บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

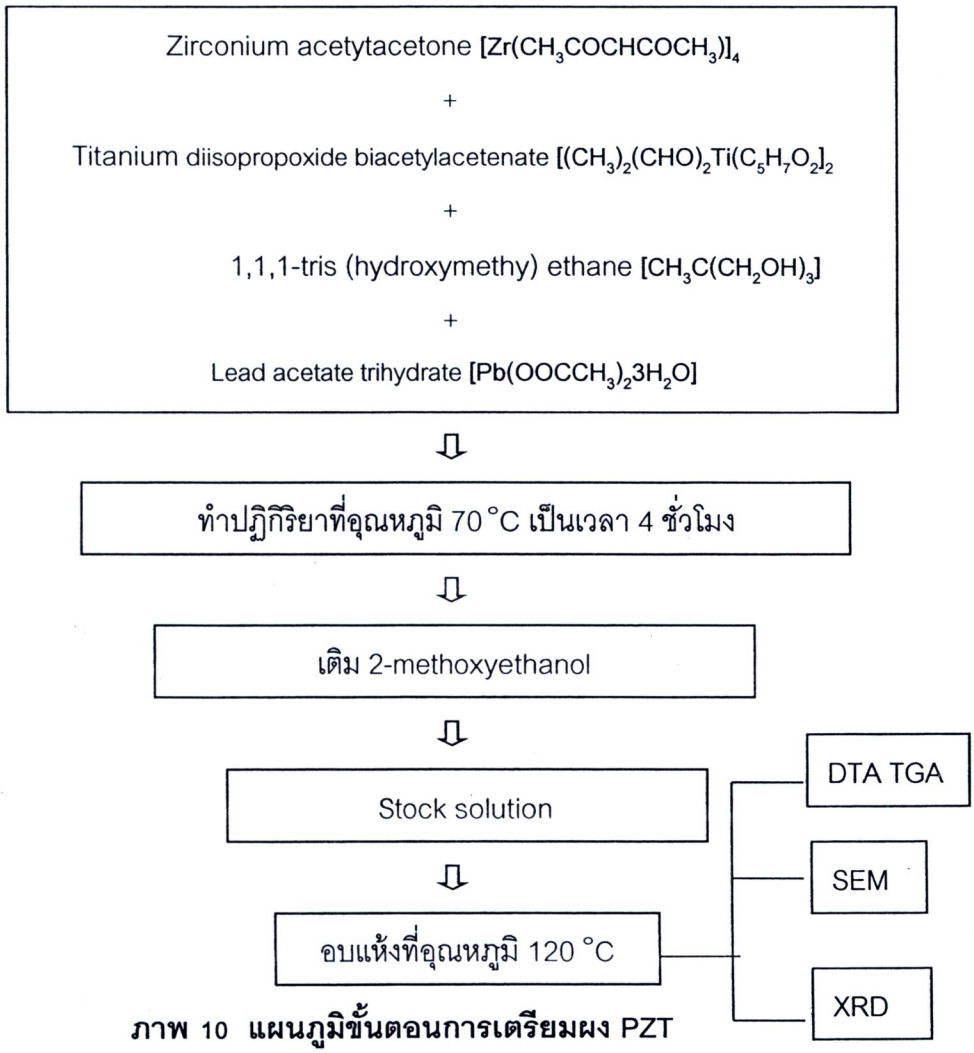
1. Lead acetate trihydrate [Pb $(OOCCH_3)_2 3H_2O$] ความบริสุทธิ์ 99.95 %
2. Titanium isopropoxide $[(CH_3)_2(CHO)_2Ti(C_5H_7O_2]_2$ ความบริสุทธิ์ 99.95%
3. Zirconium acetytacetone $[Zr\ (CH_3COCHCOCH_3)]_4$ ความบริสุทธิ์99.95%
4. 1, 1, 1-tris (hydroxymethy) ethane
5. 2-methoxyethanol

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

1. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท Sartorious รุ่น MC1
2. .Analytic AC210S ประเทศเยอรมัน
3. กระป๋องพลาสติกพร้อมฝาปิด
4. บีกเกอร์ขนาด 250, 600 และ 1,000 มิลลิลิตร
5. กระดาษฟอยล์ (foil)
6. ตะกร้าขนาดเล็ก
7. ตะแกงร่อนสาร
8. คีมจับชิ้นงาน
9. เตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก (hot plate & magneti) ยี่ห้อ Cimarec ปรับอุณหภูมิได้สูงสุด 400 °C และปรับความเร็วในการคนสารด้วยแม่เหล็กได้ 12 ระดับ
10. ไมโครเวฟ
11. ครกบดสาร (agate)
12. ช้อนตักสาร
13. ตู้อบสารปรับอุณหภูมิได้สูงสุดประมาณ 200 °C ผลิตโดยบริษัท Electrolux
14. เตาไฟฟ้าสำหรับเผาสาร ยี่ห้อ CARBOLITE รุ่น S33 6RB ประเทศอังกฤษ
15. .ถ้วยอะลูมินา (alumina crucible)

16. แม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร
17. เครื่องอัดระบบไฮโดรลิก ยี่ห้อ CARVER รุ่น 3912
18. ดิจิตอลเวอร์เนียคาลิเปอร์ ยี่ห้อ ZIM - ZEEM
19. เครื่องอัตราโซนิก Transsonic 570 / 14 บริษัท Elma
20. เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น X'Pert ผลิตโดยบริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์
21. เครื่อง Sputter Coater ยี่ห้อ SPI – MODULE รุ่น 38825
22. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) ผลิตโดยบริษัท JOEL รุ่น LEO 1455VP ประเทศอังกฤษ

3.3 การเตรียมผง PZT โดยกระบวนการ sol-gel



ภาพ 10 แผนภูมิขั้นตอนการเตรียมผง PZT

3.4 กระบวนการเตรียมผง PZT

การเตรียมผง PZT สูตร $Pb_x(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ด้วยวิธีโซล-เจล เริ่มจากการเตรียมสาร Zirconium acetytacetone สาร Titanium diisopropoxide biacetylacetenate สาร 1,1,1-tris (hydroxymethy) ethane และสาร Lead acetate trihydrate จากนั้นเติมปริมาณส่วนเกินของตะกั่วตั้งแต่ X=0 2 5 10และ15 mol% ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ทำให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น เมื่อเติม 2-methoxyethanol ($C_3H_8O_2$) ทำให้ความเข้มข้นของสารลดลงจะได้ Stock solution นำสารที่ได้ไปอบแห้งโดยใช้เตาอบ อบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปใส่ในถ้วยอะลูมินาปิดฝาให้สนิทเพื่อนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 200 °C – 600 °C เป็นเวลา 30 นาที ด้วยอัตราการขึ้นและลงอุณหภูมิเป็น 5 °C/นาที ด้วยเตาไฟฟ้าสำหรับตะกั่วเพื่อตรวจสอบหาความบริสุทธิ์ของสาร และจากนั้นนำสารที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ไปตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดเฟสบริสุทธิ์ของสารและนำไปหาขนาดอนุภาคด้วย particle size analysis

เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยเริ่มจากการนำผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาแพคใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (ภาพเครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D500 ยี่ห้อ SIEMENS และ รุ่น X'Pertผลิตโดยบริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์)แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้เป้าทองแดง (Cuk_{α}) ที่ให้รังสีเอ็กซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ 1.540562 Å ออกมาด้วย step ประมาณ 0.01 องศาต่อวินาที จากค่ามุม 2θ ที่ 10 องศา ไปจนถึงที่ค่ามุม 2θ ที่ 60 องศา

3.5 กระบวนการสร้างแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททาเนต

แผ่นรองรับซึ่งมีองค์ประกอบเป็น Pt (111)/Ti/SiO_2/Si โดยที่ Pt มีความหนาเท่ากับ 1000 Å ได้ถูกเตรียมโดยกระบวนการ Sputtering ลงบนแผ่น Ti ที่มีความนา 50 Å และSiO_2 ที่มีความหนาประมาณ 3600 Å โดยแผ่นรองรับดังกล่าวนี้จะถูกนำมาเป็นแผ่นรองรับในการสร้างฟิล์มของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตด้วยเทคนิค Spin coating ทั้งนี้แผ่นรองรับนี้จะถูกตัดให้เป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสที่มีพื้นที่ผิวรองรับประมาณ 1 cm^2 จากนั้นนำแผ่นรองรับที่ตัดได้ขนาดแล้ว ไปผ่านกระบวนการทำความสะอาดด้วยเครื่อง ultrasonic โดยนำไปแช่ในสารละลาย trichloroethylene เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นทำไปแช่ใน acetone อีกเป็นเวลา 5 นาที และขั้นสุดท้ายนำแผ่นรองรับไป

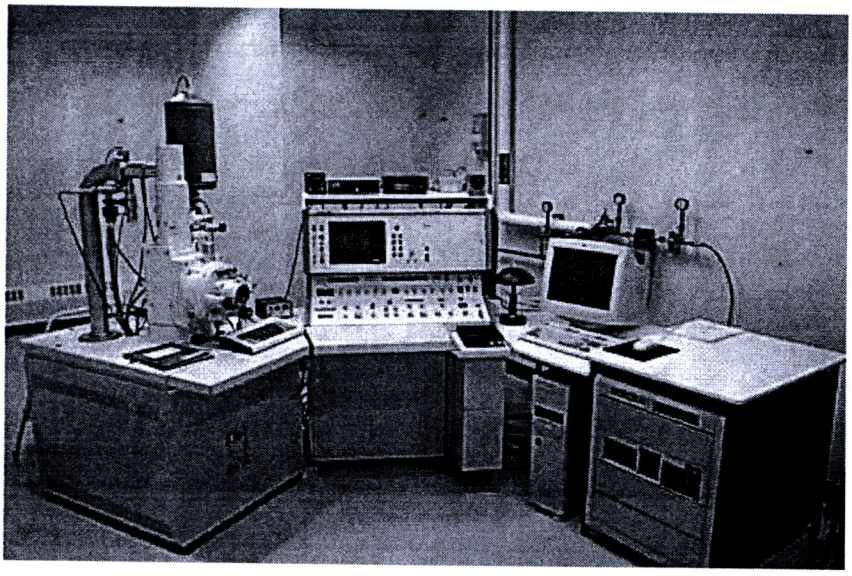
แช่ในสารละลาย 2-proponal อีกเป็นเวลา 5 นาที จึงนำแผ่นรองรับที่ได้ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้ว ไปสร้างแผ่นฟิล์ม โดยแผ่นฟิล์มจะถูกสร้างขึ้นด้วยเครื่อง spin coater โดยมีขั้นตอนคือ นำ Sol ของ PZT ที่เตรียมไว้แล้วใส่ไว้ในหลอดฉีดยา ที่ต่อแผ่นกรองที่มีขนาดของตะแกรงที่ 200 nm หยดลงบนแผ่นรองรับที่ได้ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้ว เมื่อหยด Sol ของ PZT จนเต็มแผ่นรองรับแล้ว เครื่อง Spin Coater (Chemat Technology, Inc. (USA) KW-4A photoresist spin-coater) จะสร้างแผ่นฟิล์มโดยการหมุนแผ่นรองรับ ด้วยความเร็ว 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที จากนั้นนำแผ่นฟิล์มที่สร้างเสร็จแล้ว ไป Pre-heating ที่อุณหภูมิต่างๆกล่าวคือ 200 °C, 250 °C, 300 °C, 350 °C, 400 °C เป็นเวลา 10นาที จากนั้นนำแผ่นฟิล์มที่ผ่านการ Pre-heat แล้วไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 30 นาที

3.6 กระบวนการวิเคราะห์แผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนต

3.6.1 เครื่องตรวจวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์; X-ray diffraction (XRD)

ในการศึกษาโครงสร้างเฟสของแผ่นฟิล์มเลดเซอร์โคเนตที่สร้างได้นี้ จะใช้เครื่องตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยใช้เทคนิค Grazing incidence (GI) โดยใช้เครื่อง XRD ของ บริษัท Philips รุ่น PW1792 ซึ่งมีแผ่นกรองรังสีชนิด CoK_α monochromated โดยให้รังสีเอ็กซ์ซึ่งมีความความคลื่นเป็น λ=1.78901 Å โดยใช้มุมในการตรวจวัดตั้งแต่ 20° to 80° โดยใช้ Step ในการวัดเท่ากับ 0.04° และมีช่วงเวลาในกรวัดเท่ากับ 20 s/step และใช้ความต่างศักย์สำหรับเร่งแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ที่ 30 kV และใช้กระแส 40 mA

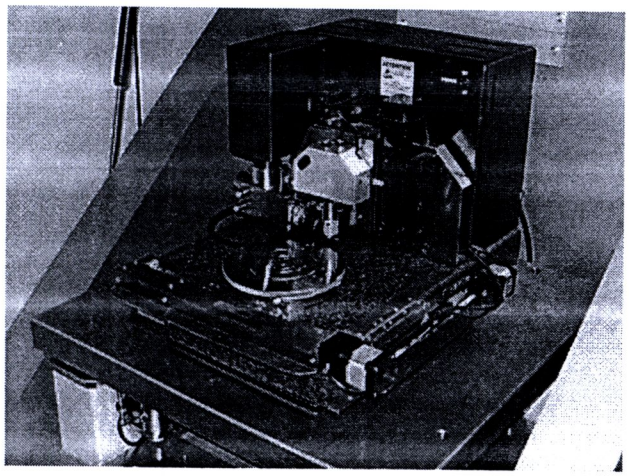
3.6.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด; scanning electron microscopy (SEM)



ภาพ 11 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Jeol รุ่น JSM 6335F

ภาคตัดขวางของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตจะได้รับการตรวจวิเคราะห์ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Jeol รุ่น JSM 6335F) ดังแสดงในภาพที่ 11 โดยที่แผ่นฟิล์มที่วิเคราะห์จะต้องผ่านกระบวนการทำขั้วโดยการเคลือบแผ่นฟิล์มด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค RF sputtering

3.6.3 Atomic force microscopy (AFM)



ภาพ 12 แสดง Atomic force Microscopy รุ่น Nanoscopellla

Atomic force microscopy รุ่น NanoscopeIIIa –ของ บริษัท Digital Instrument ดังแสดงในภาพที่ 12 ได้ถูกนำมาใช้เพื่อศึกษาถึงโครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวแผ่นฟิล์มบาง ขนาดของเกรน และ ค่าสภาพความขรุขระของแผ่นฟิล์มบางซึ่งได้จากการคำนวณผ่านโปรแกรม Scanning probe imaging processor (STIP V.2.3) ของบริษัท Metrology