาแคลไซน์



รูปที่ 3.3 แผงผังแสดงอุณหภูมิการเผาซินเตอร์



รูปที่ 3.4 แผนภาพแสดงขั้นตอนการขึ้นรูปเซรามิก PSZT-ZN



รูปที่ 3.5 การจัดเรียงชิ้นงานในด้วยอะลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์

3.4 การเตรียมสารละลายโซล PSZT ด้วยกระบวนการโซล เจล

การเตรียมสารละลาย PSZT ในระบบ $(\text{Pb}_{0.88}\text{S}_{0.12})[\text{Zr}_x\text{Ti}_{(0.98-x)}]\text{Sb}_{0.02}\text{O}_3$ เมื่อค่า x (Zr) เท่ากับ 0.50, 0.52, 0.54, 0.56 และ 0.58 ขั้นตอนการเตรียมแสดงดังรูปที่ 3.6 ปริมาณของสารตั้งต้นที่ใช้ในตัวทำละลาย 50 มิลลิลิตร แสดงดังตารางที่ 3.4 โดยเริ่มจากผสมสาร Lead acetate ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_7\text{Pb}$) Strontium isopropoxide ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_2\text{Sr}$) Zirconium (IV) isopropoxide ($\text{C}_{15}\text{H}_{36}\text{O}_5\text{Zr}$) Titanium (IV) isopropoxide ($\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$) และ Antimony (III) acetate ($\text{C}_6\text{H}_9\text{O}_6\text{Sb}$) ตามปริมาณที่กำหนดตามสมการดังตารางที่ 3.4 ลงในขวดรูปชมพู่ โดยใช้สารละลาย 2-Methoxyethanol ($\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) และ Acetic acid (CH_3COOH) ที่อัตราส่วนโดยปริมาตร 3:1 เป็นตัวทำละลาย ความเข้มข้นของสารละลายโซลจะควบคุมที่ 0.4 โมลา (M) และมีการเพิ่มปริมาณของตะกั่วส่วนเกินในปริมาณ 5% โดยโมล เพื่อไปชดเชยตะกั่วที่เกิดการระเหยที่สภาวะอุณหภูมิของการเผาที่สูง จากนั้นนำสารที่ผสมในตัวทำละลายไปให้ความร้อนหรือที่เรียกว่าทำการ reflux เพื่อให้สารเกิดการทำปฏิกิริยาเคมีที่อุณหภูมิ 80 ° ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 100 ° ซ แล้ว reflux ต่ออีกเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้สารละลายโซลเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง



3.5 การเตรียมฟิล์ม PSZT ด้วยกระบวนการ spin coating

3.5.1 การเตรียมฐานรอง (substrate)

การเตรียมแผ่นฐานรอง (substrate) ชนิด Ti/SiO₂/Si (จาก TMEC) ซึ่งแผ่นฐานรองนี้ประกอบไปด้วยชั้นของโลหะ Ti มีความหนาประมาณ 100 นาโนเมตร (1000 อังสตรอม) และชั้นของ SiO₂ มีความหนาประมาณ 500 นาโนเมตร (5000 อังสตรอม) ขั้นตอนการปลูกชั้นฟิล์มบน Si แสดงดังรูป 3.7 ซึ่งชั้นของ SiO₂ จะทำหน้าที่เป็นชั้นออกไซด์ที่มีคุณสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าและเป็นตัวที่ป้องกันไม่ให้ชั้นของ Ti เข้าไปรวมกับแผ่น Si (โลหะผสมระหว่าง Ti กับ Si) ในสภาวะอุณหภูมิสูง ขั้นตอนการเตรียมฐานรองแสดงดังรายละเอียดต่อไปนี้

3.5.1.1 นำแผ่นซิลิคอนเวเฟอร์ (silicon wafer) ไปล้างด้วยเครื่อง Automatic wet bench เป็นเวลาประมาณ 50 นาที

3.5.1.2 นำแผ่นเวเฟอร์ที่ล้างเสร็จแล้วมาปลูกชั้นฟิล์มออกไซด์โดยในงานวิจัยนี้ใช้ออกไซด์ของซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO₂) โดยเทคนิคที่ใช้ในการปลูกฟิล์มคือการปลูกด้วยไอสารเคมีแบบพลาสมา (plasma enhanced chemical deposition; PECVD)

3.5.1.3 นำฟิล์มที่ผ่านการอบไปวัดความหนาของชั้นฟิล์ม SiO₂ ที่ความหนา 500 นาโนเมตรด้วยเครื่อง ellipsometer จากนั้นนำฟิล์มไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 750 ° ซ เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้ชั้นของออกไซด์กับชั้นของ Si wafer ยึดติดกันดีขึ้น แล้ววัดความหนาล้างอบ

3.5.1.4 ปลูกชั้นฟิล์มของ Ti เพื่อเป็นขั้วโลหะโดยเทคนิคสปัตเตอร์ริง (sputtering) ความหนา 100 นาโนเมตร แล้ววัดสภาพต้านทาน (resistivity measurement) ของชั้นฟิล์ม Ti บนแผ่น SiO₂/Si จากนั้นนำฟิล์ม Ti/SiO₂/Si ไปอบที่อุณหภูมิ 420 ° ซ เป็นเวลานาน 30 นาที

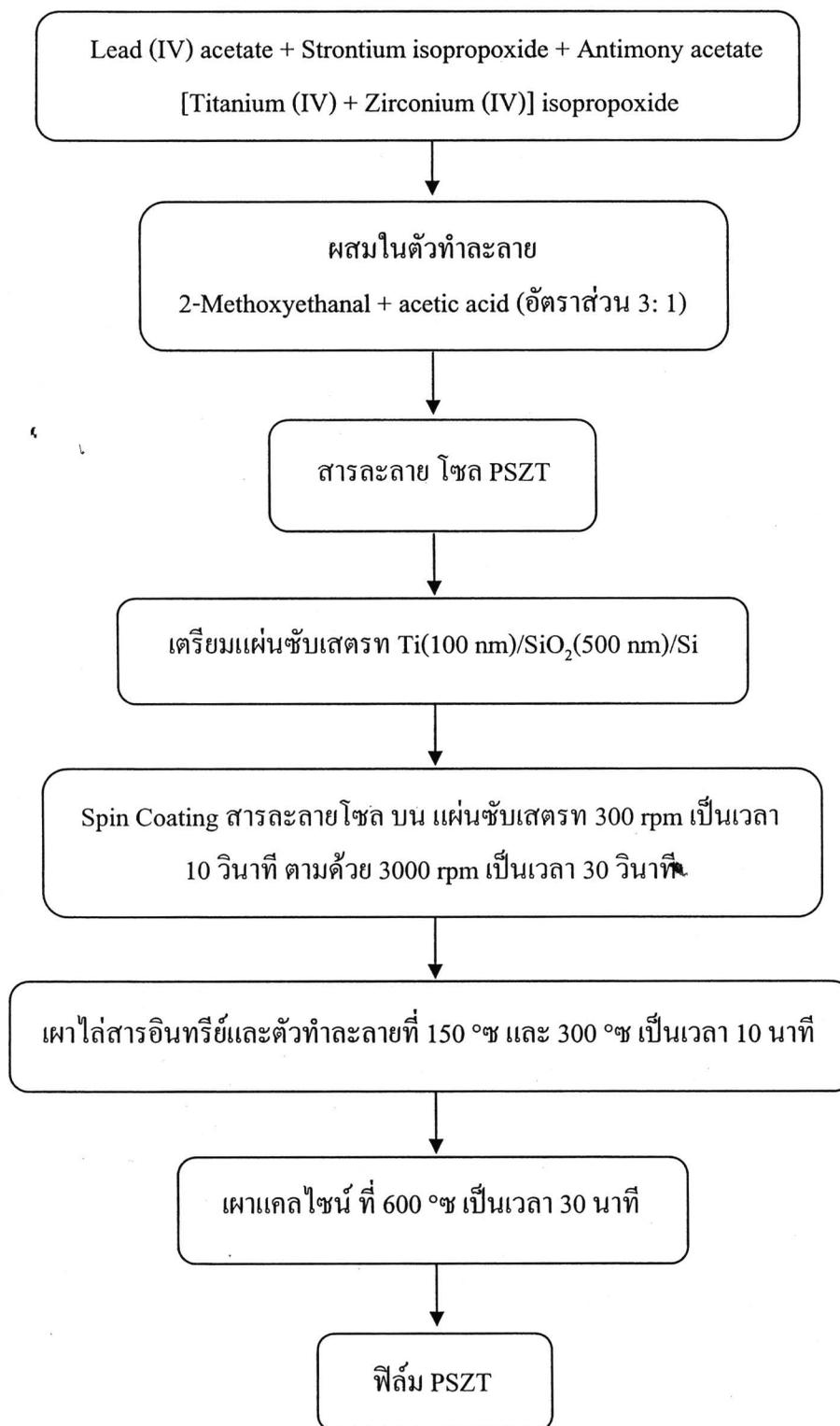
3.5.2 การเตรียมฟิล์ม PSZT บนแผ่นซับสเตรท

ตัดฟิล์ม Ti/SiO₂/Si ให้มีขนาดประมาณ 1x1 ตารางเซนติเมตร แล้วนำไปทำความสะอาดโดยทำการล้างในสารละลายอะซิโตน (acetone) และ 2-isopropanal ด้วยเครื่องล้างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 5 นาที ตามลำดับเพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่ผิวของแผ่นฐานรองออก ทำให้แห้งโดยการเป่าด้วยก๊าซไนโตรเจนเพื่อกำจัดอนุภาคที่ไม่ต้องการบนผิวของแผ่นแผ่นฐานรองออก แล้วก็นำไปวางบนเครื่อง spin coating ดังรูป 3. 8 เปิดเครื่อง ตั้งความเร็วรอบและเวลา โดยความเร็วรอบที่ใช้คือ 300 rpm เป็นเวลา 10 วินาทีเพื่อให้สารละลายเกิดการอิมมิดตัวทั่วผิวของแผ่นฐานรองจากนั้นก็เพิ่ม

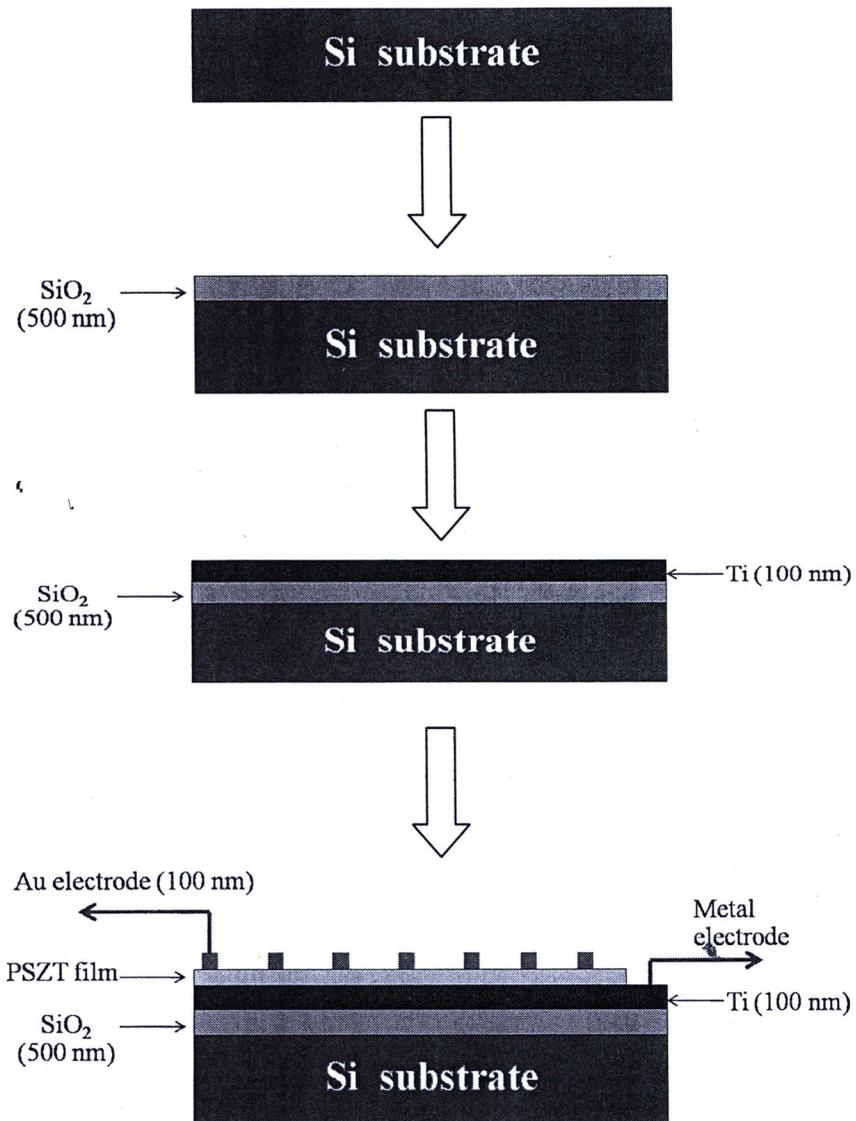
จำนวนรอบเป็น 3000 rpm เป็นเวลา 30 วินาที เปิดเครื่องสุญญากาศเพื่อให้แผ่นฐานรองยึดติดกับเครื่อง spin coating ใช้หลอดหยดหยดสารละลายโซลปริมาณจนทั่วแผ่นฐานรอง ตามด้วยเปิดเครื่องให้ทำงาน จากนั้นก็นำแผ่นฐานรองที่มีฟิล์มอยู่ด้านบนไปเผาบน hot plate ที่อุณหภูมิ 150 และ 300 ° ซ เป็นเวลา 10 นาที เพื่อไล่สารอินทรีย์ในเนื้อฟิล์มออก จากนั้นนำฟิล์มไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 ° ซ เป็นเวลา 30 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 ° ซ/นาที เพื่อให้เกิดกระบวนการเป็นผลึกของเฟส PZT

ตารางที่ 3.4 ปริมาณของสารตั้งต้นเพื่อเตรียมสารละลายโซล PSZT ในตัวทำละลาย 50 ml

Zr (x)	สัญลักษณ์	Pb	Sr	Zr	Ti	Sb
0.50	PSZT A	7.08067	0.49440	3.88052	2.81318	0.11967
0.52	PSZT B	7.08067	0.49440	4.03575	2.69597	0.11967
0.54	PSZT C	7.08067	0.49440	4.19097	2.57875	0.11967
0.56	PSZT D	7.08067	0.49440	4.34619	2.46154	0.11967
0.58	PSZT E	7.08067	0.49440	4.50141	2.34432	0.11967



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย และการเตรียมฟิล์ม PSZT



รูปที่ 3.7 แสดงขั้นตอนการปลูกชั้นฟิล์มบนแผ่นฐานรองของซิลิกอน



รูปที่ 3.8 เครื่อง spin coating

3.6 การตรวจสอบสมบัติของเซรามิก PSZT (bulk ceramics)

3.6.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD)

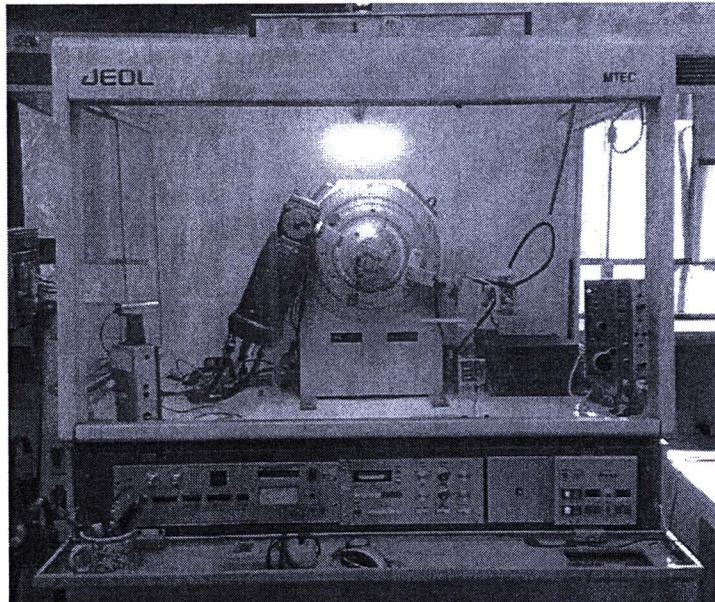
เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique) เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผิววัสดุซึ่งมีโครงสร้างเป็นรูปผลึก และมีการจัดเรียงของอะตอมอย่างมีระเบียบที่มีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอกซ์เกิดขึ้น หลังจากนั้นรังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบน โดยที่มุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามซุระนาบนั้นๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกสอดเสริมกันได้เมื่อเป็นรังสีที่เลี้ยวเบน ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับได้นั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดก็จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปตามลักษณะโครงสร้าง การตรวจสอบเริ่มจากนำผงตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆมาบดให้ละเอียด จากนั้นนำผงตัวอย่างที่ผ่านการบดละเอียดแล้วบรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง (sample holder) เกือบผงตัวอย่างให้เรียบโดยใช้กระจกสไลด์ ส่วนชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปก็นำไปขัดให้ผิวหน้าของเซรามิกมีความเรียบและสม่ำเสมอ แล้วนำชิ้นงานไปติดกับแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง นำแผ่นบรรจุสารตัวอย่างที่ติดชิ้นงานเรียบร้อยแล้วใส่ในเครื่อง XRD และเริ่มทำการทดสอบโดยให้มุมเริ่มต้นที่ 2θ เท่ากับ 15° และมุม

สุดท้าย 2θ เท่ากับ 60° จากนั้นผลที่แสดงออกมาจะอยู่ในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม กับมุม 2θ นำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสและความบริสุทธิ์ของผงตัวอย่างที่เกิดขึ้น โดยนำค่ามุม 2θ ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของแบรอก

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.1)$$

โดยที่ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ในกรณีนี้ ($\lambda = 1.54439 \text{ \AA}$)



รูปที่ 3.9 แสดงเครื่อง X-ray diffractometer

3.6.2 การตรวจสอบร้อยละการหดตัวเชิงปริมาตร

ค่าร้อยละการหดตัวเชิงปริมาตร (% shrinkage) นำเซรามิกที่ผ่านการอัดขึ้นรูปและการเผาซินเตอร์มาทำการตรวจวัดการหดตัวโดยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และความหนาของเซรามิก (d) ทั้งก่อนเผาและหลังเผาซินเตอร์ตามลำดับ จากนั้นนำมาคำนวณดังสมการที่ 3.2 และ 3.3

$$v = \pi r^2 \times d \quad (3.2)$$

เมื่อ V คือ ปริมาตรของเซรามิก
 r คือ รัศมีของเส้นผ่านศูนย์กลาง
 d คือ ความหนาของเซรามิก

$$S = \left[\frac{v_1 - v_2}{v_1} \right] \times 100 \quad (3.3)$$

เมื่อ S คือ ร้อยละของการหดตัวเชิงปริมาตรของเม็ดเซรามิก
 V_1 คือ ปริมาตรของเซรามิกก่อนเผา
 V_2 คือ ปริมาตรของเซรามิกหลังเผา

3.6.3 การตรวจสอบความหนาแน่น

โดยการนำเอาเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ไปหาค่าความหนาแน่น (density) ด้วยหลักการการแทนที่ของน้ำของ Archimedes โดยนำเซรามิกที่เตรียมได้ต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศ แล้วนำไปชั่งน้ำหนักในน้ำ (W_3) และชั่งในอากาศขณะเปียก (W_2) แล้วนำไปอบในตู้อบสารเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งน้ำหนักในอากาศ (W_1) แล้วคำนวณหาความหนาแน่นของเซรามิกดังสมการ 3.4

$$\rho_c = \left[\frac{w_1}{w_2 - w_3} \right] \times \rho_{H_2O} \quad (3.4)$$

เมื่อ ρ_{H_2O} คือ ความหนาแน่นของน้ำ
 ρ_c คือ ความหนาแน่นของเซรามิก
 W_1 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ
 W_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะเปียก
 W_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ

3.6.4 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

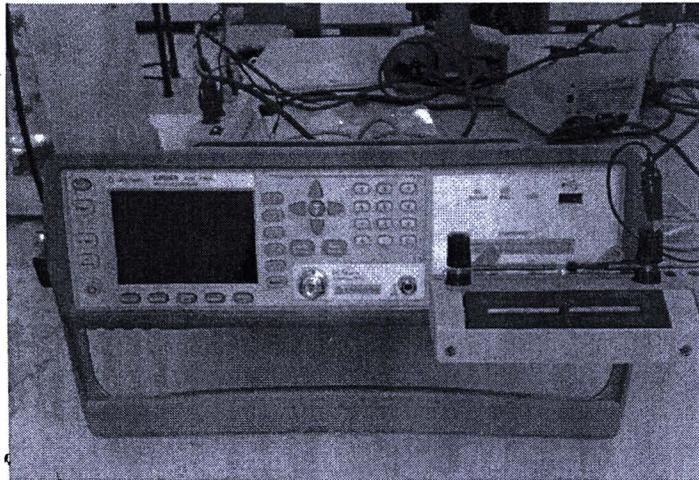
การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าจะเริ่มจากการเตรียมชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ไปขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600 800 1000 และ 1200 ให้ชิ้นงานบางลงประมาณ 1 มิลลิเมตร และผิวชิ้นงานเซรามิกมีความเรียบ จากนั้นทำความสะอาดผิว แล้วจึงนำมาทำขั้วไฟฟ้าเพื่อนำไปวัดสมบัติทางไฟฟ้า ประกอบด้วย สมบัติไดอิเล็กทริกเพอร์โรอิเล็กทริก เพียโซอิเล็กทริก และสัมประสิทธิ์คูกวบไฟฟ้าทางกล ดังรายละเอียดต่อไปนี้

3.6.4.1 การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริก (dielectric properties) ที่อุณหภูมิห้อง

ในการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ในการทดลองนี้ได้ทำการตรวจสอบที่อุณหภูมิห้อง (ที่ประมาณ 25 °ซ) สามารถหาค่าได้โดยใช้เครื่อง LCR มิเตอร์ ดังรูปที่ 3.10 ซึ่งสามารถวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) ในช่วงความถี่ 20 Hz – 2 MHz โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานตัวอย่างที่ทราบค่าความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางไปทำขั้วไฟฟ้า โดยการทากาวเงินแบบเผา ทั้ง 2 ด้านของชิ้นงาน นำชิ้นงานไปเผาเพื่อทำให้กาวเงินยึดติดกับผิวเซรามิกได้ดีที่อุณหภูมิ 600 °ซ เป็นเวลานาน 15 นาที อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที จากนั้นนำชิ้นงานมาทำการวัดที่ความถี่ 1 kHz 10 kHz 20 kHz และ 100 kHz โดยทำการเก็บข้อมูลความถี่ละ 2 ข้อมูลเพื่อใช้ในการหาค่าเฉลี่ย ทำการจดบันทึกค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกตามช่วงความถี่ที่กำหนด จากนั้นนำค่าความจุไฟฟ้ามาทำการคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก จากสมการ 3.5

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (3.5)$$

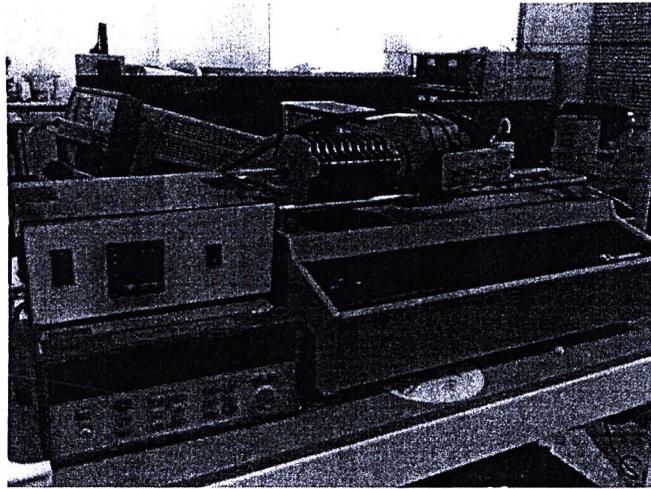
เมื่อ ϵ_r	คือ	ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์
C	คือ	ค่าความจุไฟฟ้า มีหน่วยเป็นฟารัด (F)
d	คือ	ความหนาของสารไดอิเล็กทริก มีหน่วยเป็นเมตร (m)
A	คือ	พื้นที่ของไดอิเล็กทริก มีหน่วยเป็นตารางเมตร (m ²)
ϵ_0	คือ	ค่าสภาพยอมของสุญญากาศมีค่าเท่ากับ $8.854 \cdot 10^{-12}$ F/m



รูปที่ 3.10 แสดงเครื่อง E4980A 20 Hz – 2 MHz Precision LCR meter

3.6.4.2 การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกสัมพันธ์กับอุณหภูมิ (dielectric constant VS temperature)

ในการทดลองนี้ได้ตรวจสอบความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิ ซึ่งสามารถทำให้ทราบถึงช่วงอุณหภูมิที่เซรามิกเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสองค์ประกอบ โดยเมื่อเซรามิกเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสองค์ประกอบขึ้นนั้นค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) จะเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็ว และชัดเจนในช่วงอุณหภูมินั้นๆ ซึ่งในเซรามิกแต่ละชนิดจะมีช่วงอุณหภูมิของการเปลี่ยนเฟสที่แตกต่างกันออกไป โดยในงานทดลองนี้ได้ทำการตรวจสอบในช่วงของอุณหภูมิตั้งแต่ ประมาณ 30 °ซ ไปจนถึง 400 °ซ ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ประมาณ 5 °ซ/นาที โดยใช้เครื่อง E4980A 20 Hz – 2 MHz Precision LCR meter ซึ่งต่อเข้ากับชุดควบคุมอุณหภูมิและชุดประมวลผลดังแสดงในรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 แสดงชุดควบคุมและประมวลผลเพื่อทดสอบสมบัติไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิ

3.6.4.3 การตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric measurement)

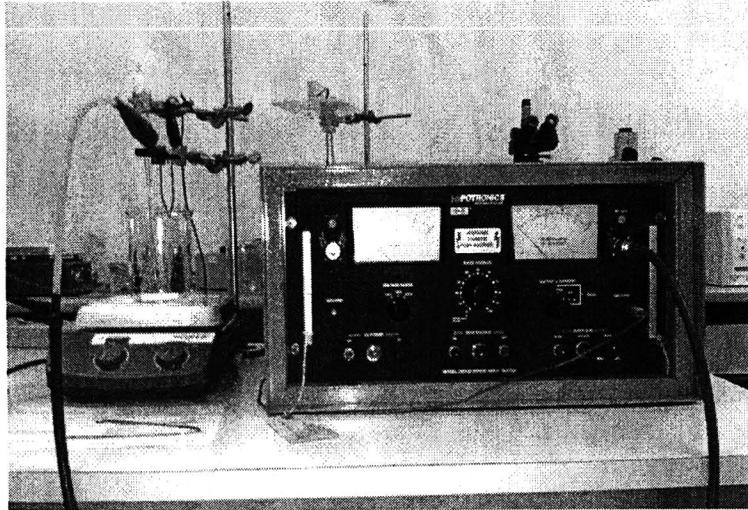
ในงานทดลองนี้ได้ทำการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PSZT-ZN ที่ผ่านการทำขั้วไฟฟ้าด้วยกาวเงิน มาทำการตรวจสอบสมบัติของเฟอร์โรอิเล็กทริกโดยการวิเคราะห์จากวงฮีสเทอรีซิส เพื่อทำการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้า และ โพลาริเซชันของเซรามิก อีกทั้งยังได้ทำการศึกษาถึงสภาพคงเหลือของโพลาริเซชัน (remanent polarization; P_r) และค่าสนามไฟฟ้าลบถ่วงของโพลาริเซชัน (coercive electric field; E_c) โดยใช้เครื่องวัดฮีสเทอรีซิส (hysteresis analyzer) Precision High Voltage Interface ซึ่งสามารถให้สนามไฟฟ้าได้สูงสุดที่ 20 kV/cm แสดงในรูป 3.12 โดยการนำชิ้นงานที่ผ่านการทำขั้ววางใน holder ซึ่งชิ้นงานจะจุ่มในน้ำมันซิลิโคน (silicone oil) เพื่อป้องกันการพังทลายทางไฟฟ้า (electric breakdown) ในงานวิจัยนี้จะให้สนามไฟฟ้าสูงสุด 3 kV จากนั้นชิ้นงานจะถูกเชื่อมต่อกับเครื่องเก็บประจุไฟฟ้ามาตรฐาน (standard capacitor) บนเครื่อง Sawyer Tower circuit (รูปที่ 3.12) ทำการเก็บข้อมูลซึ่งประกอบไปด้วยวงฮีสเทอรีซิส (hysteresis loop) C/V Characterization และ IV Characterization



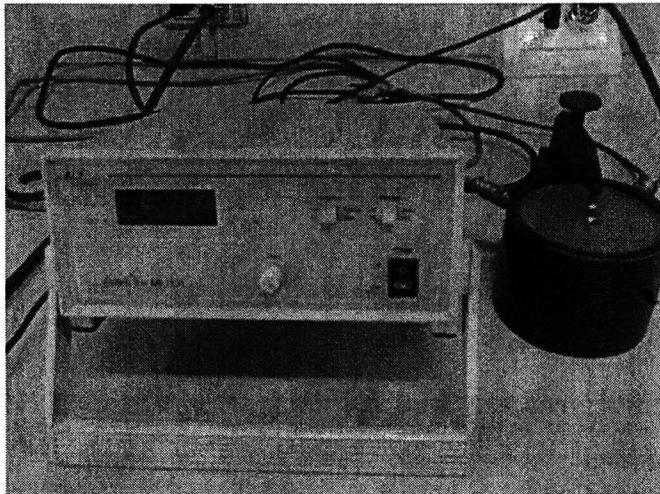
รูปที่ 3.12 แสดงชุดทดสอบสมบัติเพียโรอิเล็กทริก

3.6.4.4 การตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric coefficient, d_{33})

ในการตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกของเซรามิก PSZT-ZN สามารถทำได้โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการทำขั้วไฟฟ้าโดยใช้กาวเงินแบบเผา ทั้ง 2 หน้าของชิ้นงานมาผ่านกระบวนการโพลลิง (poling) เพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวของไดโพลโมเมนต์ และทำให้สารเซรามิกสามารถแสดงพฤติกรรมการเกิดสมบัติเพียโซอิเล็กทริก นำมาทำการโพลในน้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิ 60°C ให้สนามไฟฟ้า dc เท่ากับ 3 kV/mm เป็นเวลา 30 นาที เครื่องโพลสารแสดงในรูปที่ 3.13 จากนั้นนำเม็ดเซรามิกที่ทำการโพล เรียบร้อยแล้วนำมาเก็บไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำมาทำการวัดค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกโดยใช้เครื่อง KCF S5865 d_{33} meter (รูปที่ 3.14)



รูปที่ 3.13 แสดงเครื่องมือในการ โพลสารเซรามิก



รูปที่ 3.14 แสดงเครื่อง KCF S5865 d_{33} meter

3.6.4.5 แฟกเตอร์คู่ควบไฟฟ้าเชิงกล (electromechanical coupling factor; k)

แฟกเตอร์คู่ควบไฟฟ้าเชิงกล (electromechanical coupling factor, k) เป็นค่าที่สามารถแสดงให้เห็นถึงความสามารถ หรือความได้เปรียบที่เกิดขึ้นกับวัสดุเพียโซอิเล็กทริกในการเปลี่ยนแปลงรูปแบบพลังงานจากพลังงานไฟฟ้าไปเป็นพลังงานกล หรือในทางกลับกัน เปลี่ยนแปลงจากพลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้า โดยอาศัยค่า k ซึ่งวัดจากทิศทางของการให้สนามไฟฟ้า และทิศทางของการวัดพลังงานกลที่ให้ออกมา สามารถหาค่า k ได้โดยอาศัยพฤติกรรมทางไฟฟ้า

กระแสสลับของผลึกของสารเพียโซอิเล็กทริก ทำการวัดค่ารีแอกแตนซ์ (reactance) หรือค่าอิมพีแดนซ์ (impedance) เทียบกับความถี่ ในงานวิจัยนี้จะศึกษาสัมประสิทธิ์คู่ควบไฟฟ้ากลเชิงระนาบ (k_p) ทำการวัดค่าอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ในช่วง 100 kHz – 500 kHz โดยนำชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการโพลิงที่สนามไฟฟ้า 3 kV/mm เป็นเวลา 30 นาที โดยวัดจากเครื่อง E4980A 20 Hz – 2 MHz Precision LCR meter จากนั้นนำค่าที่ได้จากการวัดมาคำนวณหาค่า k ดังสมการที่ 3.6 [16] เมื่อ F_r เป็นความถี่ที่อิมพีแดนซ์ต่ำสุดและ F_a เป็นความถี่ที่อิมพีแดนซ์สูงสุด ในกรณีของสารที่มีลักษณะเป็นแผ่นจานกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 10 เท่าของความหนาจะแทนด้วยตัวแปร k_p หรือตัวประกอบคู่ควบเชิงระนาบ (planar coupling factor)

$$k_p = \sqrt{2.5 \left(\frac{F_a - F_r}{F_r} \right)} \quad (3.6)$$

เมื่อ F_r คือ ความถี่อิมพีแดนซ์ต่ำสุด (minimum impedance frequency) หรือความถี่ เรโซแนนซ์ (resonance frequency) ในหน่วย Hz
 F_a คือ ความถี่อิมพีแดนซ์สูงสุด (maximum impedance frequency) หรือความถี่แอนติเรโซแนนซ์ (anti-resonance frequency) ในหน่วย Hz

3.6.4.6 แฟกเตอร์ทางคุณภาพเชิงกล (mechanical quality factor; Q_M)

แฟกเตอร์ทางคุณภาพเชิงกล (Q_M) จะเป็นการอธิบายอัตราส่วนของความต้านทานต่อกระแสไฟฟ้า (reactance) ต่อการต้านทาน (resistance) ในวงจรรวม ค่า Q_M สามารถนำมาใช้อธิบายความแหลม (sharpness) ของพีคเรโซแนนท์ เช่น ค่า Q_M มากแสดงว่าพีคเรโซแนนท์มีความแหลมมาก ค่า Q_M จะคำนวณจากค่าที่วัดได้จากเครื่อง E4980A 20 Hz – 2 MHz Precision LCR meter ของชิ้นงานที่ผ่านการโพลิงที่ให้สนามไฟฟ้า 3 kV/mm โดยทำการวัดค่าความจุไฟฟ้าที่ความถี่ 1 kHz วัดค่าอิมพีแดนซ์ที่ความถี่เรโซแนนซ์ จากนั้นนำมาคำนวณได้ดังสมการ 3.7

$$Q_M = \frac{1}{2\pi F_r Z_m C_o} \left(\frac{F_a^2}{F_a^2 - F_r^2} \right) \quad (3.7)$$

เมื่อ F_r คือ ความถี่เรโซแนนท์ในหน่วยเฮิร์ตซ์ (Hz)
 F_a คือ ความถี่แอนติเรโซแนนท์ในหน่วยเฮิร์ตซ์ (Hz)

Z_m คือ อิมพีแดนซ์ในหน่วยโอห์ม (Ω) วัดที่ F_r
 C_o ค่าความจุไฟฟ้าในหน่วยฟารัด (F) วัดที่ 1 kHz

3.7 การตรวจสอบสมบัติของฟิล์มเซรามิก PSZT

การตรวจสอบสมบัติของฟิล์มบนแผ่นฐานรองโดยทำการวัดความหนาของชั้นฟิล์มออกไซด์ของ SiO_2 โดยเครื่อง Ellipsometer โดยทำการวัดทั่วทั้งแผ่นฐานรอง 50 จุดแล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย และวัดสภาพต้านทานไฟฟ้า (resistivity measurement) ของชั้นฟิล์มโลหะของ Ti โดยทำการวัดทั้งหมด 49 จุด แล้วหาค่าเฉลี่ย

การตรวจสอบโครงสร้างเฟสของฟิล์ม ทำโดยนำฟิล์มที่มีขนาดประมาณ 1 ตารางเซนติเมตรไปทำการตรวจสอบโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer ของชิ้นงานทั้งก่อนเผาแคลไซน์ และหลังเผาแคลไซน์

การเตรียมชิ้นงานเพื่อใช้ในการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าในงานต่อไปทำโดยนำฟิล์มไปทำขั้วแบบจุดด้วยโลหะทอง (Au dot electrode) โดยเทคนิค sputtering ผ่าน shadow mask ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางแต่ละจุด 0.5 มิลลิเมตร จากนั้นนำฟิล์มไปวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกโดยเครื่อง LCZ meter ที่สามารถปรับค่าความถี่ได้ ซึ่งสามารถวัดค่าความจุไฟฟ้า (C) และค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ($\tan \delta$) โดยวัดเทียบที่อุณหภูมิห้อง ใช้ความถี่ 4 ค่า คือ 1 10 20 และ 100 kHz สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกจะทำการวัดโดยใช้เครื่อง Sawyer Tower circuit การวัดสมบัติเพียโซอิเล็กทริก ฟิล์มจะถูกทำขั้วด้านบนโดยขนาดของขั้วประมาณ 1 ตารางมิลลิเมตร จากนั้นนำฟิล์มที่ผ่านการทำขั้วไปทำการโพลโดยให้ศักย์ไฟฟ้า dc เท่ากับ 3 kV/mm เป็นเวลา 30 นาที นำฟิล์มที่ทำการโพล เรียบร้อยแล้วนำมาเก็บไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำมาทำการวัดค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกโดยใช้เครื่อง KCF S5865 d_{33} meter