บทที่ 5

บทสรุป

5.1 สรุปผลการตรวจสอบผงผสมของสารตั้งต้น

ผลการทดสอบทางความร้อนของผงผลึก PZT ในอัตราส่วน 52:48 พบว่าเกิดการสูญเสียน้ำหนัก 2 ช่วง โดยในช่วงแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 350 องศาเซลเซียส เกิดจากการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่เกิดจากขั้นตอนการทำเจล ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาการคายความร้อนที่อุณหภูมิ 280 และ 330 องศาเซลเซียส ของกราฟ DTA และช่วงที่สองของการสูญเสียน้ำหนักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 470 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นปฏิกิริยาการคายความร้อน เนื่องจากเริ่มเกิดปฏิกิริยาของสารตั้งต้นจนถึงอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

5.2 สรุปการตรวจสอบผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมได้

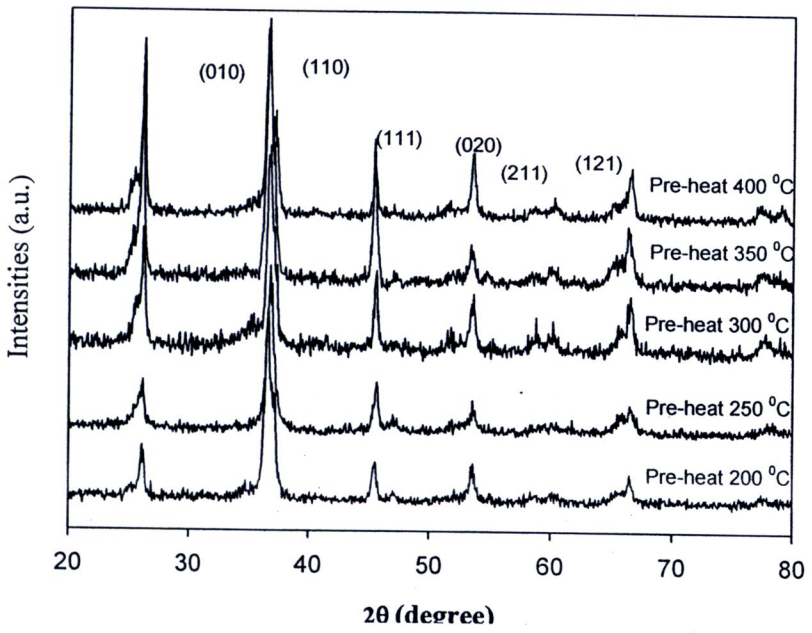
จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมโดยกระบวนการโซล - เจล โดยมีการเพิ่มปริมาณตะกั่วส่วนเกินที่ 0, 2, 5, 10 และ 15 %/mol และใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

จากการวิเคราะห์เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงผลึก PZT ที่อัตราส่วนของตะกั่วส่วนเกินที่ 0, 2, 5, 10 และ 15 %/mol ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส พบว่าผงผลึก PZT ที่ 10 %/mol มีโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรอล ซึ่งมีพีค 6 พีค สัมพันธ์กับแฟ้มข้อมูลพื้นฐาน JCPDS 73-2022 และผงผลึกของ PZT ที่เพิ่มปริมาณตะกั่วส่วนเกินที่ 0, 2 และ 5 เป็นโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรอลที่ไม่สมบรูณ์เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นไม่สมบูรณ์ และที่ปริมาณตะกั่วส่วนที่15 %/mol พบว่ายังมีปริมาณตะกั่วหลงเหลืออยู่

5.3 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและการกระจายตัวของอนุภาคของผงผลึก PZT

ปริมาณตะกั่วส่วนที่ 0, 2, 5, 10 และ 15 %/mol พบว่าขนาดของอนุภาคของสารตั้งต้นที่ยังไม่ได้เพิ่มปริมาณตะกั่วส่วนเกินมีการกระจายตัวของอนุภาคอยู่ในช่วง 175 – 630 นาโนเมตร โดยที่ขนาดอนุภาคมีค่าเฉลี่ย 422 นาโนเมตร และผงผลึก PZT ที่เพิ่มปริมาณตะกั่วส่วนเกิน 2, 5, 10 และ 15 %/mol ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยจะอยู่ที่ 403 , 504, 532 และ 547 นาโนเมตร ตามลำดับและยังพบว่าเมื่อปริมาณตะกั่วส่วนเกินเพิ่มขึ้นอนุภาคของผงผลึก PZT มีแนวโน้มใหญ่ขึ้น เนื่องจากกระบวนการเตรียมผงผลึกโดยวิธีการโซล – เจล นั้นสามารถช่วยลดการสลายตัวของตะกั่วออกจากระบบได้เป็นอย่างดี

5.4 ผลการวิเคราะห์อิทธิพลของรูปแบบการเผาที่มีต่อ ลักษณะเฉพาะของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนต

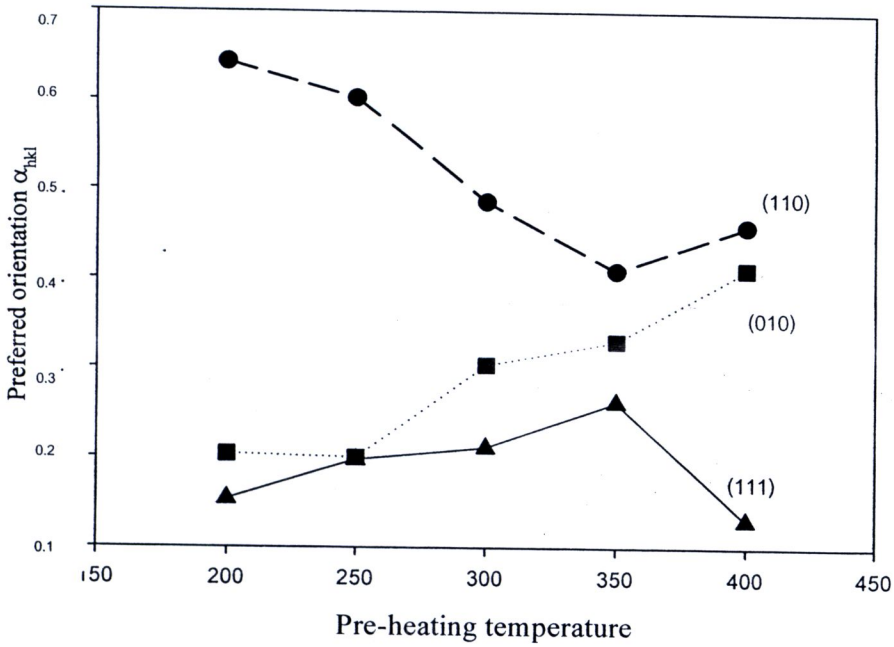


ภาพ 32 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ด้วยอุณหภูมิต่างๆ

ภาพ 32 แสดงให้เห็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ผ่านการ Pre-heat ที่อุณหภูมิ ตั้งแต่ 200 250 300 350 400 องศาเซลเซียส จากนั้น

นำไปเผาที่อุณหภูมิเดียวกันทั้งหมด กล่าวคือ 600 องศาเซลเซียส ซึ่งพบว่าแผ่นฟิล์มทั้งหมดไม่พบโครงสร้างของสารแปลกปลอมอื่นใด อีกทั้งยังไม่พบโครงสร้างของแผ่นรองรับ Pt อีกด้วย ซึ่งการตรวจไม่พบโครงสร้างของแผ่นรองรับนี้เกิดจากการที่ใช้เทคนิคพิเศษในการตรวจวัดแผ่นฟิล์มบาง โดยเทคนิคนี้สามารถกำจัดตำแหน่งของพีคของ Pt ออกไปจนหมด และจากผลของรูปแบบการเผาดังกล่าวทำให้สามารถสรุปได้ว่า แผ่นฟิล์มบางที่ Pre-heat ด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที ก่อนนำไปเผาด้วยอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที จะเกิดโครงสร้าง Perovskite ของ PZT ในปริมาณที่มากที่สุด โดยสามารถสังเกตได้จากความเข้มของพีค (111) ที่เพิ่มมากขึ้นตามอุณหภูมิการ Pre-heating แต่ที่อุณหภูมิการ Pre-heating ที่ 400 องศาเซลเซียส พบว่า ความเข้มของพีค (111) ลดลงอย่างชัดเจน แต่ความเข้มของพีค (010) และ (110) กลับมีความเข้มสูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ เพื่อเป็นการเปรียบเทียบค่าความเข้มของพีคหลักในแผ่นฟิล์มบาง ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 1

$$\alpha_{010} = \frac{I_{(010)}}{I_{(010)} + I_{(110)} + I_{(111)}} \qquad (1)$$



ภาพ 33 แสดงผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มของพีคหลักในแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ที่ Pre-heat ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากภาพ 33 จะเห็นได้อย่างชัดเจนว่าอุณหภูมิในการเผามีอิทธิพลต่อระนาบที่เกิดขึ้นของแผ่นฟิล์มบาง โดยที่อัตราส่วนความเข้มของระนาบ (010) ต่อระนาบอื่นๆ จะมีอัตราการเพิ่มขึ้นของแปรตามอุณหภูมิการ Pre-heat ที่เพิ่มขึ้นโดยเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 0.20-0.41 สำหรับระนาบ (110) นั้น อัตราส่วนของความเข้มของระนาบนี้จะมีอัตราลดลงในช่วงอุณหภูมิการ Pre-heat ที่ 200-350 องศาเซลเซียส โดยลดลงจาก 0.64 เป็น 0.40 และที่อุณหภูมิการ Pre-heating ที่ 400 องศาเซลเซียส ค่าอัตราส่วนความเข้มของระนาบ (110) จะมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 0.45 ซึ่งเป็นไปทางตรงกันข้ามกับ อัตราส่วนความเข้มของระนาบ (111) ต่อความเข้มของระนาบอื่น ที่มีความอัตราส่วนที่เพิ่มขึ้น แต่ที่อุณหภูมิการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส จะมีอัตราส่วนความเข้มที่ลดลง ซึ่งจากผลดังกล่าวทำให้สามารถวิเคราะห์ได้ว่า ในโครงสร้างของแผ่นฟิล์มบางจะเกิดการแข่งขันการเจริญเติบโตของระนาบ (110) และ (111) โดยวิเคราะห์ได้ว่าที่อุณหภูมิการ Pre-heat ที่ 200-350 องศาเซลเซียสของการเกิดระนาบ (111) สูงขึ้น ซึ่งโดยปกติแล้วแผ่นฟิล์มบางจะมีแนวโน้มที่จะเกิดระนาบ (111) ได้มากที่สุด ทั้งนี้เนื่องมาจากอิทธิพลของการเหนี่ยวนำของแผ่นรองรับซึ่งเป็นชนิด Pt (111) แต่เมื่ออุณหภูมิในการ Pre-heat สูงขึ้นมากกว่า 350 องศาเซลเซียสนั้นจะก่อให้เกิดการก่อตัวของระนาบ (110) มากขึ้น ซึ่งคาดว่าเกิดมาจากผลของพลังงานของระนาบที่เกิดขึ้นในระดับอุณหภูมิที่สูงขึ้น

ตารางที่ 5.1 แสดงการเปรียบเทียบขนาดของเกรนของแผ่นฟิล์มบางและค่าความขรุขระของพื้นผิวแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ใช้อุณหภูมิในการ Pre-heat ต่างๆ

Pre-heating Temperature, C	Mean grain diameter, nm	Surface roughness (RMS), nm
200	114	4.73
250	107	4.32
300	102	4.85
350	100	2.06

จากตารางที่ 5.1 แสดงถึงขนาดของเกรนและค่าของความขรุขระของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ที่ผ่านการ Pre-heat ที่อุณหภูมิ 200 250 300 350 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10

นาที และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ทั้งนี้ผลที่ได้จากการศึกษาโดย Atomic Force Microscopy แสดงให้เห็นว่าแผ่นฟิล์มบางที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่างๆมีลักษณะปราศจากรอยแตก มีความหนาแน่นสูง และเป็นเนื้อเดียวกัน โดยมีขนาดของขนาดของความหนาและขนาดของเกรนอยู่ระหว่าง 150 -250 nm และ 95-115 nm ตามลำดับ ทั้งนี้ภาพโครงสร้างทางจุลภาคของแผ่นฟิล์มแสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์ของขนาดของเกรนที่ลดลง ตามอุณหภูมิการ Pre-heat ที่เพิ่มมากขึ้น จากการวิเคราะห์พบว่าปริมาณของโครงสร้าง Perovskite และขนาดของเกรน มีความใกล้เคียงและสัมพันธ์กับการเกิดปฏิกิริยาและการเจริญเติบโตของเกรน Perovskite เป็นที่ทราบกันดีว่า การก่อตัวของโครงสร้าง perovskite จะถูกกำหนดโดย พลังงานในการก่อตัว ซึ่งในกรณีของแผ่นฟิล์มนั้นจะมีค่าพลังงานในการก่อตัวที่สูงกว่ากรณีทั่วไป ดังนั้นจึงเห็นได้ชัดจากผลการทดลองว่าเกิดโครงสร้าง Perovskite สูง อีกทั้งการก่อตัวให้เกิดเป็นเกรนของแผ่นฟิล์มบางนั้นอาจจะเกิดจากการรบกวนของสารอินทรีย์ที่ยังคงค้างอยู่ในเนื้อฟิล์มเนื่องจากเผาที่อุณหภูมิค่อนข้างต่ำ (200 250 300 350 องศาเซลเซียส) ซึ่งคาดว่าการ Pre-heat แผ่นฟิล์มบางที่อุณหภูมิระดับนี้จะยังคงมีสารอินทรีย์คงค้างอยู่ในระดับที่สูงกว่าการ Pre-heat ในระดับอุณหภูมิที่สูง ซึ่งสารอินทรีย์เหล่านี้จะไปยับยั้งการเจริญเติบโตของเกรน แต่นำแผ่นฟิล์มนี้ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที สารอินทรีย์ที่แทรกอยู่ในเนื้อฟิล์มนี้จะถูกทำลายไปจนหมด จึงทำให้ในเนื้อฟิล์มเกิดที่ว่างขึ้นมาก จึงมีการเจริญเติบโตของเกรน PZT ไปแทรกอยู่บริเวณที่ว่างได้มากกว่าทำให้ขนาดของเกรนในกรณีที่ Pre-heat ที่อุณหภูมิต่ำมีขนาดใหญ่กว่าในกรณีที่ Pre-heat ที่อุณหภูมิสูง