กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สำเร็จได้ด้วยดี ขอกราบขอบพระคุณ คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ทุนอุดหนุนในการศึกษาและทำวิจัย

โครงการวิจันนี้สำเร็จได้ด้วยความกรุณาของ ผศ.ดร สุรศักดิ์ เนียมเจริญ และ ผศ.ดร.นราทิป วิทยากร ที่ให้คำแนะนำและช่วยแก้ปัญหาตลอดจนให้ความรู้ที่มีคุณค่า

ขอขอบคุณนักศึกษาปริญญาโทที่คอยช่วยเหลือ

ขอขอบคุณนางสาวศุภมาส วิรุญจิตร ภาควิชาเคมี สจล. ที่ให้ความอนุเคราะห์ ในการวัดวงวนฮีสเทอรีซิส จากชุดทดสอบ Terk 609E-6

.....

(นายรังสรรค์ เมืองเหลือ)

การประดิษฐ์และวัดฮีสเทอรีซิสของ PZ-PNN วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิก

บทคัดย่อ

ในปริญญานิพนธ์นี้ได้ทำการศึกษาเตรียมเซรามิกระบบ (1-x)PZ – (x)PNN ที่ x = 0.5 ซึ่งทำการศึกษาโครงสร้างของเซรามิก PZ-PNN ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ซึ่งมีโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ที่มีความบริสุทธิ์ โดยมีการเปลี่ยนโครงสร้างจากรอมโบฮีดรอลไปเป็นโครงสร้างแบบคิวบิกเสมือน จากนั้นศึกษาสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กทริกโดยวัดจากวงจรซอว์เยอร์-ทาวเวอร์ที่จัดทำขึ้นและทำการสังเกตวงวนฮีสเทอรีซีสนั้นได้ทำการทดสอบปัจจัยต่างๆที่มีผลต่อวงวนฮีสเทอรีซิส ได้แก่ แรงดัน ตัวเก็บประจุ ความถี่ และลักษณะของสัญญาณ สำหรับค่าตัวเก็บประจุที่เหมาะสมที่สุด มีค่าเท่ากับ 0.668 μF ซึ่งค่าที่ตัวเก็บประจุดังกล่าว เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับค่าโพลาไรเซชันที่วัดด้วยชุดทดสอบ Trek 609E-6 ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างประมาณ 2.32 % สำหรับสัญญาณอินพุทนั้นเป็นปัจจัยหนึ่งที่ทำให้ลักษณะวงวนฮีสเทอรีซิสเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งสัญญาณอินพุทที่เหมาะสมที่สุดเป็นสัญญาณรูปไซน์

Fabrication and Hysteresis Measurement of PZ-PNN Ceramic Ferroelectric Material

Abstract

This thesis presents the preparation of (1-x)PZ-xPNN ceramic system at x=0.5. This study also investigated PZ-PNN ceramic structure which has pure perovskite structure by using XRD (x-ray diffraction technique). This perovskite structure others from Rhombohedral to Pseudocubic structure. The thesis , then, studied ferroelectric characteristic by measuring from Sawyer-Tower circuit and examined the factors affecting to hysteresis loop including, voltage, capacitor, frequency and shape of signal. The capacitor is most suitable at 0.668 μF. When compared the polarization value with Trek 609 E-6 measurement, there is the difference around 2.32 %. It is also stated that input signal is one of factor that changes the hysteresis shape. The input signal is suitable at sine wave.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	I
บทคัดย่อภาษาไทย	II
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VI
สารบัญรูปภาพ	VII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมา	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
1.3 ขอบเขตของการศึกษา	2
1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	2
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.6 รายละเอียดของรายงาน	3
บทที่ 2 ทฤษฎี	4
2.1 วัสดุเพียโซอิเล็กทริก	4
2.2 ผลึกเฟอร์โรอิเล็กทริกที่มีโครงสร้างเป็นเพอรอฟสไกต์	7
2.2.1 โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ในอุดมคติ	7
2.2.2 โครงสร้างเพอรอฟสไกต์เชิงซ้อน	7
2.3 วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก	11
2.3.1 เฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ	11
2.3.1.1 การเกิดโพลาไรเซชันได้เองและปรากฏการณ์ไพโรอิเล็กทริก	11
2.3.1.2 อุณหภูมิและการเปลี่ยนเฟส	13
2.3.1.3 เฟอร์โรอิเล็กทริกโดเมนและวงวนฮีสเทอรีซีส	14
2.3.2 แอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก	16
2.3.2.1 การเกิดโพลาไรเซชันได้เองและปรากฏการณ์ไพโรอิเล็กทริก	16

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.3.2.2 อุณหภูมิคูรีและการเปลี่ยนเฟส 16
2.3.2.3 เฟอร์โรอิเล็กทริกโดเมนและวงวนฮีสเทอรีซีส 17
2.3.3 รีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก 19
2.3.3.1 การเกิดโพลาไรเซชันได้เองและปรากฏการณ์ไพโรอิเล็กทริก 19
2.3.3.2 อุณหภูมิคูรีและการเปลี่ยนเฟส 20
2.3.2.3 เฟอร์โรอิเล็กทริกโดเมนและวงวนฮิสเทอรีซีส 22
2.4 เลดนิกเกิลไนโอเบต – เลอเซอร์โคเนต ($Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O_3$-$PbZrO_3$, PNN-PZ) 25
2.5 การวัดเฟอร์โรอิเล็กทริกฮิสเทอรีซีส โดยใช้วงจรซอว์เยอร์ – ทาวเวอร์ 29
2.5.1 ตัวเก็บประจุชนิดเฟอร์โรอิเล็กทริก 29
2.5.2 ความเป็นมา และวงจรวัดวงวนฮีสเทอรีซีสแบบซอว์เยอร์ – ทาวเวอร์ 31

บทที่ 3 การเตรียมชิ้นงานของเซรามิก 35
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง 35
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง 36
3.3 กระบวนการเตรียมผง 37
3.3.1 การเตรียมนิกเกิลไนโอเบต ($NiNb_2O_6$) 37
3.3.2 การเตรียมผงในระบบเลดเซอร์โคเนต-เลดนิกเกิลไนโอเบต (PZ-PNN) 39
3.4 กระบวนการเตรียมเซรามิก 40
3.5 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) 43
3.6 การตรวจสอบสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กทริก 46

บทที่ 4 ระบบเครื่องวัดวงวนฮีสเทอรีซิสที่ควบคุมด้วยโปรแกรม LabVIEW 47
4.1 ระบบเครื่องมือวัด 47

บทที่ 5 ผลการทดลอง 56
5.1 ระบบเครื่องมือวัด 56
5.2 ผลการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผง PC-ZNN 57

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

5.3 ผลการตรวจสอบหม้อแปลง 58

5.4 ผลการทดสอบวงวนฮีสเทอรีซีสจากเครื่อง Trek 609E-6 60

5.5 ผลการทดสอบแรงดันต่อวงวนฮีสเทอรีซีส 61

5.6 ผลการทดสอบค่าตัวเก็บประจุต่อวงวนฮีสเทอรีซีส 63

5.7 ผลการทดสอบค่าความถี่ที่มีผลต่อวงวนฮีสเทอรีซีส 64

5.8 ผลการทดสอบลักษณะของสัญญาณที่มีผลต่อวงวนฮีสเทอรีซีส 65

บทที่ 6 สรุปผลการทดลอง 67

บรรณานุกรม 68

ภาคผนวก 69

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	ข้อแตกต่างระหว่างสมบัติของสารเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ แอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก และรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก	24
5.1	เปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าโพลาไรเซชันเมื่อเปรียบเทียบกับกราฟที่วัดได้จากชุดทดลอง Trek 609E-6 ที่สนามไฟฟ้า 15 kV/cm	64

สารบัญรูปภาพ

รูปที่		หน้า
2.1	(ก) ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกโดยตรง	4
2.1	(ข) ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกโดยอ้อม	4
2.2	ทิศทางของโพลาไรเซชันเมื่อมีการให้สนามไฟฟ้าและความเค้นแก่วัสดุเพียโซอิเล็กทริก	6
2.3	แผนผังแสดงการแบ่งกลุ่มของผลึกโดยการใช้พื้นฐานสมมาตรของผลึก	8
2.4	โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ในอุดมคติ โดยไอออนบวก B ซึ่งมีขนาดเล็กจะอยู่ในช่องว่างทรงแปดหน้าของไอออนออกซิเจน และไอออนบวก A ซึ่งมีขนาดใหญ่จะอยู่ที่มุมทั้งแปดของหน่วยเซลล์	9
2.5	โครงสร้างเพอรอฟสไกต์เชิงซ้อนที่มีไอออนที่ตำแหน่ง B หลายชนิด	9
2.6	(ก) ภาพตัดขวางของหน่วยเซลล์เพอรอฟสไกต์ในอุดมคติ (ABO_3) ในระนาบ (100)	10
2.6	(ข) ภาพตัดขวางของหน่วยเซลล์เพอรอฟสไกต์ในอุดมคติ (ABO_3) ในระนาบ (200)	10
2.7	กราฟแสดงความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่มีผลต่อปริมาณการเกิดโพลาไรเซชันของผลึก $BaTiO_3$	12
2.8	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสถาพยอมสัมพัทธ์ (ε_r) กับอุณหภูมิของผลึกแบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$)	13
2.9	ลักษณะโดเมนของผลึกเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ	14
2.10	ลักษณะวงวนฮีสเทอรีซีสของสารเฟอร์โรอิเล็กทริก (ลูกศรแสดงทิศทางโพลาไรเซชันในแต่ละโดเมน)	15
2.11	ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของผลึก PZ เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง	16
2.12	ลักษณะโดเมนของผลึกแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก	17
2.13	ความสัมพันธ์ระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้า (P-E hysteresis) ของผลึกแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก	18
2.14	การเปลี่ยนแปลงของค่าโพลาไรเซชันเทียบอุณหภูมิของรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกและเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ	19
2.15	การเปลี่ยนแปลงค่าสภาพยอมสัมพัทธ์เมื่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของสาร PMN	20

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่		หน้า
2.16	การเปลี่ยนแปลงของค่าโพลาไรเซชันและค่าสภาพยอมสัมพัทธ์เทียบอุณหภูมิของรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก	21
2.17	นาโนโดเมนบนผิวผลึกรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริกของ PZN-PZT	22
2.18	ลักษณะวงวนฮีสเทอรีซีสของรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก	23
2.19	ลักษณะวงวนฮีสเทอรีซิสของเฟอร์โรอิเล็กทริกแบบปกติ แอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกและรีแลกเซอร์เฟอร์โรอิเล็กทริก เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ	25
2.20	ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเมื่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของ 0.5PMN-0.5PZ	26
2.21	เฟสไดอะแกรมแสดงการเปลี่ยนเฟสและเฟสรอยต่อที่เหมาะสม MPB ของสาร PNN-PT-PZ	27
2.22	กราฟฮีสเทอรีซิสของฟิล์ม PNN-PZT	28
2.23	ความสัมพันธ์ระหว่างประจุไฟฟ้าและแรงดันไฟฟ้าของตัวเก็บประจุแบบเชิงเส้น	30
2.24	วงวนฮีสเทอรีซิสที่ได้จากตัวเก็บประจุชนิดเฟอร์โรอิเล็กทริก	30
2.25	วงจรไฟฟ้าซอว์เยอร์-ทาวเวอร์ในยุคแรก	31
2.26	วงจรซอว์เยอร์-ทาวเวอร์ที่ใช้ตัวเก็บประจุแบบเชิงเส้น (C_0) ในการค่าประจุไฟฟ้าของตัวเก็บประจุชนิดเฟอร์โรอิเล็กทริก (C_S)	32
2.27	วงจรซอว์เยอร์-ทาวเวอร์ที่ใช้ในการทดลอง เมื่อแรงดัน V_S มีค่าสูงมาก โดยที่ $V_X = V_{R2}$ และ $V_Y = V_{C0}$	34
3.1	เครื่องบดย่อยผสมสารแบบการบดย่อยด้วยเม็ดบด	38
3.2	เตาไฟฟ้าสำหรับเผาสาร	38
3.3	แผนภาพแสดงกระบวนการบดย่อยผสมและเผาแคลไซน์ (MCP)	39
3.4	แผนผังแสดงการแคลไซน์ (โดย T_C คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์)	40
3.5	การจัดเรียงชิ้นในถ้วยอลูมินาสำหรับการเผาซินเตอร์	41
3.6	แผนผังกระบวนการเตรียมเซรามิก	42
3.7	แผนผังแสดงการเผาซินเตอร์ (โดย TS คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ และ h คือ ระยะเวลาที่ใช้ในการเผา)	43
3.8	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม	44
3.9	เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D 8 Advane	45

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.10 ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	45
3.11 หลักการทำงานของอุปกรณ์วัดสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก	46
4.1 แผนภาพการทำงานของระบบเครื่องมือวัดวงวนฮีสเทอรีซิส โดยใช้วงจรซอว์เยอร์-ทาวเวอร์ DUT คือ device under test หรือตัวอย่างชิ้นงานที่ใช้ในการทดลอง	47
4.2 ภาพถ่ายของชุดระบบเครื่องมือวัดวงวนฮีสเทอรีซีส	48
4.3 โปรแกรม LabVIEW รุ่น 8.5 เมื่อเริ่มสั่งให้โปรแกรมทำงาน	49
4.4 หน้าต่างของ front panel และ block diagram ก่อนที่จะเริ่มต้น เขียนโปรแกรมควบคุมการทำงาน	50
4.5 ตัวอย่างส่วนประกอบต่างๆ ของ icon และ connector ที่จะนำ มาเขียนโปรแกรมควบคุมการทำงาน	50
4.6 แผนภาพการคำนวณหาค่าโพลาไรเซชัน และสนามไฟฟ้า เพื่อให้เครื่องคอมพิวเตอร์แสดงผล และเก็บข้อมูลของวงวนฮีสเทอรีซีส	51
4.7 โฟลชาร์ทการทำงานทั้งหมดของโปรแกรมสำหรับวัดวงวนฮีสเทอรีซีส	52
4.8 ส่วนประกอบภายใน block diagram ที่แสดงการใส่ข้อมูลและ การเชื่อมต่อกับ digital oscilloscope ผ่าน GPIB interface	53
4.9 ส่วนประกอบภายใน block diagram ที่แสดงส่วนการคำนวณ amplitude	54
4.10 ส่วนประกอบภายใน block diagram ที่แสดงส่วนการพล็อต XY-กราฟ	54
4.11 ส่วนประกอบภายใน block diagram ที่แสดงส่วนการคำนวณโพลาไรเซชัน และสนามไฟฟ้า	55
4.12 Front panel แสดงส่วนการป้อนข้อมูล, การแสดงผลของแรงดันไฟฟ้า และวงวนฮีสเทอรีซีส	55
5.1 แผนภาพการทำงานของระบบเครื่องมือวัดวงวนฮีสเทอรีซีส โดยใช้วงจรซอว์เยอร์-ทาวเวอร์ DUT คือ device under test หรือตัวอย่างชิ้นงานที่ใช้ในการทดลอง	56
5.2 แสดงรูปการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงในระบบ (1-*x*)PZ-*x*PNN	57
5.3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างแรงดันไฟฟ้าขาเข้าและแรงดันไฟฟ้าขาออกของหม้อแปลง	59
5.4 วงวนฮีสเทอรีซีสที่วัดได้จากเครื่อง Trek 609E-6	60

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
5.5 กราฟวงวนฮีสเทอรีซีสที่ได้จาก Oscilloscope	61
5.6 กราฟลักษณะวงวนที่เป็นผลมาจากสนามไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น	62
5.7 กราฟเปรียบเทียบผลของค่าตัวเก็บประจุต่อลักษณะวงวนฮีสเทอรีซีส	63
5.8 กราฟเปรียบเทียบผลของความถี่ต่อลักษณะวงวนฮีสเทอรีซีส	65
5.9 กราฟเปรียบเทียบผลของลักษณะสัญญาณต่อลักษณะวงวนฮีสเทอรีซีส	66