

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ



190958



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ ผลของรูปแบบอนุกรมผลึกแผ่นฟิล์มบางที่มีต่อสมบัติของแผ่นฟิล์มบางของ PZT
ซึ่งเตรียมโดยวิธี Sol-gel

โดย ดร.ศรารุณี เกื่อนถ้ำ และคณะ

มิถุนายน 2555

600256209.

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ



190958



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ ผลของรูปแบบอุณหภูมิมิเผาแผ่นฟิล์มบางที่มีต่อสมบัติของแผ่นฟิล์มบางของ PZT
ซึ่งเตรียมโดยวิธี Sol-gel

โดย ดร.ศรารุณี เกื่อนถ้ำ และคณะ



มิถุนายน 2555

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ ผลของรูปแบบอนุกรมผลึกแผ่นฟิล์มบางที่มีต่อสมบัติของแผ่นฟิล์มบางของ PZT
ซึ่งเตรียมโดยวิธี Sol-gel

คณะผู้วิจัย

ดร.ศรารุณี เกื่อนถ้ำ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

คำนำ

งานวิจัยนี้ครั้งนี้เป็นการศึกษาการเตรียมแผ่นฟิล์มบางของสาร PZT ด้วยกระบวนการซอล เจล ร่วมกับเทคนิคสปินโคตติง โดยจะศึกษาถึงผลกระทบของรูปแบบของอุณหภูมิการเผาแผ่นฟิล์ม บางของ PZT ซึ่งเตรียมแบบ multilayer ต่อสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก โครงสร้าง จุลภาค โครงสร้างผลึกของแผ่นฟิล์มบางดังกล่าว ในการนี้ขอขอบคุณผู้มีส่วนเกี่ยวข้องในการ ดำเนินการวิจัยครั้งนี้ ได้แก่ สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ภาควิชาฟิสิกส์ และคณะ วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครสวรรค์

คณะผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่าข้อมูลที่ได้จากการวิจัยครั้งนี้จะเป็นประโยชน์ให้แก่ภาค การศึกษา ภาควิศวกรรมและอุตสาหกรรมตลอดจนถูกนำมาประยุกต์ใช้ต่อไป

คณะผู้วิจัย

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้เป็นอย่างดี โดยได้รับความสนับสนุนงบประมาณจากคณะ
วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

คณะผู้วิจัยขอขอบพระคุณ สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ที่ให้ความสนับสนุน
งบประมาณ สำหรับการดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ คณะวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ให้ความ
สนับสนุนสิ่งอำนวยความสะดวกทางการวิจัย ตลอดจนห้องปฏิบัติการต่าง ๆ สำหรับการดำเนิน
งานวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ให้ความ
สนับสนุน ตลอดจนห้องปฏิบัติการต่าง ๆ สำหรับการดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณทีมงานวิจัยทุกท่าน ที่ให้ความรู้ ความช่วยเหลือและความสะดวกในการ
ปฏิบัติงานโครงการวิจัยฯ ในครั้งนี้

คณะผู้วิจัย

มิถุนายน 2555

เพอร์โรอิเล็กทริกเป็นสารที่มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบอสมมาตร โดยที่สารในกลุ่มนี้จะมีโพลาริซ์ด้วยตัวเองโดยไม่ต้องผ่านการทำขั้ว อีกทั้งขั้วโพลาริซ์ยังสามารถปรับเปลี่ยนได้ตามสนามไฟฟ้าภายนอกที่ป้อนให้แก่สารดังกล่าว เลดเซอร์โคเนตไททาเนตเป็นสารที่มีโครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์เป็นหนึ่งในสารที่อยู่ในกลุ่มเพอร์โรอิเล็กทริกที่มีสมบัติที่โดดเด่นหลายประการ เช่น สมบัติไดอิเล็กทริก, สมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก, สมบัติไพโรอิเล็กทริก และสมบัติเพียโซอิเล็กทริก ด้วยความโดดเด่นของสมบัติต่างๆเหล่านี้จึงทำให้มีการนำเอาเลดเซอร์โคเนตไททาเนตไปประยุกต์ใช้อย่างแพร่หลาย อาทิเช่น ทรานส์ดิวเซอร์, เซ็นเซอร์และ แอคทิวเอเตอร์ และด้วยสมบัติโดดเด่นดังกล่าวมาแล้วนั้น ได้มีการนำเลดเซอร์โคเนตไททาเนตในรูปของแผ่นฟิล์มบางมาประยุกต์ใช้อย่างแพร่หลายเช่นกัน โดยทั้งนี้เป็นที่ทราบกันดีว่าสมบัติของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตนั้นจะขึ้นอยู่กับอัตราส่วนทางเคมีของธาตุแต่ละชนิดในองค์ประกอบหลัก โดยทั้งนี้ขึ้นอยู่กับการแทนที่อะตอมของธาตุในตำแหน่งต่างๆ อาทิเช่น อะตอมของตะกั่ว (ในตำแหน่ง A) หรือ อะตอมของ ไททาเนียม (ในตำแหน่ง B) โดยที่การแทนที่อะตอมที่ในอัตราส่วนที่แตกต่างกันจะทำให้สมบัติต่างๆของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตมีความแตกต่างกันไป

ในการวิจัยนี้จะทำการศึกษาการเตรียมแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตซึ่งเตรียมโดยวิธีโซลเจล และสร้างแผ่นฟิล์มบางลงบนแผ่นรองรับซึ่งมีส่วนประกอบเป็น $Pt/SiO_2/Ti$ โดยที่สมบัติทางโครงสร้าง ส่วนประกอบเฟสต่างๆและ การจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกในแผ่นฟิล์มบางจะวิเคราะห์โดย เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์, กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด, อะตอมมิกฟอร์ซไมโครสโคปี สำหรับการศึกษาค่าทางไดอิเล็กทริกและสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริกนั้นจะศึกษาโดยให้อุณหภูมิในการ pre-heating เป็นตัวแปร โดยในการศึกษานี้พบว่าขนาดของเกรนของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตบนแผ่นฟิล์มบางมีขนาดเล็กมากอยู่ที่ประมาณ 15-20 นาโนเมตร

จากการศึกษาโครงสร้างของแผ่นฟิล์มบางพบว่ามีโครงสร้างทางจุลภาคเป็นแบบเพอร์รอฟสไกต์ซึ่งประกอบไปด้วยอนุภาคของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรกระจายอยู่ทั่วเนื้อของแผ่นฟิล์มบาง ทั้งนี้พบว่าแผ่นฟิล์มบางที่ผ่านการ pre-heating ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส มีอัตราส่วนของเฟสเพอร์รอฟสไกต์สูงที่สุดและยังมีขนาดของอนุภาคขนาดเล็กที่สุดซึ่งคาดว่าเกิดจากพลังงานในการเกิดเฟสของเพอร์รอฟสไกต์มีความเหมาะสมกว่าที่อุณหภูมิอื่น ในกรณีของสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริกพบว่าแผ่นฟิล์มบางซึ่งผ่านการ pre-heating ที่ 400 องศาเซลเซียส

Ferroelectrics belong to the special class of non-centrosymmetric polar dielectrics in which spontaneous polarization of lattice can be switched via the application of an external electric field. In particular, perovskite-type lead titanate-based ferroelectrics became the most prominent candidates for applications in different kinds of modern transducers, sensors and actuators. Particular interest in these materials is driven by their unique dielectric, ferroelectric, pyroelectric and piezoelectric characteristics. The application of these materials in thin film form is even more attractive since it allows direct integration into existent semiconductor technology. The properties of lead-titanate based ferroelectrics are known to strongly depend on the stoichiometry and nature of substituent elements either on Pb (A) or Ti (B) sites. In this respect appropriate doping by different elements offers the possibility to tune materials functional properties.

In the present work, a modified sol-gel method was adopted to fabricate lead titanate thin films on substrate heterostructures Pt/Si/SiO₂/Ti. The structural properties, phase composition and preferentially oriented state of the films were analyzed by means of X-ray diffractometer (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM). The dielectric and ferroelectric properties were investigated in order to reveal the effects of pre-heating temperature on the main characteristics of the films. Fine grained (grain size was found to be in the range of 15-20 nm) homogeneous microstructures were obtained under the conditions optimised in this work.

The ferroelectric thin films have perovskite structures and consist of nanosized PZT powder uniformly dispersed in a PZT matrix. The films were pre-heated at temperatures of 200, 250, 300, 350 and 400 °C for 10 min prior to final heating at 600 °C. The film pre-heated at 400 °C showed the highest perovskite content and the smallest grain size. These results may be explained by the nucleation and the growth of perovskite phase.

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
คำนำ	ก
กิตติกรรมประกาศ	ข
บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	ค
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	ง
สารบัญ	จ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญภาพ	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 ความมุ่งหมายของการศึกษา	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการศึกษา	2
1.4 ขอบเขตของการศึกษา	3
บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ขบวนการโซล-เจล (Sol-Gel Chemistry)	4
2.2 การเกิดโครงสร้างลักษณะต่าง ๆ กันตามรูป อธิบายได้ดังนี้	5
2.3 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer)	7
3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)	10
2.5 หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	11
2.6 สมบัติไพโซอิเล็กทริก (Piezoelectric property)	12
2.7 เฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric)	14
2.8 เพอโรฟสไกต์เฟอร์โรอิเล็กทริก (Perovskite ferroelectric)	18
2.9 การวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเครื่อง Differential Thermal Analysis (DTA)	20
2.10 DTA	21
2.11 ปัจจัยที่มีผลต่อการวิเคราะห์	21

สารบัญ (ต่อ)

เรื่อง	หน้า
2.12 การใช้ประโยชน์ของเครื่อง DTA	23
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	24
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย	24
3.3 การเตรียมผง PZT โดยกระบวนการ sol-gel	25
3.4 กระบวนการเตรียมผง PZT	26
3.5 กระบวนการสร้างแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททาเนต	26
3.6 กระบวนการวิเคราะห์แผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนต	27
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปรายผล	
4.1 ผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนที่เป็นความร้อนด้วยเทคนิค DTA และ TGA ของผงผลึก เลดเซอร์โคเนตไททาเนต	30
4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer: XRD) ของผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต	32
4.3 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาค	33
4.4 ลักษณะเฉพาะของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสและเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	35
4.5 ลักษณะเฉพาะของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียสและเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	38
4.6 ลักษณะเฉพาะของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสและเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	41
4.7 ลักษณะเฉพาะของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียสและเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	44
4.8 ลักษณะเฉพาะของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสและเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	47

สารบัญ (ต่อ)

เรื่อง	หน้า
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	50
5.1 สรุปผลการตรวจสอบผงผสมของสารตั้งต้น	50
5.2 สรุปการตรวจสอบผงผลึกเลดเซอร์โคเนตไททานเนตที่เตรียมได้	50
5.3 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและการกระจายตัวของอนุภาค ของผงผลึก PZT	50
5.4 ผลการวิเคราะห์หีทธิพลของรูปแบบการเผาที่มีต่อ ลักษณะเฉพาะของ แผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต	51
บรรณานุกรม	55
ประวัติผู้วิจัย	60
ภาคผนวก	62
เอกสารประกอบการตีพิมพ์และเผยแพร่	

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
2.1 แสดงตัวอย่างการใช้ DTA ในการงานต่างๆ	23
4.1 แสดงขนาดของอนุภาคที่และการกระจายตัวของผงผลึก PZT	34
5.1 แสดงการเปรียบเทียบขนาดของเกรนของแผ่นฟิล์มบางและค่าความขรุขระของพื้นผิว แผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานेटที่ใช้อุณหภูมิในการ Pre-heat ต่างๆ	53

สารบัญภาพ

ภาพ	หน้า
ภาพ 1 แบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์	8
ภาพ 2 ปฏิกิริยาการเกิดพีซีโอเล็กทริกในวัสดุ (a) แบบตรง (b) แบบผันกลับ	13
ภาพ 3 แสดงการแบ่งกลุ่มพีซีโอเล็กทริกและกลุ่มย่อย	15
ภาพ 4 ความต่างเฟสระหว่างกระแสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (V) ของวัสดุไดอิเล็กทริก (a) กรณีไม่มีการสูญเสียพลังงาน (b) กรณีมีการสูญเสียพลังงาน	17
ภาพ 5 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้าในสารเฟอร์โรอิเล็กทริก	18
ภาพ 6 หน่วยเซลล์แบบเพอโรฟสไกต์ (ABO_3) ของแบเรียมไททานเต	19
ภาพ 7 แสดงวงจรของเครื่อง DTA	20
ภาพ 8 แสดงผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิต่อกราฟ	21
ภาพ 9 แสดงผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาณของตัวอย่างต่อกราฟ	22
ภาพ 10 แผนภูมิขั้นตอนการเตรียมผง PZT	25
ภาพ 11 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Jeol รุ่น JSM 6335F	28
ภาพ 12 แสดง Atomic force Microscopy รุ่น Nanoscope IIIa	28
ภาพ 13 การวิเคราะห์เชิงความร้อนที่เป็นความร้อนด้วยเทคนิค DTA และ TGA ของผง ผลึกเลดเซอร์โคเนตไททานเต	30
ภาพ 14 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผงผลึก PZT โดย การเผาแคลไซน์ ที่ 250, 300, 350, 400, 450, 500, 550, 600 และ 650 องศา เซลเซียส	31
ภาพ 15 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ XRD ของผงผลึก PZT โดยการ เพิ่มปริมาณตะกั่วส่วนเกินที่ 0, 2, 5, 10 และ 15 %/mol	32
ภาพ 16 กราฟขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาคผง PZT เมื่อเติมตะกั่วส่วนเกิน a 0 %/mol b 2 %/mol c 5 %/mol d 10 %/mol และที่ 15 %/mol	33
ภาพ 17 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเต ที่ผ่านการ Pre-heat ที่ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที และเผาที่ 600 องศา เซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที	35

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า
ภาพ 18 แสดงภาพ SEM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททานาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	36
ภาพ 19 แสดงภาพ AFM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททานาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	37
ภาพ 20 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานาเนต ที่ผ่านการ Pre-heat ที่ 250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที และเผาที่ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที	38
ภาพ 21 แสดงภาพ SEM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททานาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	39
ภาพ 22 แสดงภาพ AFM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททานาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	40
ภาพ 23 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานาเนต ที่ผ่านการ Pre-heat ที่ 300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที และเผาที่ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที	41
ภาพ 24 แสดงภาพ SEM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททานาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	42
ภาพ 25 แสดงภาพ AFM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททานาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	43
ภาพ 26 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานาเนต ที่ผ่านการ Pre-heat ที่ 350 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที และเผาที่ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที	44
ภาพ 27 แสดงภาพ SEM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททานาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	45
ภาพ 28 แสดงภาพ AFM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททานาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	46

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า
ภาพ 29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ที่ผ่านการ Pre-heat ที่ 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที และเผาที่ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที	47
ภาพ 30 แสดงภาพ SEM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	48
ภาพ 31 แสดงภาพ AFM ของแผ่นฟิล์มบางของเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ที่ อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	49
ภาพ 32 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ด้วยอุณหภูมิต่างๆ	51
ภาพ 33 แสดงผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มของพีคหลักในแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตที่ Pre-heat ที่อุณหภูมิต่างๆ	52