

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ค
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ฐ
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 ทฤษฎี	5
2.1 สมบัติทางโครงสร้างของสารเซรามิกส์เลดเซอร์โคเนตติทานเต	8
2.2 สมบัติทางไฟฟ้าของสารเซรามิกส์เลดเซอร์โคเนตติทานเต	8
2.2.1 สมบัติไดอิเล็กตริก	9
2.2.2 สมบัติเพียโซอิเล็กตริก	10
2.3 ขบวนการโซล-เจล	13
2.3.1 หลักการทางเคมีของโซล-เจล	13
2.3.2 फिल्मของ PZT ซึ่งเตรียมโดยกระบวนการโซล-เจล	17
2.4 การสร้างฟิล์มบางจากสารซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจล	19
2.5 การหาขนาดของผลึกจากผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในเนื้อสาร	23
บทที่ 3 วิธีการทดลอง	
3.1 การเตรียมสารละลายตั้งต้นของ PZT ด้วยกระบวนการโซล-เจล	29
3.1.1 สารเคมีสำหรับการเตรียมโซล PZT	29
3.1.2 การหาปริมาณของ PbO, ZrO ₂ และ TiO ₂ ในสารตั้งต้น	29
3.1.3 การคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้นเพื่อเตรียมโซลของ PZT	30
3.1.4 ขั้นตอนการผสมสารเพื่อเตรียมโซล PZT	31
3.1.4.1 สารละลายตั้งต้นของ PbO	31
3.1.4.2 สารละลายตั้งต้นของ Zr และ Ti	31
3.1.4.3 สารละลาย PZT	31
3.2 การเตรียมผงแคลไซน์และฟิล์มหนาของ PZT ด้วยกระบวนการโซล-เจล	34
3.2.1 ผงแคลไซน์ PZT	34
3.2.2 फिल्मหนาของ PZT	34

	หน้า
3.3 การวิเคราะห์ปฏิกิริยาความร้อนที่มีผลต่อสมบัติของเจล	37
3.3.1 การวิเคราะห์ด้วย TG (Thermogravimetric)	37
3.3.2 การวิเคราะห์ด้วย DTA (Differential Thermal Analysis)	37
3.4 การวิเคราะห์เฟสและโครงสร้างระดับจุลภาคของผงเจลและฟิล์ม	37
3.4.1 การวิเคราะห์เฟส	37
3.4.2 การวิเคราะห์และหาค่าขนาดผลึก โดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	37
3.4.3 การหาขนาดของผลึกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	41
3.5 การศึกษาค่าทางไฟฟ้าของฟิล์มและแผ่นเซรามิกส์รูปจาน	41
3.6 การหาค่าอัตราส่วน c/a โดยอาศัยข้อมูลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	43
3.7 การหาค่าความเครียด (Strain) ในฟิล์ม โดยอาศัยข้อมูลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ peak (111)	43
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง	45
4.1 ผลการทดลอง	45
4.1.1 ผลการตรวจสอบสารตั้งต้นทั้ง 4 ชนิดด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	45
4.1.2 ผลการวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิที่มีต่อสาร	46
4.1.3 การเปลี่ยนแปลงของเฟสของผงเจล	50
4.1.4 ผลการคำนวณขนาดของผลึก (Crystallite size) ของผงแคลไซต์ PZT ที่อุณหภูมิ 700-1000°C	58
4.2 การเปลี่ยนแปลงของเฟสของฟิล์มเซรามิกส์ PZT ที่ความหนาต่าง ๆ	78
4.2.1 การศึกษาเฟสของฟิล์มเซรามิกส์ PZT ความหนาต่าง ๆ ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	78
4.2.2 ผลการคำนวณขนาดผลึกของฟิล์ม PZT ความหนาต่าง ๆ	81
4.2.3 ภาพถ่าย SEM ของฟิล์มเซรามิกส์ PZT ความหนาต่าง ๆ	82
4.2.4 ผลการคำนวณอัตราส่วน c/a และความเครียด (strain) ทั้ง 3 ชนิดของฟิล์มเซรามิกส์ PZT ความหนาต่าง ๆ	89
4.2.5 ค่าไดอิเล็กตริกของฟิล์มเซรามิกส์ PZT ความหนา 4.50 μm เปรียบเทียบกับ เม็ดเซรามิกส์ PZT ซึ่งเตรียมจากผงแคลไซต์ PZT (52/48) ที่ใช้ Titanium (iv) isopropoxide และ Tetraisopropyl ortotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 อุณหภูมิ 30 °C ในช่วงความถี่ 100 Hz - 20 kHz	92

	หน้า
บทที่ 5 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง	95
5.1.1 เฟสของสาร PZT	95
5.1.2 ขนาดผลึก PZT	95
5.1.3 อัตราส่วน c/a	96
5.1.4 ค่าความเครียด (Strains) ในเนื้อฟิล์ม	96
5.1.5 ค่าไดอิเล็กตริกของสารเซรามิกส์ PZT อัตราส่วน (52/48) ในช่วงความถี่ 100 Hz - 20 kHz.	96
5.2 วิเคราะห์ผลการทดลอง	96
5.3 ข้อเสนอแนะ	97
เอกสารอ้างอิง	99
ภาคผนวก	103
โปรแกรมการคำนวณเพื่อทำ interpolate ข้อมูลสำหรับการคำนวณ หาขนาดของผลึกผงแคลไซต์ โดยใช้วิธี Pseudo-Voigt 5 parameters ในโปรแกรม Sigma Plot 4.0	105
โปรแกรมการคำนวณเพื่อทำ interpolate ข้อมูลสำหรับการคำนวณ หาขนาดของผลึกฟิล์มเซรามิกส์ โดยใช้วิธี Modified Gaussian 5 parameters ในโปรแกรม Sigma Plot 4.0	106
ประวัติการศึกษา	107

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
2.1 แสดงค่าส่วนมีประจุบวก $\delta(M)$ ไอออนของโลหะอัลค็อกไซด์ และลิแกนด์ของอัลค็อกซีและ $\delta(OR)$ ของ Ti และ Zr ในอัลค็อกซิลิเกตชนิดต่าง ๆ	15
2.2 แสดงการกระจายประจุ $\delta(OR)$ ของแบบจำลองประจุบางส่วนในพอลิเมอร์ของไทเทเนียมอัลค็อกไซด์	17
2.3 แสดงการเปรียบเทียบการเตรียม PZT sol ด้วยวิธีการต่าง ๆ	18
2.4 การสลายตัวอุณหภูมิต่าง ๆ และการหาค่าของฟิล์มซิลิเกต	23
3.1 แสดงตัวอย่างการคำนวณโดยใช้ Gaussian's profile วิเคราะห์ข้อมูล	39
4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ฟังก์ชันการสั่นด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	43
4.2 การวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิที่มีต่อสาร (Thermal Analysis)	44
4.3 สรุปผลการคำนวณขนาดผลึก (Crystallite size) ของฟังก์ชัน PZT ที่ใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2	58
4.4 แสดงผลการคำนวณขนาดของผลึกในฟังก์ชัน PZT ที่ใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2 ที่มีอัตราส่วน (Zr/Ti) เป็น (51/49), (52/48) และ (53.5/46.5) ตามลำดับ เปรียบเทียบระหว่างค่าไม่ได้แก้ไขค่า Bread width กับค่าขนาดผลึกที่ได้หลังการแก้ไขค่า Breadth width แล้ว	59
4.5 แสดงผลการคำนวณขนาดของผลึกในฟังก์ชัน PZT ซึ่งใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2 ที่มีอัตราส่วน (Zr/Ti) เป็น (51/49), (52/48) และ (53.5/46.5) ตามลำดับ ที่ได้หลังจากการแก้ไขค่า Breadth width แล้ว กับอัตราส่วน c/a	61
4.6 สรุปผลการคำนวณขนาดผลึกฟังก์ชัน PZT ซึ่งใช้ Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 กับอัตราส่วน c/a	68
4.7 แสดงผลการคำนวณขนาดของผลึกในฟังก์ชัน PZT ซึ่งใช้ Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 ที่มีอัตราส่วน (Zr/Ti) เป็น (51/49), (52/48) และ (53.5/46.5) ตามลำดับ เปรียบเทียบระหว่างค่าที่ยังไม่ได้แก้ไขค่า Breadth width กับค่าขนาดผลึกที่ได้หลังการแก้ไขค่า Breadth width แล้ว	70
4.8 สรุปผลการคำนวณขนาดผลึกของฟังก์ชัน PZT ซึ่ง Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 กับอัตราส่วน c/a	70
4.9 แสดงผลการคำนวณขนาดผลึกของฟิล์ม PZT ที่ความหนาต่าง ๆ	81

4.10 แสดงผลการคำนวณอัตราส่วน c/a และความเครียด (Strain) ของฟิล์มเซรามิกส์ PZT ความหนาต่าง ๆ	89
4.11 แสดงผลการคำนวณอัตราส่วน c/a และความเครียด (Strain) ทั้ง 3 ชนิด ของฟิล์มความหนาต่าง ๆ	91
ผ.1 แสดงค่าไดอิเล็กตริกและค่า Loss tangent เปรียบเทียบกัน ระหว่างเมดสารเซรามิกส์ PZT (52/48) เตรียมจาก Titanium (iv) propoxide, Tetraisopropyl orthotitanate และฟิล์ม PZT ความหนา $4.5\ \mu\text{m}$ ความถี่ช่วง 100 Hz ถึง 20 Hz	

สารบัญภาพประกอบ

รูป	หน้า
2.1 แสดง Phase diagram ของ $\text{PbTiO}_3\text{-PbZrO}_3$	5
2.2 แสดงองค์ประกอบยูนิตเซลล์ของ PZT	6
2.3 แสดงการเกิด P-E Hysteresis loop	8
2.4 แสดงการเกิด Butterfly loop	10
2.5 แสดงโครงสร้างของโลหะอินทรีย์แบบต่าง ๆ ในสารละลาย และการเกิดโครงสร้างแบบตะขำ ในลักษณะต่างกัน	13
2.6 แสดงลักษณะของลิแกนด์คาร์บอกซีเลตที่เชื่อมกับอะตอมโลหะในลักษณะต่าง ๆ	16
2.7 แสดงการเกิดไฮโดรไลซิสในสายของพอลิเมอร์ที่ตำแหน่งต่าง ๆ	17
2.8 ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบาง	20
2.9 แสดงผลจากสปีชีส์ตั้งต้นของพอลิเมอร์ ซึ่งมีผลต่อโครงสร้างของเจล	20
2.10 แสดงผลของแรงดันแคปปิลลารี	21
2.11 แสดงผลรวมของ Line profile ที่เกิดจาก $K_{\alpha 1}$ และ $K_{\alpha 2}$ โลหะเป้าหมายแดง	25
2.12 แสดงการแก้ไขผลการรบกวน Broadening จากดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ซึ่งมีผลกระทบต่อค่า Breadth width ที่ใช้ในการคำนวณ ภายใต้เงื่อนไข High resolution	26
3.1 แสดงแผนผังการเตรียมสารละลาย PZT ด้วยกระบวนการของโซล-เจล	33
3.2 แสดงโครงสร้างของแผ่นซับสเตรท	34
3.3 แผนผังการสร้างฟิล์ม PZT	36
3.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $2\theta + \Delta 2\theta$ และ $I_f(\alpha_1)$ ตามผลการคำนวณ ในตารางที่ 3.1	40
3.5 แผนผังและรูปสรุปขั้นตอนการทำขั้วอิเล็กโตรดบนแผ่นฟิล์ม PZT	42
4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ผงเจล $\text{Pb}_{1.1}(\text{Zr}_{0.51}\text{Ti}_{0.49})\text{O}_3$ ด้วย DTA เมื่อใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2	47
4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ผงเจล $\text{Pb}_{1.1}(\text{Zr}_{0.51}\text{Ti}_{0.49})\text{O}_3$ ด้วย TGA เมื่อใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2	47
4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ผงเจล $\text{Pb}_{1.1}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ด้วย DTA เมื่อใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2	48
4.4 แสดงผลการวิเคราะห์ผงเจล $\text{Pb}_{1.1}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ด้วย TGA เมื่อใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2	48

รูป	หน้า
4.5 แสดงผลการวิเคราะห์ผงเจล $Pb_{1.1}(Zr_{0.535}Ti_{0.465})O_3$ ด้วย DTA เมื่อใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2	49
4.6 แสดงผลการวิเคราะห์ผงเจล $Pb_{1.1}(Zr_{0.535}Ti_{0.465})O_3$ ด้วย TGA เมื่อใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2	49
4.7 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของผงเจลแคลไซน์ $Pb_{1.1}(Zr_{0.51}Ti_{0.49})O_3$ ซึ่งใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2 ที่ 700-1000°C	51
4.8 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของผงเจลแคลไซน์ $Pb_{1.1}(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ซึ่งใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2 ที่ 700-1000°C	52
4.9 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของผงเจลแคลไซน์ $Pb_{1.1}(Zr_{0.535}Ti_{0.465})O_3$ ซึ่งใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2 ที่ 700-1000°C	53
4.10 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของผงเจลแคลไซน์ $Pb_{1.1}(Zr_{0.51}Ti_{0.49})O_3$ ซึ่งใช้ Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 ที่ 700-1000°C	55
4.11 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของผงเจลแคลไซน์ $Pb_{1.1}(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ซึ่งใช้ Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 ที่ 700-1000°C	56
4.12 ผลการเปลี่ยนแปลงเฟสของผงเจลแคลไซน์ $Pb_{1.1}(Zr_{0.535}Ti_{0.465})O_3$ ซึ่งใช้ Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 ที่ 700-1000°C	57
4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและขนาดของผลึก PZT ที่ใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็น ตัวให้ TiO_2	60
4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของผลึกที่แก้ไขค่า Breadth width เรียบร้อยแล้ว และอัตราส่วน c/a	61
4.15 (a)-(d) ภาพถ่ายแสดงลักษณะผงเจลแคลไซน์ PZT เมื่อใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2 ของ $Pb_{1.1}(Zr_{0.51}Ti_{0.49})O_3$	62
4.16 (a)-(d) ภาพถ่ายแสดงลักษณะผงเจลแคลไซน์ PZT เมื่อใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2 ของ $Pb_{1.1}(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$	64
4.17 (a)-(d) ภาพถ่ายแสดงลักษณะผงเจลแคลไซน์ PZT เมื่อใช้ Titanium (iv) isopropoxide เป็นตัวให้ TiO_2 ของ $Pb_{1.1}(Zr_{0.535}Ti_{0.465})O_3$	66
4.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและขนาดของผลึก PZT ที่ใช้ Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 และผ่านการแก้ไขค่า Breadth width เรียบร้อยแล้ว	69

รูป	หน้า
4.19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและขนาดของผลึก ทั้งที่ยังไม่แก้ไขค่า breadth width กับค่าอัตราส่วน c/a	71
4.20 (a)-(d) ภาพถ่ายแสดงลักษณะผงเจลดแคลไซน์ PZT เมื่อใช้ Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 ของ $\text{Pb}_{1.1}(\text{Zr}_{0.51}\text{Ti}_{0.49})\text{O}_3$	72
4.21 (a)-(d) ภาพถ่ายแสดงลักษณะผงเจลดแคลไซน์ PZT เมื่อใช้ Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 ของ $\text{Pb}_{1.1}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$	74
4.22 (a)-(d) ภาพถ่ายแสดงลักษณะผงเจลดแคลไซน์ PZT เมื่อใช้ Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวให้ TiO_2 ของ $\text{Pb}_{1.1}(\text{Zr}_{0.535}\text{Ti}_{0.465})\text{O}_3$	76
4.23 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่เกิดขึ้นในแผ่นซิลิกอนเปล่า	78
4.24 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่เกิดขึ้นในแผ่น $\text{Si/SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{Au}$	78
4.25 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่จำนวนชั้นต่าง ๆ	80
4.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนการเคลือบและความหนาของฟิล์ม	81
4.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์ม PZT และขนาดผลึก	82
4.28 แสดงภาพถ่าย SEM ด้านข้างของฟิล์ม PZT 1 ชั้นความหนา $4.50 \mu\text{m}$	83
4.29 แสดงภาพถ่าย SEM ผิวบนของฟิล์ม PZT 1 ชั้นความหนา $4.50 \mu\text{m}$	83
4.30 แสดงภาพถ่าย SEM ด้านข้างของฟิล์ม PZT 4 ชั้นความหนา $11.30 \mu\text{m}$	84
4.31 แสดงภาพถ่าย SEM ผิวบนของฟิล์ม PZT 4 ชั้นความหนา $11.30 \mu\text{m}$	84
4.32 แสดงภาพถ่าย SEM ด้านข้างของฟิล์ม PZT 6 ชั้นความหนา $13.33 \mu\text{m}$	85
4.33 แสดงภาพถ่าย SEM ผิวบนของฟิล์ม PZT 6 ชั้นความหนา $13.33 \mu\text{m}$	85
4.34 แสดงภาพถ่าย SEM ด้านข้างของฟิล์ม PZT 10 ชั้นความหนา $20.50 \mu\text{m}$	86
4.35 แสดงภาพถ่าย SEM ผิวบนของฟิล์ม PZT 10 ชั้นความหนา $20.50 \mu\text{m}$	86
4.36 แสดงภาพถ่าย SEM ด้านข้างของฟิล์ม PZT 16 ชั้นความหนา $25.33 \mu\text{m}$	87
4.37 แสดงภาพถ่าย SEM ผิวบนของฟิล์ม PZT 16 ชั้นความหนา $25.33 \mu\text{m}$	87
4.38 แสดงภาพถ่าย SEM ด้านข้างของฟิล์ม PZT 20 ชั้นความหนา $26.75 \mu\text{m}$	88
4.39 แสดงภาพถ่าย SEM ผิวบนของฟิล์ม PZT 20 ชั้นความหนา $26.75 \mu\text{m}$	88
4.40 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าอัตราส่วน c/a และ Lattice distortion strain	90
4.41 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าอัตราส่วน c/a และ Lattice softening strain	90
4.42 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าอัตราส่วน c/a และ Microstrain	91
4.43 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของผลึก และค่า c/a ของฟิล์มความหนาต่าง ๆ	92

รูป	หน้า
4.44 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าไดอิเล็กตริกกับความถี่ของฟิล์มเซรามิกส์ และเม็ดเซรามิกส์ PZT ที่เตรียมจาก Titanium (iv) isopropoxide และ Tetraisopropyl orthotitanate อัตราส่วน (Zr/Ti) เป็น (52/48)	93
4.45 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\tan \delta$ กับความถี่ของฟิล์มเซรามิกส์ และเม็ดเซรามิกส์ PZT ที่เตรียมจาก Titanium (iv) isopropoxide และ Tetraisopropyl orthotitanate อัตราส่วน (Zr/Ti) เป็น (52/48)	94