

การเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานेटโดย
กระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟรีติก

PREPARATION OF LEAD ZIRCONATE TITANATE THIN FILMS
BY ELECTROPHORETIC DEPOSITION



เนตรชนก ยงค์ประเดิม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ปีการศึกษา 2559

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

การเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานेटโดย
กระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติก

เนตรชนก ยงค์ประเดิม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

คณะวิศวกรรมศาสตร์

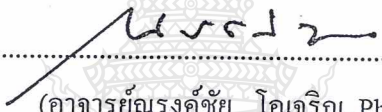
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี


ปีการศึกษา 2559

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

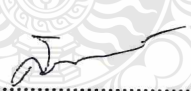
หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตโดยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก Preparation of Lead Zirconate Titanate Thin Films by Electrophoretic Deposition
ชื่อ - นามสกุล	นางสาวเนตรชนก ยงค์ประเดิม
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์สรพงษ์ ภาสุปรีช์, Ph.D.
ปีการศึกษา	2559

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

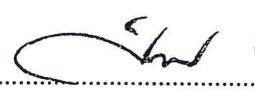

..... ประธานกรรมการ
(อาจารย์ณรงค์ชัย โอเจริญ, Ph.D.)


..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์อภิรัตน์ เล่าห์บุตร, ปร.ค.)

สุนทรมาลี เนียมกลาง
..... กรรมการ
(อาจารย์สุนทรมาลี เนียมกลาง, ปร.ค.)


..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์สรพงษ์ ภาสุปรีช์, Ph.D.)

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี อนุมัติวิทยานิพนธ์ฉบับนี้
เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต


..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ศิวกร อ่างทอง, Ph.D.)

วันที่ 17 เดือน พฤษภาคม พ.ศ. 2560

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานेटโดยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟริติก
ชื่อ-นามสกุล	นางสาวเนตรชนก ยงค์ประเดิม
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์สรพงษ์ ภาสุปรีดิ์, Ph.D.
ปีการศึกษา	2559

บทคัดย่อ

เลดเซอร์โคเนตไททานेट(PZT) เป็นเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่ใช้ในเครื่องมือต่างๆ เช่น เครื่องโซนาร์ หม้อแปลงไฟฟ้าเพียโซอิเล็กทริก และ เซ็นเซอร์ตรวจวัดความดัน ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานेटบนฐานรองแพลทินัมโดยวิธีการตกสะสมอิเล็กโทรโฟริติก ซึ่งเป็นกระบวนการที่ง่ายต่อการเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานेट อุปกรณ์ที่ใช้ไม่ยุ่งยากซับซ้อนรวมถึงมีค่าใช้จ่ายที่ไม่สูง

การเตรียมฟิล์มบางใช้วิธีการตกสะสมอิเล็กโทรโฟริติกบนฐานรองแพลทินัมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร จะทำการเตรียมด้วยการให้สนามไฟฟ้าระหว่างขั้วไฟฟ้าในช่วง 50, 100 และ 200 โวลต์ และเวลาในการสะสม 4, 6, 8 และ 10 นาที จากนั้นนำฟิล์มไปเผาผนึกที่ 1250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นทำการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มที่เตรียมได้ทางกายภาพและสมบัติไดอิเล็กทริกและทางไฟฟ้าอื่นๆ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD) เครื่อง Piezo d - meter Model CADT และ เครื่อง Impedance analyzer

ผลที่ได้จากการศึกษาพบว่า ความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มสนามไฟฟ้าและเวลาในการสะสม แต่ที่สนามไฟฟ้าสูงขึ้นจะมีความหนาแน่นต่ำ ปริมาณของฟอสเฟตเอสเทอร์ที่เหมาะสมและทำให้เนื้อฟิล์มมีความสม่ำเสมอคือ ร้อยละ 0.65 โดยน้ำหนัก ให้สนามไฟฟ้าระหว่างขั้วไฟฟ้า 100 โวลต์ นาน 4 นาที จากนั้นศึกษาสมบัติเพียโซอิเล็กทริกของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานेट ที่ได้หลังจากเผาผนึก พบว่าฟิล์มมีความหนา ≈ 0.5 มิลลิเมตร ความหนาแน่นหลังเผาซินเตอร์ริง มีค่าเท่ากับ 7.84 g/cm^3 มีค่าความถี่รีโซแนนซ์อยู่ในช่วง 1500 - 1700 kHz และ ค่า d_{33} , k_p , Q_m เท่ากับ 259 pC/N, 0.62, 540 ตามลำดับ

คำสำคัญ: เลดเซอร์โคเนตไททานेट สมบัติทางเคมี เพียโซอิเล็กทริก อิเล็กโทรโฟริติก ฟิล์มบาง

Thesis Title	Preparation of Lead Zirconate Titanate Thin Films by Electrophoretic Deposition
Name-Surname	Miss Nestchanok Yongpradern
Program	Materials Engineering
Thesis Adviser	Assistance Professor Sorapong Pavasupree, Ph.D.
Academic Year	2016

ABSTRACT

Lead zirconate titanate (PZT) is a ferroelectric ceramic used in many advanced applications such as sonar, piezo transformer and pressure sensors. This study was conducted to prepare lead zirconate titanate (PZT) thin film on platinum substrate by electrophoretic deposition (EPD). The EPD was used due to its fairly rapid low cost process.

The preparation of PZT films was done on a 10-millimeter-diameter platinum substrate by the EPD. The electric fields were applied between two electrodes in the range of 50, 100 and 200 volts for the deposition times at 4, 6, 8 and 10 minutes. After that, the PZT films were sintered at 1250°C for 2 hours. The films were then characterized in terms of physical, microstructure, dielectric and piezoelectric properties by the Scanning Electron Microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD), Piezoe d-meter Model CADT, and Impedance analyzer.

The results showed that the thickness of the PZT films increased with an increase of electric fields and deposition times. However, the higher the electric field, the lower the density of the films. The appropriate amount of phosphate esters that resulted in smooth and even films with 100-volt electric field lasting for 4 minutes was 0.65% by weight. For their piezoelectric properties after being sintered, it was found that the thickness of films was approximately 0.5 millimeter with the density of 7.84 g/cm³. The films also responded to the resonance frequencies between 1500 and 1700 kHz, and its d_{33} , k_p , Q_m values were 259 pC/N, 0.62, 540 respectively.

Keywords: lead zirconate titanate, chemical properties, piezoelectric, electrophoretic deposition, thin films



กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยความช่วยเหลือเป็นอย่างดีของผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สรพงษ์ ภาวสุปรีย์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ดร.ณรงค์ชัย โอเจริญ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ดร.สุมนมาลย์ เนียมกลาง กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และรองศาสตราจารย์ ดร.อภิรัตน์ เล่าห์บุตรี อาจารย์ผู้ทรงคุณวุฒิ ที่กรุณาให้คำแนะนำและให้คำปรึกษาตลอดจนให้ความช่วยเหลือแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ เพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้มีความสมบูรณ์ ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณความอนุเคราะห์ด้านวัสดุ เครื่องมือในการทำวิจัย และเครื่องมือวิเคราะห์จากสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ขอขอบคุณ คุณเฉลิมชัย จีระพันธ์ุ ที่ให้แนวคิดในการริเริ่ม รวมถึงคำแนะนำและข้อมูลที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่องานวิจัย และคุณแสงเดือน ดวงดาว ที่ให้การสนับสนุนและให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์ต่องานวิจัยเสมอมา และพนักงานในศูนย์เชี่ยวชาญนวัตกรรมวัสดุ (ศนว.) ทุกท่าน

ขอขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และพี่น้องที่คอยให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษาและเป็นกำลังใจให้สามารถผ่านพ้นอุปสรรคจนประสบผลสำเร็จ และอาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ และโลหการที่ได้มอบความรู้แก่ข้าพเจ้า เพื่อนและพี่น้องภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการสำหรับความช่วยเหลือในการทำวิจัยและกำลังใจที่มีให้ รวมถึงผู้ที่ไม่ได้กล่าวนามมา ณ ที่นี้ด้วย สำหรับคุณความดีอันเกิดจากงานวิจัยฉบับนี้ผู้วิจัยขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่าน

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่างานวิจัยฉบับนี้จะเป็นประโยชน์สำหรับผู้ที่สนใจ หากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ขาดตกบกพร่อง หรือไม่สมบูรณ์ประการใด ผู้วิจัยขอกราบขออภัยมา ณ โอกาสนี้ด้วย

เนตรชนก ยงค์ประเดิม

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	(3)
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	(4)
กิตติกรรมประกาศ.....	(5)
สารบัญ.....	(6)
สารบัญตาราง.....	(8)
สารบัญรูป.....	(9)
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ.....	(11)
บทที่ 1 บทนำ.....	12
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	12
1.2 วัตถุประสงค์.....	13
1.3 ขอบเขตโครงการวิจัย.....	14
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	14
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	15
2.1 ข้อมูลเบื้องต้นของวัสดุเพียโซอิเล็กทริก.....	15
2.2 फिल्मบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต.....	19
2.3 ข้อมูลเบื้องต้นของกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟริติก.....	19
2.4 ตัวทำลาย.....	22
2.5 ตัวประสาน.....	22
2.6 การกระจายตัวของอนุภาคเซรามิกในสารแขวนลอย.....	24
2.7 เทคนิคซีต้าโพเทนเชียล.....	26
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	28
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	33
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมี.....	33
3.2 อุปกรณ์การทดลองและวิธีการใช้งาน.....	33

สารบัญ(ต่อ)

3.3	วิธีการทดลอง.....	35
3.4	การทดสอบวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานต.....	43
บทที่ 4	ผลการดำเนินงานและวิเคราะห์.....	49
4.1	ผลการทดสอบวิเคราะห์ผงเลดเซอร์โคเนตไททานต.....	49
4.2	ผลการเติมปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์ต่อสมบัติของสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานตในเอทานอล.....	52
4.3	ผลการเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานต.....	59
4.4	ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานตที่เตรียมด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติก.....	62
4.5	การทดสอบวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานต.....	64
4.6	ผลการทดสอบวิเคราะห์ลักษณะจุลโครงสร้าง.....	65
4.7	ผลการทดสอบวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเพียโซอิเล็กทริก.....	67
บทที่ 5	สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	69
5.1	สรุปผลการทดลอง.....	69
5.2	ข้อเสนอแนะ.....	70
บรรณานุกรม.....		71
ภาคผนวก.....		74
	ภาคผนวก ก.ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่.....	75
ประวัติผู้เขียน.....		104

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 Data Sheet PZT (JA-1, JK Precision Electric, Korea).....	16
ตารางที่ 2.2 แสดงสมบัติของด้านความหนืดของตัวประสานแต่ละชนิดที่นิยมใช้สำหรับการเตรียมสารแขวนลอย.....	23
ตารางที่ 2.3 สรุปผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องของกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโพสิติก.....	31
ตารางที่ 4.1 ค่า 2 theta และ h k l d ของ $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$	50
ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบปริมาณการเติมสารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเอสเทอร์ ต่อค่าศักย์ซีต้าและความสูงของตะกอน.....	55
ตารางที่ 4.3 ผลการทดสอบสมบัติทางกายภาพ फिल्मบางที่แรงดันไฟฟ้า 50, 100 และ 200 โวลต์ ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส.....	60
ตารางที่ 4.4 ผลการทดสอบสมบัติทางกายภาพ फिल्मบางที่แรงดันไฟฟ้า 100 โวลต์ ที่อุณหภูมิ 1100 และ 1250 องศาเซลเซียส.....	61
ตารางที่ 4.5 ผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า फिल्मบางที่แรงดันไฟฟ้า 50, 100 และ 200 โวลต์ ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส.....	67
ตารางที่ 4.6 ผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า फिल्मบางที่แรงดันไฟฟ้า 100 โวลต์ ที่อุณหภูมิ 1100 และ 1250 องศาเซลเซียส.....	68



สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 สมบัติเพียโซอิเล็กทริกแบบทางตรง.....	17
รูปที่ 2.2 สมบัติเพียโซอิเล็กทริกแบบทางอ้อม.....	18
รูปที่ 2.3 ลักษณะกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพธิติก (a) แคโทดิก (b) แอโนดิก.....	20
รูปที่ 2.4 ความเข้มข้นไอออนิกและความแตกต่างของศักย์ภาพ เป็นฟังก์ชันของระยะทาง จากพื้นผิวประจุของอนุภาคแขวนลอยในจุดกึ่งกลางการกระจายตัว.....	27
รูปที่ 2.5 แสดงช่วงค่า Zeta potential ของอนุภาคที่มีความเสถียร.....	27
รูปที่ 2.6 จุดไอโซอิเล็กทริก.....	28
รูปที่ 3.1 แผนดำเนินงานวิจัย.....	35
รูปที่ 3.2 แผนผังการเตรียมสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนต.....	36
รูปที่ 3.3 สารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนตในเอทานอลและเติมสาร ฟอสเฟตเอสเทอร์ที่สัดส่วนต่างๆ.....	37
รูปที่ 3.4 การเตรียมสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนต.....	38
รูปที่ 3.5 เครื่อง Laser particle size distribution analyzer รุ่น Mastersizer 2000.....	39
รูปที่ 3.6 เครื่อง pH meter และเครื่องวัดความนำไฟฟ้า รุ่น ES-12 Horiba.....	39
รูปที่ 3.7 เครื่อง Zetasizer Nano ZS.....	39
รูปที่ 3.8 กระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพธิติกสำหรับเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนต ไททานเนต.....	40
รูปที่ 3.9 เครื่องอัดแท่งกันทุกทิศทาง.....	41
รูปที่ 3.10 แผนภูมิอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ริง.....	42
รูปที่ 3.11 เครื่องสเปคโตรริง.....	43
รูปที่ 3.12 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์.....	45
รูปที่ 3.13 เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	45
รูปที่ 3.14 เครื่อง Piezo d - meter model CADT.....	47
รูปที่ 3.15 เครื่อง Impedance analyze.....	48
รูปที่ 4.1 โครงสร้างผลึกและองค์ประกอบของผง PZT JA-1.....	49

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่ 4.2	ลักษณะรูปร่างอนุภาคของผง PZT JA-1 จากกล้อง กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE - SEM) (ก) กำลังขยาย 10,000 เท่า, (ข) กำลังขยาย 20,000 เท่า.....	51
รูปที่ 4.3	ขั้นตอนการตะกอนของสารแขวนลอย PZT แบบไม่เติมและแบบเติมสารฟอสเฟตเอสเทอร์ 0.13, 0.26, 0.39, 0.52, 0.65, 0.78, 0.91, 1.04 และ 1.17 g/ml จากซ้ายไปขวาตามลำดับ (a) 10 นาที (b) 2 ชั่วโมง (c) 4 ชั่วโมง (d) 24 ชั่วโมง....	53
รูปที่ 4.4	ลักษณะรูปร่างอนุภาคของผง PZT JA-1 จากกล้อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) กำลังขยาย 10,000 เท่า (a) อนุภาคก่อนบด Planetary mill (b) อนุภาคหลังบด Planetary mill 30 นาที.....	54
รูปที่ 4.5	ค่า Zeta potential ของสารแขวนลอยที่ความเข้มข้น Phosphate ester ต่างๆ.....	56
รูปที่ 4.6	ค่า pH และ ค่า Conductivity ของสารแขวนลอยที่ความเข้มข้น สารฟอสเฟตเอสเทอร์ต่างๆ.....	57
รูปที่ 4.7	อัตราการเกาะสะสมของสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ที่ความเข้มข้นฟอสเฟตเอสเทอร์ ที่แรงดันไฟฟ้า 100 โวลต์ นาน 4 นาน.....	58
รูปที่ 4.8	ปริมาณน้ำหนักระยะที่แรงดันไฟฟ้า 50 ,100 และ 200 โวลต์.....	59
รูปที่ 4.9	ลักษณะจุดโครงสร้างของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร (a) PZT JA-1 50 V (b) PZT JA-1 100 V (c) PZT JA-1 200 V ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า.....	63
รูปที่ 4.10	ลักษณะจุดโครงสร้างของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร (a) PZT JA-1 50 V (b) PZT JA-1 100 V (c) PZT JA-1 200 V ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า.....	64
รูปที่ 4.11	XRD เป็น Peak ของ PZT เมื่อเทียบกับการวัดมาตรฐาน.....	65
รูปที่ 4.12	จุดโครงสร้างของสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต เผาซินเตอร์ที่ (a) 1100 และ (b) 1250 องศาเซลเซียส.....	65
รูปที่ 4.13	ลักษณะภาพตัดขวาง (Cross section) a (i) ความหนาหน้าก่อนเผา a (ii) ภาพส่วนขยาย b (i) ความหนาหลังเผา b (ii) ภาพส่วนขยาย.....	66

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (Lead zirconate titanate; PZT) เป็นวัสดุเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric material) จัดอยู่ในกลุ่มเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิก หนึ่งในวัสดุแกนหลักที่มีความสำคัญสมบัติที่สามารถแปลงพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานกลหรือแปลงพลังงานกลเป็นพลังงานไฟฟ้าได้ มีค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกสูง วัสดุชนิดนี้สามารถให้กระแสไฟฟ้า เมื่อได้รับแรงกดบีบหรือดึง เนื่องจากเกิดความเค้นภายในวัสดุ ทำให้วัสดุมีการกระจัดทางไฟฟ้าสามารถก่อให้เกิดประจุไฟฟ้าป้อนให้อุปกรณ์ได้ กำลังไฟฟ้าที่ได้แปรผันตรงตามแรงกด [1-5] ขนาดของพลังงานกลที่ได้จากชิ้นงานต่อขนาดของสนามไฟฟ้าที่ให้กับเพียโซอิเล็กทริกมีค่ามาก ทำให้วัสดุเพียโซอิเล็กทริกสามารถนำมาประยุกต์ใช้งานด้านทรานสดิวเซอร์สำหรับ เครื่องโซนาร์ (Sonar) หม้อแปลงไฟฟ้าเพียโซอิเล็กทริก (Piezo transformer) และ เซนเซอร์แรงดัน (Pressure sensors) เป็นต้น ซึ่งชิ้นงานเซรามิกสำหรับประกอบเป็นอุปกรณ์เหล่านี้ต้องมีลักษณะเป็นแผ่นแบนและบางมีความหนาอยู่ในช่วง 0.01 - 1 มิลลิเมตร

กระบวนการสำหรับเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนตมีหลายวิธี ได้แก่ สปีดเตอร์ริง (Sputtering) โซล-เจล (Sol gel) และไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) อย่างไรก็ตามแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ที่เตรียมได้โดยวิธีเหล่านี้มีความหนาน้อยกว่า 10 ไมโครเมตร ความหนาไม่เพียงพอสำหรับอุปกรณ์ต่างๆ นอกจากนี้ฟิล์มแตกได้ง่ายและใช้เวลาในการเตรียมนาน แต่เทคนิคหนึ่งที่น่าสนใจคือ กระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก (Electrophoretic deposition; EPD) [18] เป็นกระบวนการที่มีประสิทธิภาพให้ผลผลิตสูง ใช้อย่างกว้างขวางในทางอุตสาหกรรม ระบบอัตโนมัติสำหรับการเคลือบอนุภาคคอลลอยด์ ปัจจุบันได้มีการนำเอากระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติกนำไปประยุกต์ใช้ในสารเลดเซอร์โคเนตไททาเนต [16-21] โดยมีจุดเด่นคือสามารถผลิตชิ้นส่วนที่มีรูปร่างซับซ้อนได้ขนาดใกล้เคียงที่ต้องการซึ่งช่วยประหยัดเวลาและต้นทุนต่ำ โดยเตรียมวัตถุดิบที่ต้องการขึ้นรูปให้อยู่ในสภาพของสารแขวนลอย (Suspension) โดยความหนาของ

แผ่นฟิล์มที่ได้ถูกกำหนดโดยระยะห่างระหว่างขั้วแคโทดและแอโนดกับผิวของวัสดุรองรับ [18] สารแขวนลอยที่ใช้ในกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟรีติกประกอบด้วยผงเซรามิกที่กระจายตัวในตัวกลาง (Medium) โดยมีสารช่วยกระจายตัว (Dispersant) สารยึดประสาน (Binder) และสารเติมแต่งอื่นๆ ในการขึ้นรูปแผ่นฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททาเนตให้มีความสม่ำเสมอ มีความหนาแน่นสูง และมีขนาด (Dimension) ที่ถูกต้องแม่นยำ สารแขวนลอยต้องมีการกระจายตัวที่ดีและมีความเสถียรสูง คือการใช้ปริมาณสารช่วยกระจายตัวที่เหมาะสมและการควบคุมสภาวะที่เหมาะสม เช่น pH และ Conductivity แรงดันไฟฟ้าและเวลาดตกสะสม เพื่อให้ได้สารแขวนลอยที่มีการกระจายตัวที่ปริมาณของแข็งต้องสูงความเสถียรสูงสำหรับนำไปขึ้นรูป เพื่อลดการหดตัวของแผ่นฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททาเนตภายหลังการเผาซินเตอร์ริง [11-13]

ดังนั้นงานวิจัยนี้เป็นการเตรียมฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททาเนตด้วยวิธีการตกสะสมอิเล็กโทรโฟรีติก มุ่งเน้นการศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารช่วยกระจายตัวและ pH และ Conductivity ต่อสมบัติและเสถียรภาพของสารแขวนลอยเลเซอร์โคเนตไททาเนต ในเอทานอลที่เตรียมโดยใช้สารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเอสเทอร์ (Phosphate ester) [18] ซึ่งเป็นที่น่าสนใจมากเนื่องจากสามารถลดต้นทุนการผลิตและที่สำคัญแผ่นฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททาเนตมีความสม่ำเสมอและมีความหนาแน่นสูง มีผลต่อลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททาเนต รวมถึงศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเพียโซอิเล็กทริก เพื่อเป็นการสร้างองค์ความรู้และใช้เป็นประโยชน์ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1.2.1 เพื่อศึกษาการเตรียมแผ่นฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททาเนตโดยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟรีติก (Electrophoretic deposition; EPD) บนชิ้นงานแพลทินัม
- 1.2.2 เพื่อศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะทางกายภาพของฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททาเนต
- 1.2.3 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมได้โดยวัดสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเพียโซอิเล็กทริก

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 เคลือบฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานต โดยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟริติก (Electrophoretic deposition, EPD) กระจายตัวในสารละลายเอทานอล ที่ปริมาณสารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเอสเทอร์ 0.13 - 1.17 % โดยน้ำหนัก ที่แรงดันไฟฟ้า 50, 100 และ 200 โวลต์ กับเวลาในการตกสะสม 2, 4, 8 และ 10 นาที เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานตเพื่อใช้ในกระบวนการขึ้นรูปฟิล์ม

1.3.2 ทดสอบและวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE - SEM) และวัดค่าความหนาแน่นของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานต โดยวิธีอาร์คิมิดีส

1.3.3 ทดสอบและวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเพียโซอิเล็กทริกของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานต โดยเครื่อง Piezoe d-meter Model CADT และ เครื่อง Impedance analyzer ให้ค่าความถี่รีโซแนนซ์, d_{33} , k_p และ Q_m

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 เข้าใจเทคนิคและเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมสารเลดเซอร์โคเนตไททานตมากระจายตัวในเอทานอล และเติมสารฟอสเฟตเอสเทอร์

1.4.2 ได้เรียนรู้วิธีการเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานตที่มีความหนาแน่นสูงสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเพียโซอิเล็กทริกสูง

1.4.3 สามารถเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตได้โดยเทคนิคกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟริติก

บทที่ 2

เอกสารและรายงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

บทนี้กล่าวถึงหลักการและทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ ซึ่งประกอบไปด้วยหัวข้อหลัก ได้แก่ การเตรียมสารเลดเซอร์โคเนตไททานเตจระจายตัวในเอทานอลและเติมสารฟอสเฟตเอสเทอร์ โดยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟริติก โดยกล่าวถึงเฉพาะส่วนที่เป็นประโยชน์หรือถูกกล่าวอ้าง ถึงต่อการดำเนินงานวิทยานิพนธ์นี้ ทั้งนี้เพื่อให้เนื้อหา มีความกระชับและชัดเจนยิ่งขึ้น

2.1 ข้อมูลเบื้องต้นของวัสดุเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric material) [1-3]

วัสดุเพียโซอิเล็กทริก มีทั้งที่พบในธรรมชาติและจากการสังเคราะห์ โดยวัสดุที่พบ ในธรรมชาติ ได้แก่ แร่ควอartz แร่ทัวร์มาลีน ส่วนวัสดุสังเคราะห์ ได้แก่ แบเรียมไททานเตจ (Barium titanate) เลดไททานเตจ (Lead titanate) และเลดเซอร์โคเนตไททานเตจ (PZT) เป็นต้น

2.1.1 สารเลดเซอร์โคเนตไททานเตจ [4,5]

สารเลดเซอร์โคเนตไททานเตจ (PZT) เป็นสารที่ได้รับความนิยมมากในการใช้งาน เป็นสารทรานสดิวเซอร์หรือสารเพียโซอิเล็กทริกที่ใช้ในการเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานกล หรือในทางกลับกัน โดยสารนี้เกิดจากการผสมกันระหว่างสารเลดเซอร์โคเนตไททานเตจในปริมาณ ต่างๆ กันและจากการที่ได้ทำการวิจัยพบว่า อัตราส่วน 52:48 ของปริมาณเซอร์โคเนตและ เลดไททานเตจ เป็นส่วนผสมที่ให้คุณสมบัติทางด้านเพียโซอิเล็กทริกที่ดีที่สุด มีความสามารถในการ เปลี่ยนพลังงานจากพลังงานรูปหนึ่งไปเป็นพลังงานอีกรูปหนึ่งได้ดี มีการสูญเสียพลังงานในขณะเกิด การเปลี่ยนแปลงน้อยมาก มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงปานกลาง มีการเปลี่ยนจากแรงกลเป็นประจุไฟฟ้า ที่ดี สารเลดเซอร์โคเนตไททานเตจที่ส่วนผสมนี้มีการนำมาใช้งานกันอย่างกว้างขวางมากในวงจร อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ เช่นใช้ในอุปกรณ์เครื่องโซนาร์ (Sonar) หม้อแปลงไฟฟ้าเพียโซอิเล็กทริก (Piezo transformer) และ เซนเซอร์แรงดัน (Pressure sensors) เป็นต้น

สารเลดเซอร์โคเนตไททานเตจ มีคุณสมบัติทางเพียโซอิเล็กทริกและทางไฟฟ้าขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่ใช้งาน สารเลดเซอร์โคเนตไททานเตจนี้มีอุณหภูมิคูรีที่ 350 องศาเซลเซียส ทำให้อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิที่ใช้งาน สารเลดเซอร์โคเนตไททานเตจนี้มีอุณหภูมิคูรีที่ 350 องศาเซลเซียส ทำให้อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิที่ใช้งาน

อุณหภูมิใช้งานกว้างกว่าสารอื่น และมีค่า Piezoelectric coefficients และ Coupling factors สูง การที่สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงในตัวเองได้เช่น การให้กระแสไฟฟ้าเข้าไปแล้วทำให้ขนาดของชิ้นงานเลดเซอร์โคเนตไททานตเกิดการขยายตัวและหดตัวได้นั้น นำไปสู่การประยุกต์ใช้เป็นผลิตภัณฑ์มอเตอร์ไฟฟ้าที่ต้องการความละเอียดสูงได้

ในงานวิจัยนี้ได้รับวัสดุเพียโซอิเล็กทริกที่เป็นเซรามิกส์เลดเซอร์โคเนตติดตามนต Pb (Zr, Ti) O₃ หรือ PZT ทางการค้าจากสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (TISTR) ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้เป็นแบบ Soft piezoelectric ซึ่งมีค่าของ Permittivity ที่สูง ในขณะที่มีค่าของสนามไฟฟ้า Coercive field ที่ต่ำ ดังนั้นจึงมีความสามารถของความไวในการตรวจสอบที่ดี

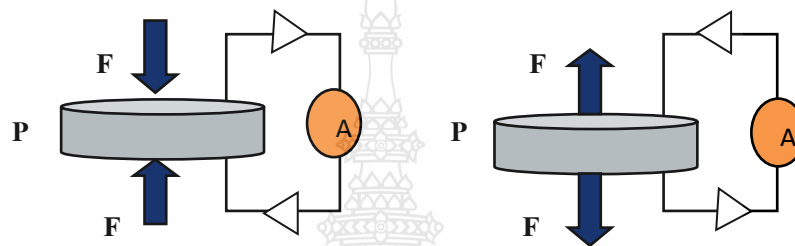
ตารางที่ 2.1 Data sheet PZT (JA-1, JK Precision Electric, Korea) ที่มา : H Palneedi (2015) [11]

Property	Symbol (Unit)	JA-1
Relative Dielectric Constant	$\epsilon_{33}^T / \epsilon_0$	1100
Loss Coefficient	$\tan \delta$	0.4
Electro – mechanical Coupling Factor	Kp Radial (%)	61
	k_{31} Length (%)	36
Piezoelectric constant	k_{33} Longitudinal (%)	59
	d_{31} (10^{-12} m/V)	-112
	d_{33} (10^{-12} m/V)	406
Quality Factor	g_{31} (10^{-3} V.m/N)	-13.67
	g_{33} (10^{-3} V.m/N)	49.46
Density	ρ (10^3 kg/m ³)	7800

สมบัติเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectricity) ของสาร สามารถแบ่งได้เป็น 2 ลักษณะ คือ สมบัติเพียโซอิเล็กทริกแบบทางตรง (Direct effect) และสมบัติเพียโซอิเล็กทริกแบบทางอ้อม

(Reverse effect) เป็นการเปลี่ยนแปลงพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานกล โดยที่ปริมาณของโพลาริเซชันขึ้นอยู่กับขนาดของความเค้นที่ให้กับสาร และประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นมีค่าขึ้นอยู่กับชนิดของแรงที่กระทำ เช่น แรงกด หรือแรงดึง

2.1.2 สมบัติเพียโซอิเล็กทริกแบบทางตรง (Direct Effect) คือสมบัติของสารที่สามารถสร้างประจุไฟฟ้าออกมาที่ผิวหน้า เมื่อมีแรงกด (Stress) มากระทำต่อสาร ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 สมบัติเพียโซอิเล็กทริกแบบทางตรง (Direct effect) [4]

ในของแข็งทั่วไปเมื่อให้แรงเค้น (Stress) ทำให้เกิดความเครียด (Strain) ความเกี่ยวข้องระหว่างแรงเค้นและความเครียดในชิ้นงานสัมพันธ์กันในรูปของ ยัง โมดูลัส (Young's moodulus) ดังสมการที่ 2.1

$$T = YS \tag{2.1}$$

โดยที่ T คือ ค่า Stress

Y คือ ค่า Young's Moodulus ของของแข็ง

S คือ ค่า Strain

สำหรับสารเพียโซอิเล็กทริกนั้นแรงเค้นทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปของสารและเกิดประจุไฟฟ้าขึ้นได้ด้วย ประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับแรงเค้นที่ให้แก่สาร ซึ่งอาจทำให้เกิดการยึดตัวหรือหดตัว ความสัมพันธ์ระหว่างประจุไฟฟ้าที่ให้ต่อหน่วยพื้นที่กับแรงเค้น เป็นไปตามสมการ 2.2

$$D = Q/A = dT \tag{2.2}$$

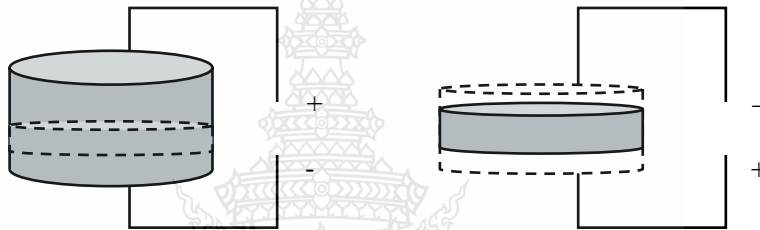
โดยที่ D คือ ความหนาแน่นประจุบนผิวไดอิเล็กทริก (Dielectric displacement)

Q คือ ประจุไฟฟ้า (Coulombs: C)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของเนื้อสาร (m^2)

2.1.3 สมบัติเพียโซอิเล็กทริกแบบทางอ้อม (Reverse effect)

สมบัติเพียโซอิเล็กทริกแบบทางอ้อม เป็นสมบัติของสารที่สามารถยืดหรือหดตัวได้เมื่ออยู่ภายใต้สนามไฟฟ้า แสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 สมบัติเพียโซอิเล็กทริกแบบทางอ้อม (Reverse effect) [4]

สามารถเขียนสมการได้ดังนี้

$$S = dE \quad (2.3)$$

โดยที่ E คือ สนามไฟฟ้า (N/C)

ผลของ Converse และ Direct piezoelectric effect เท่ากันและเป็นสัดส่วนโดยตรงกับค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (d) ดังสมการ 2.4

$$d = D/T = S/E \quad (2.4)$$

ในการใช้ประโยชน์สารเพียโซอิเล็กทริกค่า d ควรมีค่าสูง เพราะทำให้การเคลื่อนที่หรือการสั้นของสารเกิดได้ดี ตัวอย่างเช่น ตัวกำเนิดคลื่นเสียงอัลตราโซนิก ปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกทางตรงยังนำมาประยุกต์ใช้งานทางด้าน หม้อแปลงไฟฟ้า (Transformer) เครื่องจุดประกายไฟ (Ignitor) ส่วนปรากฏการณ์เพียโซอิเล็กทริกทางอ้อมถูกนำมาใช้ทางด้าน แอคทูเอเตอร์ (Actuator) และ มอเตอร์อัลตราโซนิกความเร็วสูง (Ultrasonic motor) เป็นต้น

2.2 फिल्मบางเลดเซอร์โคเนตไททานต [12-15]

ฟิล์มบาง (Thin film) เตรียมโดยนำ สารหรือวัสดุตัวหนึ่งเคลือบลงบนวัสดุอีกตัวหนึ่งที่เราเรียกว่า “Substrate” (วัสดุรองรับ) โดยฟิล์มที่ได้บางมาก ขนาดความหนาของฟิล์มที่ระบุว่าเป็นฟิล์มบางนั้นเป็นเรื่องค่อนข้างยุ่งยาก อย่างไรก็ตามปัจจุบันได้มีวิธีระบุที่ฟิล์มมีความหนาเท่าใดจึงเรียกว่าฟิล์มบาง โดยพิจารณาจากลักษณะการใช้งานฟิล์มบางนั้น พิจารณาว่าใช้งานสมบัติด้านใด ถ้าเป็นการใช้ฟิล์มนั้นด้วยสมบัติเชิงผิว (Surface properties) ก็เรียกฟิล์มนั้นว่า ฟิล์มบาง แต่ถ้าใช้ฟิล์มนั้นด้วยสมบัติเชิงปริมาตร (Bulk properties) ก็เรียกว่า ฟิล์มหนา (Thick film) ซึ่งพบว่าฟิล์มเดียวกันนั้นอาจเป็น ฟิล์มบาง ก็ได้ขึ้นกับลักษณะการใช้งานเป็นสำคัญ

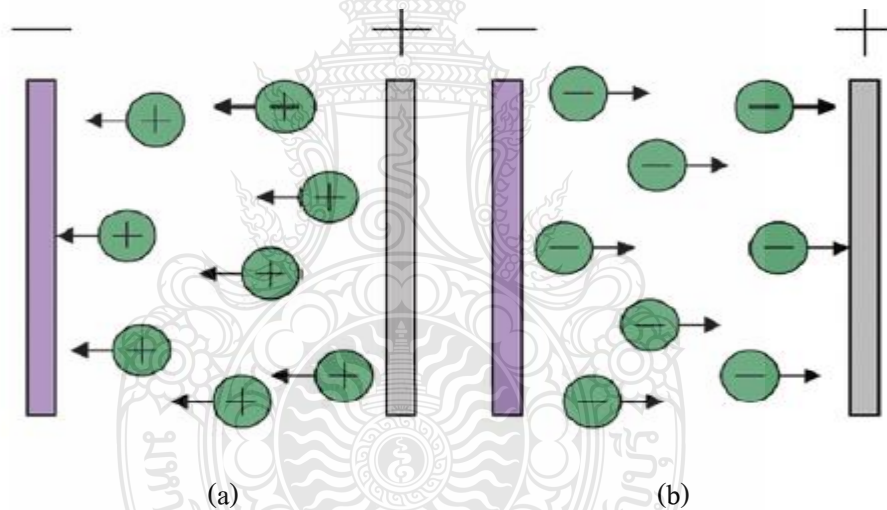
2.3 ข้อมูลเบื้องต้นของกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพรีติก [22-25]

ถูกค้นพบใน 1809 โดย Reuss ของมหาวิทยาลัยมอสโก ได้อธิบายกระบวนการต่างๆ เกี่ยวกับกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพรีติก รวมทั้งการสะสมของความหนาของฟิล์มและรูปทรง การพัฒนาวิธีการที่สำคัญในกระบวนการเซรามิก มีสองกระบวนการในการขึ้นรูปฟิล์มเซรามิก โดยชีวแคโทด การสะสมอิเล็กโทรโพรีติก สารแขวนลอยของอนุภาคเซรามิก ขึ้นอยู่กับการใช้สารละลาย กระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพรีติกที่เสถียรภาพและ โครงสร้างพองนาโน ช่วยเรื่องการพอกของฟิล์มบางเซรามิก ซึ่งมีรูปแบบที่หลากหลาย

กระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพรีติก (Electrophoretic deposition; EPD) เป็นหนึ่งในกระบวนการเกี่ยวกับคอลลอยด์ทางการผลิตเซรามิก มีข้อดีคือ ใช้เวลาในการผลิตน้อย อุปกรณ์ที่ใช้ไม่ซับซ้อนไม่กำหนดรูปร่างของฐานรองและไม่จำเป็นต้องใช้ตัวเชื่อมประสาน (Binder) เมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคขึ้นรูปขั้นสูงอื่นๆ กระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพรีติกเป็นกระบวนการที่มีความหลากหลายมาก เนื่องจากสามารถปรับเปลี่ยนกระบวนการให้เหมาะสมกับงานที่มีความเฉพาะ สามารถทำการตกสะสมบนฐานรอง (Substrate) แบบแผ่น แบบทรงกระบอก หรือรูปแบบอื่นๆ หรืออาจปรับเปลี่ยนการออกแบบและการวางตำแหน่งขั้วไฟฟ้าได้ตามต้องการ ซึ่งแม้กระบวนการตกสะสม อิเล็กโทรโพรีติก เป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับของเหลว แต่สามารถควบคุมความหนาและลักษณะทางกายภาพของฟิล์มที่ตกสะสมรวมทั้งสามารถปรับเปลี่ยนเวลาในการตกสะสมได้

โดยหลักการของกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก คือการให้อนุภาคผงที่มีประจุกระจาย (Dispersed) หรือแขวนลอย (Suspension) ในตัวกลางของเหลว จากนั้นทำการสะสมอนุภาคดังกล่าว โดยใช้สนามไฟฟ้ากระแสตรงบนฐานรองตัวนำซึ่งมีประจุตรงกันข้ามกับประจุของอนุภาคนั้น

กระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก แบ่งเป็น 2 ประเภท ขึ้นอยู่กับชนิดขั้วที่อนุภาคตกสะสมเมื่ออนุภาคมีประจุบวกการตกสะสมเกิดขึ้นบนขั้วลบ (Cathod) และกระบวนการนี้ เรียกว่า การตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก ชนิดแคโทดิก (Cathodic electrophoretic deposition) ส่วนการตกสะสมของอนุภาคประจุลบก็เกิดบนขั้วไฟฟ้าบวก (Anode) เรียกการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติกชนิดแอโนดิก (Anodic electrophoretic deposition) โดยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก สามารถเกิดขึ้นได้ทั้งสองแบบขึ้นอยู่กับ การปรับเปลี่ยนประจุบนพื้นผิวอนุภาคอย่างเหมาะสม ลักษณะของกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก ทั้ง 2 ประเภท แสดงดังรูป 2.3



รูปที่ 2.3 ลักษณะของกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก (a) แคโทดิก (b) แอโนดิก [24]

สำหรับพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องกับสารแขวนลอยกล่าวถึง สมบัติของสารแขวนลอยซึ่งมีหลายปัจจัยที่ต้องพิจารณา เช่น สมบัติทางเคมี (Physicochemical) ของทั้งอนุภาคแขวนลอยและตัวกลางของเหลว สมบัติพื้นผิวของอนุภาค (Surface properties of the power) และอิทธิพลของชนิดรวมถึงความเข้มข้นของสารเติมแต่ง (Additives) ที่ใส่เข้าไป โดยเฉพาะอย่างยิ่งสารช่วยกระจายอนุภาค (Dispersants) [18,24] โดยกล่าวดังต่อไปนี้

ขนาดอนุภาค (Particle size) ขนาดอนุภาคที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการตกตะกอน อิเล็กโทรโฟเรติก กระบวนการที่ดีที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเซรามิก มีการรายงานว่าอยู่ในช่วง 1 - 20 ไมโครเมตร แต่สิ่งนี้ก็ไม่ได้หมายความว่า การตกตะกอนของอนุภาคนอกเหนือจากช่วงดังกล่าว ไม่เหมาะสม เนื่องจากปัจจุบันได้เริ่มใช้เทคนิคนี้กับวัสดุโครงสร้างนาโนแล้ว ซึ่งสิ่งสำคัญคืออนุภาค ต้องกระจายอย่างสมบูรณ์และเสถียรเพื่อให้ฟิล์มที่ได้มีความเรียบและสม่ำเสมอ ในขณะที่อนุภาค ขนาดใหญ่ ปัญหาหลักคืออนุภาคมีแนวโน้มที่ตกตะกอนเนื่องจากแรงโน้มถ่วง ดังนั้นความสามารถ ในการเคลื่อนที่ของอนุภาคต้องมากกว่าแรงโน้มถ่วงมิฉะนั้นได้ฟิล์มที่ไม่สม่ำเสมอ ในกรณีที่อนุภาค แขนงลอยมีลักษณะดังกล่าวทำให้เกิดรอยแตกในการตกตะกอน เช่นฟิล์มบริเวณด้านบนบางและ ด้านล่างหนา เมื่อขั้วไฟฟ้าที่ใช้ตั้งอยู่ในแนวตั้งนอกจากนี้อนุภาคขนาดใหญ่ทำให้มีประจุพื้นผิวสูง มาก หรือมีบริเวณชั้นซ้อนของประจุ (Electrical double layer) เพิ่มขึ้นมากขึ้นซึ่งมีการพบว่าขนาด อนุภาคมีอิทธิพลสำคัญในการควบคุมการแตก (Cracking) ของฟิล์มระหว่างการทำให้แห้ง

สภาพการนำไฟฟ้าของสารแขวนลอย (Conductivity of suspension) จากงานวิจัยของ S.dongdown ในการศึกษาสภาพนำไฟฟ้าของสารแขวนลอยซึ่งเป็นปัจจัยหลักและจำเป็นต้องพิจารณา เพื่ออธิบายการทดลองเกี่ยวกับกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก โดยได้ตั้งสมมติฐานว่าหาก สารแขวนลอยมีสภาพนำไฟฟ้าสูงเกินไป การเคลื่อนที่ของอนุภาคต่ำมาก และหากสารแขวนลอย มีสภาพต้านทานไฟฟ้าสูงเกินไป อนุภาคสูญเสียเสถียรภาพ นอกจากนี้พวกเขาได้ทำการทดลอง เพิ่มสภาพนำไฟฟ้าของสารแขวนลอยด้วยการเพิ่มทั้งกระแสไฟฟ้า และความเข้มข้นของสาร ฟอสเฟตเอสเทอร์หรือสารช่วยกระจายตัว แต่กลับพบว่า มีเพียงค่าสภาพนำไฟฟ้าไม่กี่ค่าเท่านั้นที่มี ประโยชน์ต่อกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก โดยเป็นค่าที่อยู่ในช่วงแคบๆ จากนั้นเมื่อ ปรับเปลี่ยนปริมาณตัวกระจายตัว และกระแสไฟฟ้า ยังพบอีกว่า หากสภาพนำไฟฟ้าที่ไม่อยู่ในช่วง ดังกล่าวสารแขวนลอยไม่เหมาะสมสำหรับกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก ทำให้การสร้าง ฟิล์มบางถูกจำกัดลง ซึ่งช่วงที่เหมาะสมของสภาพนำไฟฟ้านี้ คาดว่าแตกต่างกันไปในแต่ละระบบ อย่างไรก็ตามขอบเขตของสภาพนำไฟฟ้าที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทร โฟเรติกสามารถเพิ่มได้โดยการให้กระแสไฟฟ้าแก่ระบบ [23]

2.4 ตัวทำละลาย (Solvent)

ตัวทำละลายเป็นสารที่ใช้ในการละลายสารที่มีสถานะของแข็ง เพื่อให้อยู่ในรูปของเหลว โดยทำให้อยู่ในรูปของเหลวโดยทำให้น้ำสเลอริมีการไหลตัวดี แต่ทั้งนี้สารที่นำมาเป็นตัวทำละลายต้องไม่ทำปฏิกิริยาหรือละลายผงเซรามิก นอกจากนี้สารละลายที่ใช้ต้องระเหยออกมาได้ง่ายภายหลังการขึ้นรูปโดยไม่มีสารตกค้าง หรือทำให้เกิดสารเจือปนขึ้น ตัวทำละลายแบ่งได้ 2 กลุ่มคือ

1) Non – aqueous solution ได้แก่ ตัวทำละลายผสมระหว่างเอทานอลกับสารฟอสเฟตเอสเทอร์ หรือเอทานอลกับโทลูอิน เป็นต้น สารเหล่านี้ทำไปใช้ในการผลิตเป็นส่วนใหญ่ ทั้งนี้เป็นเนื่องจากเป็นสารที่มีการระเหยได้ง่าย และทำให้สารคอลลอยด์ ค่าความหนืดที่เหมาะสมในกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก

2) Aqueous Solution คือ ตัวทำละลายที่ประกอบด้วยน้ำ มีสมบัติที่น่าสนใจคือไม่เป็นพิษและมีราคาถูก แต่ตัวทำละลายประเภทนี้ก็มีข้อจำกัดหลายประการ ได้แก่ การระเหยออกจากแผ่นฟิล์มระเหยช้า สมบัติที่สำคัญของสารละลายคือ มีค่าความหนืดต่ำ มีอัตราการระเหยช้าไม่ทำปฏิกิริยากับผงเซรามิกส์

2.5 ตัวประสาน (Binder)

ตัวประสานเป็นวัสดุประเภทพอลิเมอร์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาทางเคมีอยู่ในรูปสารอินทรีย์ เป็นที่นิยมใช้ตัวประสานมาช่วยในการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิก เพื่อเพิ่มสมบัติความแข็งแรงของชิ้นงานก่อนเผาทำให้ชิ้นงานมีความคงรูปได้จนกว่าผ่านกระบวนการเผาผนึก ในการขึ้นรูปชิ้นงานตลอดจนการเคลื่อนย้ายหากชิ้นงานไม่มีความแข็งแรงเพียงพอทำให้เกิดการแตกหักและเสียหายได้ง่าย มีผลกระทบที่สำคัญต่อสมบัติและโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานภายหลังการเผาผนึกได้ ด้วยเหตุนี้จำเป็นต้องมีการเติมตัวประสานลงในระบบเพื่อช่วยลดการเกิดความแตกร้าวภายในชิ้นงานเพราะอนุภาคมีการดูดซับตัวประสานที่บริเวณพื้นผิวของอนุภาคและระหว่างอนุภาค ช่วยให้ชิ้นงานก่อนเผาผนึกมีความแข็งแรงสูงโดยทั่วไปตัวประสานที่ใช้เป็นสารเติมแต่งในกระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกส์มีสมบัติความแตกต่างกันทางด้านน้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight) เนื่องจากการเตรียมสารแขวนลอยน้ำหนักโมเลกุลของตัวประสานมีผลทางด้านความหนืดของสารแขวนลอย

ให้ค่าความหนืดเพิ่มขึ้นเมื่อมวลโมเลกุลเพิ่มขึ้น โดยไปเพิ่มปริมาตรของอนุภาค (Dynamic volume) ทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าซีต้า (Zeta potential) ลดลง เนื่องจากลักษณะการเปลี่ยนแปลงประจุสองชั้น (Electrical double layer) เกิดการดูดซับตัวประสานบนพื้นผิวอนุภาค และค่าอิเล็กโทรโฟริซิส (Electrophoresis) ลดลงเมื่อตัวประสานมีน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มมากขึ้น จึงทำให้การเลือกใช้ตัวประสานต้องพิจารณาจากสมบัติของสารเป็นหลัก เพื่อให้เหมาะสมกับกระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิก

ตารางที่ 2.2 แสดงสมบัติของด้านความหนืดของตัวประสานแต่ละชนิดที่นิยมใช้สำหรับการเตรียมสารแขวนลอย [29]

Binder	Viscosity Grade				
	Very Low	Low	Medium	High	Very High
Gum Arabic	*				
Lignosulfonates	*				
Lignin Liquor	*				
Molasses	*				
Dextrins	*-----*				
Poly(Vinylpyrrolidone)	*-----*				
Poly(Vinyl Alcohol)	*-----*				
Polyethylene Oxide			*-----*		
Starch			*-----*		
Acrylics			*-----*		
Polyethylenimine PEI			*-----*		
Methylcellulose				*-----*	
Sodium Carboxymethylcellulose				*-----*	
Hydroxypropylmethylcellulose				*-----*	
Hydroxyethylcellulose				*-----*	
Polyacrylamide					*-----*

สมบัติทั่วไปที่นำมาพิจารณาการเลือกใช้ชนิดของตัวประสาน ดังต่อไปนี้ คือ

- 1) สามารถกำจัดออกได้ง่ายภายหลังกระบวนการเผา
- 2) ยึดเกาะกับอนุภาคผงได้ดี
- 3) สามารถละลายเข้ากันได้ดีกับสารเติมแต่งอื่นๆ
- 4) ราคาไม่แพง

สมบัติที่กล่าวมาข้างต้นมีความสอดคล้องกันในการพิจารณาเลือกใช้ตัวประสาน คือเลือกตัวประสานที่มีการยึดเกาะกับอนุภาคได้ดี ทำให้ชิ้นงานก่อนเผามีความหนาแน่นและแข็งแรงสูง และสามารถใช้ตัวประสานในปริมาณที่น้อยได้ ซึ่งทำให้สามารถกำจัดออกไปได้ง่ายระหว่างการเผา ผืนึกและสามารถลดเวลาในขั้นตอนเผาส่วนความสามารถในการละลายขึ้นอยู่กับชนิดของตัวทำละลาย ส่วนใหญ่สารยึดเกาะละลายกับตัวทำละลายซึ่งนิยมใช้เป็นตัวกลางในการเตรียมสารแขวนลอยและเมื่อเติมปริมาณตัวประสานเพิ่มขึ้นในระบบการเตรียมสารแขวนลอย และผ่านกระบวนการตกตะกอนเล็กโพรโพติค ได้เป็นฟิล์มบางบนฐานรองรับชิ้นงาน ทำให้ได้ชิ้นงานก่อนการเผาผืนึกที่มีความแข็งแรงสูงตามไปด้วยตัวประสานที่นิยมนำมาใช้ในการเตรียมสำหรับกระบวนการตกตะกอน แสดงดังตารางที่ 2.2

2.6 การกระจายตัวของอนุภาคเซรามิกในสารแขวนลอย [18,24]

การเติมผงเซรามิกลงในของเหลว เช่น เอทานอล ผงเซรามิกที่ไม่สามารถกระจายตัวได้และมีแนวโน้มที่เกาะตัวกันเป็นกลุ่มของผงที่มีขนาดใหญ่ขึ้น และส่งผลให้เกิดการตกตะกอนของอนุภาค ซึ่งการตกตะกอนนี้ทำให้เกิดปัญหาในกระบวนการขึ้นรูปหรือตำหนิบนผลิตภัณฑ์ได้ สำหรับกระบวนการขึ้นรูปเซรามิกที่มีความเกี่ยวข้องกับการกระจายตัวในของเหลว มักต้องมีการเติมสารเติมแต่ง (Additives) บางชนิดลงไปด้วย เช่น สารช่วยกระจายตัว (Dispersant) สารเชื่อมประสาน (Binders) และ สารเพิ่มความเหนียว (Plasticizers) เป็นต้น

วิธีการทำให้อนุภาคแขวนลอยอยู่ในสารแขวนลอยได้อย่างเสถียรโดยไม่จับกันแล้วตกตะกอนลงมา เรียกว่า Stabilization อาจทำได้ 3 วิธี [26-28] คือ

1) Electrostatic stabilization เป็นการทำให้อนุภาคแขวนลอยอย่างเสถียรโดยทำให้เกิด ประจุไฟฟ้ารอบๆ ผิวของอนุภาค อนุภาคผลักกันเอง จึงไม่ดูดจับกันและไม่ตกตะกอนลงมา

2) Steric stabilization เป็นการทำให้อนุภาคแขวนลอยอย่างเสถียรโดยการใส่ชั้นของพอลิเมอร์ไปเคลือบรอบผิวของอนุภาค ชั้นของพอลิเมอร์ที่ใส่ลงไปนี้ ทำหน้าที่เหมือนกับเกราะกันชน ไม่ให้อนุภาคเซรามิกเข้าไปใกล้กัน อนุภาคจึงไม่ดูดจับกันและไม่ตกตะกอน

3) Electrosteric stabilization เป็นการทำให้อนุภาคแขวนลอยอย่างเสถียรโดยอาศัยหลักการของวิธีที่ 1 และ 2 รวมกัน กล่าวคือเป็นการใส่พอลิเมอร์ที่มีประจุไปเคลือบรอบๆ ผิวของอนุภาคทำให้อนุภาคดูดจับกันไม่ได้

2.6.1 การปรับค่าพีเอชของสารแขวนลอย

เป็นผลจากการปรับสภาพของประจุที่ผิวอนุภาคให้มีความแรงของประจุเพิ่มขึ้นจนมีค่าเป็นบวกหรือลบ ทำให้อนุภาคเกิดการผลักกันด้วยความแรงของประจุที่เหมือนกัน เช่น กรณีของอนุภาคอิตเทรียสเตบิลไลซ์เลดเซอร์โคเนตไททานเนตกระจายตัวในสภาวะกรด ไฮโดรเจนไอออนดูดซับบนผิวอนุภาค ทำให้เกิดการเปลี่ยนประจุของอนุภาคเป็นประจุบวก ทำให้ที่ผิวอนุภาคมีความแรงของประจุบวกเพิ่มมากขึ้น จึงเกิดการแรงผลักทำให้อนุภาคกระจายตัวดีขึ้น

2.6.2 การเติมสารช่วยกระจายตัว

สารช่วยกระจายตัว มีบทบาทต่อกระบวนการเตรียมสารแขวนลอยมาก ซึ่งช่วยทำให้อนุภาคที่เกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนเกิดการกระจายตัว โดยมีการดูดซับ ไว้บนพื้นผิวของอนุภาคทำให้เกิดประจุไฟฟ้า ส่งผลให้เกิดแรงผลักระหว่างอนุภาคทำให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวอยู่ในสารแขวนลอย ซึ่งใช้หลักการที่ว่าเมื่อเกิดประจุไฟฟ้าเหมือนกันเกิดแรงผลักรัน สารฟอสเฟตเอสเทอร์เป็นสารอินทรีย์ ที่นำมาใช้ในการช่วยเพิ่มแรงผลักรันระหว่างอนุภาคในของเหลวทำให้เกิดความเสถียรในการแขวนลอย จึงไม่เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน หรือเกาะตัวกันจนมีน้ำหนักรวมมากพอที่ทำให้เกิดการตกตะกอน

2.6.3 การเติมสารพอลิเมอร์โมเลกุลต่ำ

การเติมสารพอลิเมอร์โมเลกุลต่ำ ทำงานโดยการใช้สายโซ่พอลิเมอร์เกาะอยู่บนผิวของอนุภาคที่มีประจุซึ่งส่งผลต่อการกระจายของเคาเตอร์ไอออน (Counter - ion) กล่าวคือ ทำให้เคาเตอร์ไอออนอยู่ห่างออกไปจาก Stern plane มากขึ้น จึงทำให้ขอบเขตของดิฟฟิวส์เลเยอร์ อยู่ไกลจาก

ผิวของอนุภาคเพิ่มขึ้น จึงทำให้การผลักกันระหว่างอนุภาคเพิ่มขึ้นในการทำให้อนุภาคมีความเสถียร และกระจายตัวดีแบบสเตอริกนั้น สายโซ่ของโพลีเมอร์ที่ปกคลุมและเกาะบนผิวอนุภาค ทำให้โพลีเมอร์ของสารลดแรงตึงผิวที่มีอยู่เดิมหลุดออก (Desorption) หรือเคลื่อนย้ายไปในแนวด้านข้าง (Lateral migration) โดยที่ชั้นของสารที่ทำให้เกิดการเสถียรต้องมีความหนาแน่นพอที่ทำให้ผลของแรงดึงดูดประเภทแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der waals) มีค่าต่ำสุด ซึ่งขนาดอนุภาคมีผลต่อความเสถียรด้วย โดยแรงดึงดูดมีค่ามากเมื่ออนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น

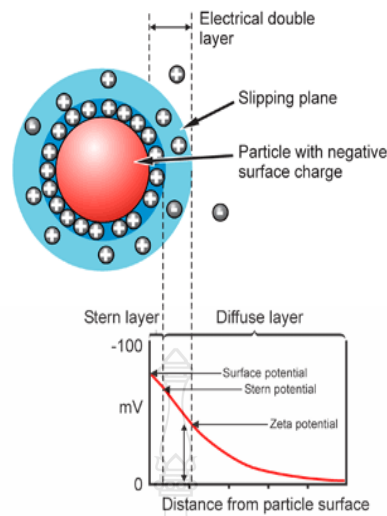
2.7 เทคนิคซีต้าโพเทนเชียล [26,27]

2.7.1 ซีต้าโพเทนเชียล (Zeta potential)

Zetasizer nano เป็นชุดคำนวณ ซีต้าโพเทนเชียล (Zeta potential) ที่ได้จาก Electrophoretic mobility และสมการของเฮนรี (Henry equation) electrophoretic mobility ได้จากการขึ้นตอนการทดลอง electrophoresis ของตัวอย่างและจากการวัดความเร็วของอนุภาคโดยใช้เครื่อง Zetasizer nano

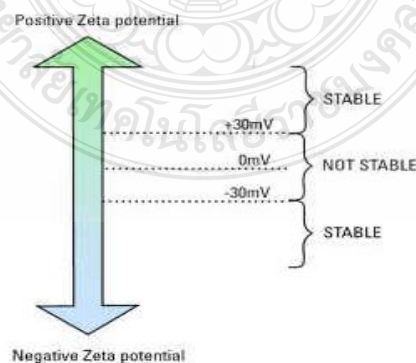
2.7.2 อิเล็กทริกคอลลด์ดับเบิลเลเยอร์ (Electrical double layer)

ประจุบนพื้นผิวของอนุภาคเป็นผลมาจากการกระจายตัวของไอออนบริเวณใกล้เคียงกับพื้นผิวในตัวกลางที่มีขั้วในที่ไม่เท่ากัน ดังรูป 2.3 ไอออนของประจุตรงข้าม (Counterions) ถูกดึงดูดมาที่พื้นผิวของอนุภาคการกระจายตัวของ Counterion ที่บริเวณรอบพื้นผิวที่มีประจุในสารละลายมีความสำคัญมาก ที่อยู่ใกล้กับพื้นผิว ดังนั้น Electrical double layer อยู่รอบๆอนุภาคต่างๆ ชั้นของเหลวที่ล้อมรอบอนุภาคมีอยู่ 2 ส่วน คือ บริเวณภายใน เรียกว่า ชั้น Stern เมื่อไอออนมีการยึดกันอย่างแน่นๆ และ บริเวณภายนอก กระจายไปบริเวณที่มีการยึดติดน้อยๆ ซึ่งภายในชั้นการกระจายตัวมีการคาดการณ์ว่าอาจมีขอบภายใน ซึ่งไอออนและอนุภาคมีรูปแบบที่เสถียรเมื่อเคลื่อนย้ายอนุภาค ไอออนภายในเมื่อมีการเคลื่อนที่ของขอบของตัวเอง แต่ไอออนที่อยู่นอกเหนือขอบไม่มีการเคลื่อนย้ายไปกับอนุภาคขอบนี้ เรียกว่า พื้นผิวของ Hydrodynamic shear หรือ Slipping plane ศักย์ภาพ (Potential) ที่มีอยู่บริเวณขอบ เรียกว่า Zeta potential



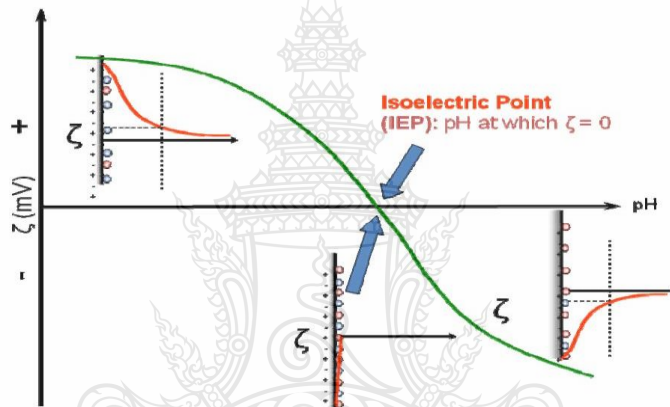
รูปที่ 2.4 ความเข้มข้นของไอออนิกและความแตกต่างของศักย์ภาพ เป็นฟังก์ชันของระยะทางจากพื้นผิวประจุของอนุภาคแขวนลอยในจุดกึ่งกลางการกระจายตัว [26]

ค่าที่มากที่สุดของค่า Zeta potential คือ สิ่งที่ยังบอกถึงความเสถียรของระบบคอลลอยด์ ในกรณีที่อนุภาคมีค่า Zeta potential ที่เป็นบวกหรือลบมากๆ ทำให้อนุภาคไม่รวมตัวกันและเสถียรในการแขวนลอย ในทางตรงกันข้ามถ้าอนุภาคมีค่า Zeta potential ที่ต่ำ ทำให้อนุภาคมารวมตัวและไม่เสถียรในการแขวนลอย อนุภาคมีความเสถียรในการแขวนลอย ต้องมีค่า Zeta potential น้อยกว่า -30 mV หรือมากกว่า +30 mV ดังรูปที่ 2.4 และปัจจัยที่สำคัญที่สุดที่มีผลต่อค่า Zeta potential คือ pH [28]



รูปที่ 2.5 แสดงช่วงของค่า Zeta potential ของอนุภาคที่มีความเสถียร [27]

ค่า Zeta potential ของตัวมันเอง ไม่มีค่า pH คือ จำนวนที่ไม่มีอยู่จริง ภาพอนุภาคในสารแขวนลอยที่มีค่า Zeta potential เป็นลบ ถ้าต่าง (Alkali) ที่เพิ่มเข้าไปในสารแขวนลอย ดังนั้นอนุภาคมีแนวโน้มมีประจุเป็นลบมาก ถ้ากรดที่เพิ่มเข้าไปในสารแขวนลอยเป็นจุดที่ทำให้ประจุลบกลายเป็นกลาง นอกจากนี้การเติมกรดยังเป็นสาเหตุทำให้เกิดการสะสมของประจุบวก ดังนั้น ค่าของ Zeta potential กับ กราฟ pH เป็นบวกที่ pH ต่ำและต่ำกว่าหรือเป็นลบที่ pH สูง จุดที่ลากผ่านมีค่า Zeta potential เป็นศูนย์ เรียกจุดนี้ว่า Isoelectric point ดังรูปที่ 2.6 [27]



รูปที่ 2.6 จุดไอโซอิเล็กทริก (Isoelectric point) [27]

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในงานวิจัยนี้ ทำการศึกษาใน 2 ขั้นตอนหลัก คือ ศึกษาเกี่ยวกับการขึ้นรูปฟิล์มหนา เลดเซอร์โคเนตไททานต ด้วยวิธีการขึ้นรูปโดยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติก และศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางไฟฟ้า ดังนี้

J. Van Tassel และคณะ (1999) [16] ศึกษากระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติกและเผาซินเตอร์ริงของฟิล์มหนาและฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานต กระบวนการอิเล็กโทรโฟรีติกใช้ต้นทุนต่ำ สำหรับการขึ้นรูปชิ้นงานมีความหนาแน่น ฟิล์มเลดเซอร์โคเนตไททานต ความหนาต่ำกว่า 5 ไมโครเมตร การก่อตัวของสารแขวนลอยของผงเลดเซอร์โคเนตไททานต เริ่มต้นการสะสมของผง

อนุภาคบนขั้วไฟฟ้าภายใต้อิทธิพล สนามไฟฟ้ากระแสตรง ตัวช่วยในการหลอมช่วงเผาซินเตอร์ริง ที่เกิดขึ้นการตกสะสมอนุภาคที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นกระบวนการรูปแบบฟิล์ม 10 ไมโครเมตร ที่ไม่มีรูพรุนปรากฏบนขั้วเทรต แสดง การมีวงวนฮีสเทอร์ซิซของโพลาริเซชัน เทียบเท่ากับตัวอย่างรวมจากการก่อตัว ผงตัวอย่างเริ่มต้น โพลาริเซชันเหลืออยู่ 33 uC cm^{-2} องค์ประกอบของฟิล์ม รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์บ่งชี้ว่าฟิล์ม เฟส PZT บริสุทธิ์

J. Ma และคณะ (2003) [17] ศึกษาการฟิล์มหนา Pb (Zr, Ti) โดยเทคนิคกระบวนการตกสะสม อิเล็กโทรโฟเรติก การนำคอลลอยด์เลดเซอร์โคเนตไททานต วัดค่า pH ที่เงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการตกสะสม กระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติกของฟิล์มหนาเลดเซอร์โคเนตไททานต การรักษาเสถียรภาพของไฟฟ้าสถิต ตั้งข้อสังเกตว่า ขนาดอนุภาคผงสามารถแสดงบทบาทความเสถียรของคอลลอยด์ ในกรณีที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย วัดได้ 0.5 ไมโครเมตร เป็นที่ยอมรับว่าอนุภาคที่ใหญ่กว่า 1 ไมโครเมตร ไม่ให้ความเสถียรภาพที่ดี เป็นอนุภาคที่ตกตะกอนอย่างรวดเร็ว อย่างไรก็ตาม ในทางกลับกันปริมาณตัวอย่างของผง เมื่อผงขนาดลดลงพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้น เป็นผลให้ออกซิเจนมากขึ้น ถูกดูดซับลงบนพื้นผิว และ pH ของคอลลอยด์ก็มีผลสำหรับในช่วงกรด การดูดซับไอออนบวกมาก พื้นผิวอนุภาคและ pH เปลี่ยนให้ค่าที่สูงขึ้น Zeta potential ค่าสูง การกระจายตัวของอนุภาค ในคอลลอยด์เหมาะในการก่อตัวอัดกันแน่นสม่ำเสมอ ผลของเงื่อนไขคอลลอยด์ที่ดีที่สุด ที่ให้สารแขวนลอยที่กระจายตัวดี ที่ pH 5 มีค่าสูงสุด

S. Doungdaw และคณะ (2005) [18] ศึกษาการเตรียมฟิล์มหนาเลดเซอร์โคเนตไททานต โดยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก (EPD) มากระจายตัวในเอทานอล และเติมสารตัวช่วยกระจายฟอสเฟตเอสเทอร์ (Phosphate ester, PE) ที่มีผลต่อการเกาะสะสม จากการทดลองได้ทำการเตรียมสารเลดเซอร์โคเนตไททานต 10 กรัม ละลายในเอทานอล 100 มิลลิลิตร นำไปกระจายด้วยอัลตราโซนิค ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกวนอย่างน้อย 30 นาที แล้วเติมฟอสเฟตเอสเทอร์ ปริมาณของการเติม 0.13 - 2.18 wt.% แล้ววัดค่า pH และ Conductivity เพื่อบ่งบอกถึงจุดที่เหมาะสมคือปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์ อยู่ในช่วง 0.41-1 wt% เมื่อปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์เพิ่มขึ้น ปริมาณการเกาะสะสมบนแผ่นขั้วเทรตก็มากขึ้น จากการศึกษาปริมาณน้ำหนักรวมเกาะสะสมกับ กระแสไฟฟ้าที่ต่างกันที่ 50, 100 และ 200 โวลต์ ผลการทดลองเมื่อปริมาณกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น น้ำหนักของการเกาะสะสมก็สูงขึ้นตาม แต่อย่างไรก็ตามเมื่อกระแสสูงขึ้น ชิ้นงานมีค่า

ความหนาแน่นต่ำ ผลการทดลองที่ 50 โวลต์ให้ค่าความหนาแน่นสูงสุด คือ 50 % มีพื้นผิวที่เรียบ ผลการทดลองเมื่อเติมตัวประสานชนิด Poly (vinyl butyral-covinyl alcohol-co-vinyl acetate (PVB) และ Polyethylenimine (PEI) ซึ่งงานมีความหนาแน่นมากขึ้น

S.Y.Ng และคณะ (2005) [19] ศึกษากระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโพสิทีฟ ของอนุภาค ขนาดซึบไมครอนเลดเซอร์โคเนตไททานต (PZT) ได้ดำเนินการในรูปแบบฟิล์มหนาพีแซดที่ความ หนามากกว่า 80 ไมครอน บนพื้นผิวโลหะที่แตกต่างกันรวมทั้ง แผ่นสแตนเลส, เส้นใย, ผสมเส้นใย และลวดนิโครม ในปฏิกิริยาสารแขวนลอยที่ไม่ ใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย เหมาะสำหรับกระบวนการ ตกตะกอนอิเล็กโทรโพสิทีฟ ได้จัดทำขึ้น โดยการผสม เครื่องทำความสะอาดด้วยแรงสั่น (Ultrasonically) อนุภาคเลดเซอร์โคเนตไททานต 0.5 กรัม ในสารละลาย Acetylacetone 50 มิลลิลิตร ควบคุมปริมาณการเติมไอโอดีน พารามิเตอร์กระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโพสิทีฟเช่น แรงดันไฟฟ้า น้ำหนักเกาะสะสมและองค์ประกอบของสารแขวนลอย พารามิเตอร์ถูกทำให้เหมาะสม น้ำหนักตก สะสมที่ได้รับไม่แตกคุณภาพสูง ฟิล์มเซรามิกสม่ำเสมอเลดเซอร์โคเนตไททานตที่เคลือบไฟเบอร์ เพื่อองค์ประกอบสำหรับการผลิตวัสดุผสมเพียโซอิเล็กทริก, วัสดุฉลาด ,เซนเซอร์ เช่นเดียวกับการ ผลิตเส้นใยเลดเซอร์โคเนตไททานตแบบกลวง

A.P. Abellard และคณะ (2012) [20] ศึกษาการเตรียมฟิล์มเลดเซอร์โคเนตไททานต โดย เทคนิคกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโพสิทีฟ สำหรับมุ่งเน้นทรานสดิวเซอร์ความถี่สูง ฟิล์มหนา เลดเซอร์โคเนตไททานตบนซึบเทรตแผ่นเรียบและแผ่นโค้ง สารเลดเซอร์โคเนตไททานตและ ตะกั่ว กระจายในเอทานอลสารแขวนลอยมีความเสถียรภาพและสะสมบนอลูมินาแผ่นเรียบที่ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าคงที่ 1.56 mA/cm^2 ที่ 90 วินาที และซึบเทรตทรงโค้งที่ไม่ผ่านการทำขั้ว ซึ่งงานตกสะสม เพาซินเตอร์ริงที่ 950 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศการควบคุมตะกั่ว ความหนาของฟิล์ม PZT บนฐานรองทรงโค้ง หนา 30 ไมโครเมตร และความพรุน 17 % ความหนาแฟกเตอร์คู่ควบ ประมาณ 50 % และค่าคงที่ไดอิเล็กทริก 320 ของฟิล์มที่ตกสะสมบนแผ่นเรียบ ความถี่โดยรวม 30 MHz

A.P. Abellard และคณะ (2012) [21] ศึกษากระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโพสิทีฟของ สารเลดเซอร์โคเนตไททานต การผลิตฟิล์มหนาและภาพถ่ายทางการแพทย์ (Medical imaging) ความถี่สูงฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานต ได้ทดลองเคลือบบนฐานรองรับแบบไม่เรียบ

โดยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติก ใช้อัลตราซาวด์ความถี่สูง 20 MHz สารเลดเซอร์โคเนตไททานเนตและอนุภาคตะกั่ว ทำให้เสถียรในสารละลายเอทานอลและตกตะกอนสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนตบนฐานรองรับที่มีรูปร่างโค้งงอ โดยผสมสาร PZT 98 % กับ PbO 2 % ในสารละลายเอทานอลผสม 4 ชั่วโมง ใช้ขั้วเซลล์วางแนวนอนให้แพลทินัมเป็นขั้วบวก ชั้วตรงตรงโค้งเคลือบทองเป็นขั้วลบใช้แรงดันไฟฟ้าในการตกตะกอน 1 mA ที่ 1 นาที ระยะห่าง 18 มิลลิเมตรขึ้นงานฟิล์มเผา 900 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง จากนั้นทำขั้วไฟฟ้า ที่น้ำมันซิลิโคน 150 องศาเซลเซียส กระแสไฟฟ้า 6 kV/mm นาน 5 นาที การเตรียมฟิล์มบางเพียโซอิเล็กทริกบนฉาบตรงแผ่นไม้เรียบ ความหนาที่ 38 ไมโครเมตร ความพรุน 20 % เป็นผลทำให้สมบัติทางกลไฟฟ้า ($K_t \approx 37$) ในการผลิตด้วยวิธีนี้มีประสิทธิภาพสูงสอดคล้องกับการนำไปใช้งานทรานสดิวเซอร์ความถี่สูง มีความถี่ 20 MHz และ a - 6 dB สัมพันธ์ Bandwidth 110 % แสดงให้เห็นว่า กระบวนการตกตะกอน อิเล็กโทรโฟรีติกที่เหมาะสม คุณภาพสูง ต้นทุนต่ำ

สรุปผลการทดลองที่เกี่ยวข้องจากการทบทวนเอกสารข้างต้น จากงานวิจัยที่เกี่ยวกับวิธีการกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติก ดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 แสดงผลการสรุปผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องของกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติก

งานวิจัย	Sintering Temperature (°C)		Thickness		Relative density (%)		สมบัติทางไฟฟ้า					Ref
	Pillets	Films	mm	µm	Pillets	Films	ϵ	$\tan\delta$	P_r ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	E_c (kv/cm)	K_t (%)	
1.การเตรียมฟิล์ม PZT หนา/บาง โดยวิธี EPD และเผาซินเตอร์	1250	900	1.4	10	95		750	0.032				[16]
2.กระบวนการ EPD ของสาร PZT และวิเคราะห์คอลลอยด์						64						[17]
3.กระบวนการ EPD ของผง PZT ในเอทานอลใช้ฟอสเฟตเอสเทอร์กระจายตัว		1100, 1200	1-3			99			38	20		[18]
4.ฟิล์มเลดเซอร์โคเนตไททานเนตบนฉาบตรงโดยวิธี EPD		800, 1000, 1150		40, 80								[19]
5.การเตรียมฟิล์มหนา PZT โดยกระบวนการ EPD สำหรับความถี่สูงมุ่งเน้นทรานสดิวเซอร์		950		30		66	320				30	[20]
6.กระบวนการ EPD ของสาร PZT การผลิตฟิล์มหนาความถี่สูงและภาพถ่ายทางกายภาพ		900	38			64	660				37	[21]

ที่มา:[16] J.Van Tassel et.al.,(1999). Journal of the European Ceramic Society.19, 955-958

[17] J. Ma et.al., (2003) Materials Letters. 57, 4648-4654

[18] S.Doungdaw et.al., (2005). Science and Technology of Advanced Materials. 6, 927-932

[19] S.Y.Ng et.al., (2005).Materials Science and Engineering B 166, 208-214

[20] A.P. Abellard et.al., (2012) Ultrasonics Symposium (IUS), IEEE International, 1-4

[21] A.P. Abellard et.al., (2012). Proceedings of the Acoustics, hal-00810992, 3337–3342

จากการทบทวนเอกสารข้างต้นพบว่า พารามิเตอร์ที่เด่นที่สุดและมีอิทธิพลต่อกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติก คือ พารามิเตอร์เกี่ยวกับกระบวนการ ได้แก่ สนามไฟฟ้าที่ให้ เวลาการตกตะกอน และความเข้มข้นอนุภาคในสารแขวนลอย สนามไฟฟ้าที่สูงช่วยให้ได้การตกตะกอนที่สม่ำเสมอ นอกจากนี้อัตราการตกตะกอนที่สูงขึ้นคาดว่ามาจากการเพิ่มความเข้มข้นของอนุภาคและเวลาในการตกตะกอน



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้กล่าวถึงขั้นตอนและวิธีการทดลองรวมไปถึงเครื่องมือและอุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้ในการวิจัย การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตไททานเนตในรูปคอลลอยด์ ปริมาณการเติมฟอสเฟตเอสเทอร์ต่างๆโดยเทคนิคกระบวนการตกตะกอนอเล็กโทรโฟริติก จากนั้นจึงกล่าวถึงขั้นตอนการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มบางที่เตรียมได้โดยมีรายละเอียดแสดงไว้ตามลำดับดังนี้

3.1 สารเคมี

3.1.1 สารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร JA-1 (JA-1; JK Precision Electric Co., Korea)

Relative density (RD) = 7.7 g/cm³

3.1.2 ไตรบิวทิลฟอสเฟต (Butyl acid phosphate (C₄H₉O)_nP(O)(OH)_{3-n}, n=1,2 (Johoku Chem. Co., Ltd, Japan)

3.1.3 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์พีวีบี (Poly; vinyl butyral-co-vinyl alcohol-co-vinyl acetate, Sigma - Aldrich Corp., USA)

3.1.4 โพลีเอธิลีนมีน (Polyethylenimine, Wako Pure Chem.Ind. Ltd, Japan)

3.1.5 เอทานอล (Ethanol (>99.5%))

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือการวิเคราะห์

3.2.1 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD)

3.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.2.3 เครื่อง Poling

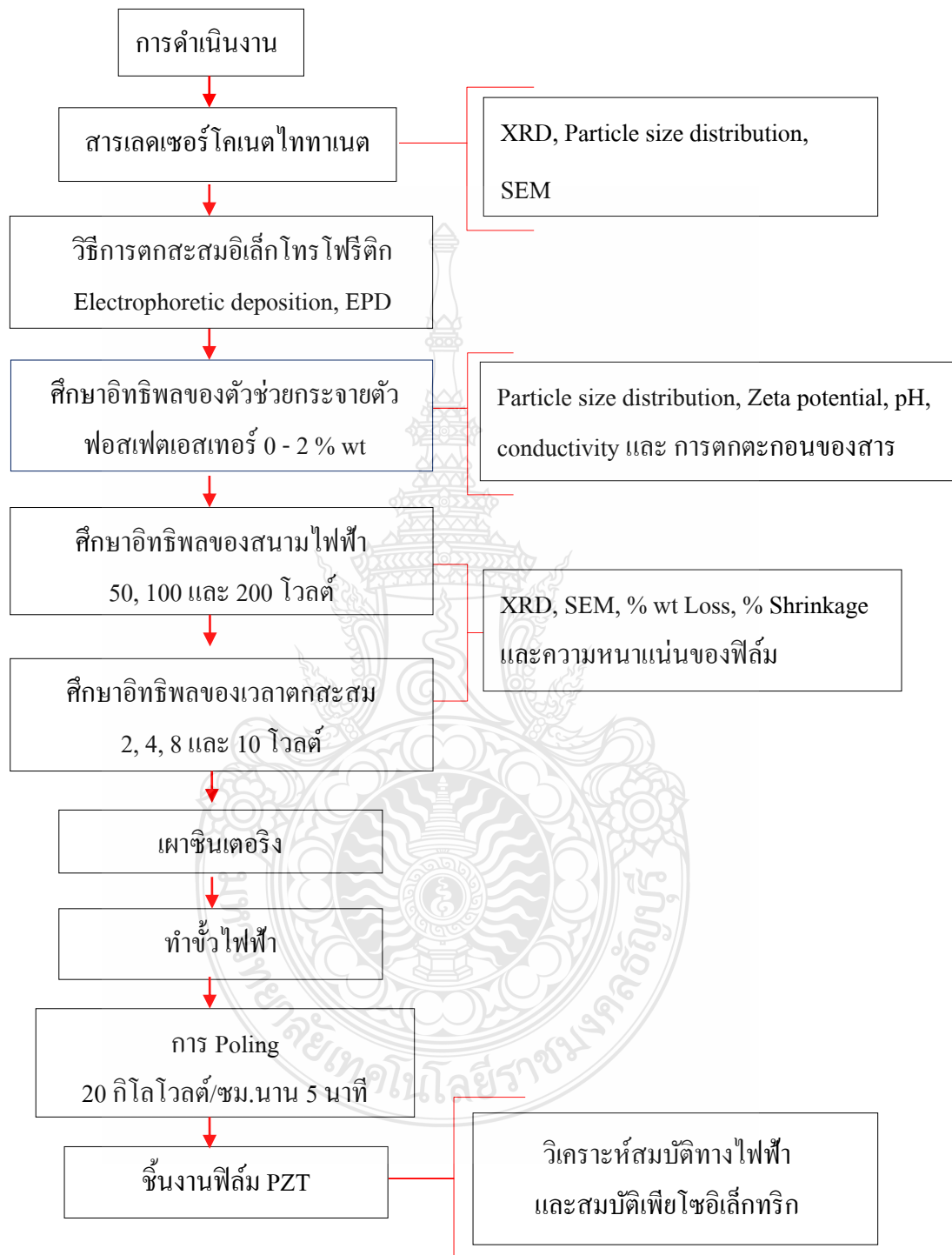
3.2.4 เครื่อง Impedance analyzer

3.2.5 เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply)

3.2.6 เครื่อง Planetary

- 3.2.7 เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)
- 3.2.8 เครื่อง Piezo d-meter Model CADT
- 3.2.9 เครื่อง Zetasizer analyzer
- 3.2.10 เครื่องขัดตัวอย่าง
- 3.2.11 เครื่องอัดเท่ากันทุกทิศทาง (Cold isostatic press, CIP)
- 3.2.12 เครื่องซั่งดิจิตอลความละเอียด 4 ตำแหน่ง
- 3.2.13 เครื่องไอออนสปัตเตอริง (Ion Sputtering)
- 3.2.14 เครื่องกวน (Stirred)
- 3.2.15 เครื่องวัด pH meter
- 3.2.16 เครื่องวัด pH Conductivity
- 3.2.17 เครื่องอัลตราโซนิก
- 3.2.18 เครื่องมือวัด เวอร์เนียร์ดิจิตอล
- 3.2.19 เตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูง
- 3.2.20 ตู้อบสาร 200 องศาเซลเซียส
- 3.2.21 ชุดทดสอบหาความหนาแน่นอาร์คมีดิส
- 3.2.22 กระบอกตวง
- 3.2.23 ซ้อนตักสาร
- 3.2.24 พาราฟิน
- 3.2.25 หลอดหยด
- 3.2.26 ฐานตั้ง (Stand)
- 3.2.27 แผ่นรองรับกลม (Disk) Platinum (Pt) เส้นผ่านศูนย์กลาง 8.5 มิลลิเมตร
- 3.2.28 แผ่น Stainless steel ขนาด 2.7×4.4 เซนติเมตร
- 3.2.29 Magnetic stirrer ขนาด 2 - 3 เซนติเมตร
- 3.2.30 ตะแกรงร้อนมาตรฐาน 320 เมช
- 3.2.31 บีกเกอร์ขนาด 50, 100 และ 250 มิลลิลิตร

3.3 วิธีการทดลอง



รูปที่ 3.1 แผนดำเนินงานวิจัย

3.3.1 ขั้นตอนการทดสอบวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนตทางการค้า ก่อนนำมาใช้ในการเตรียมฟิล์มบางโดยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรติก

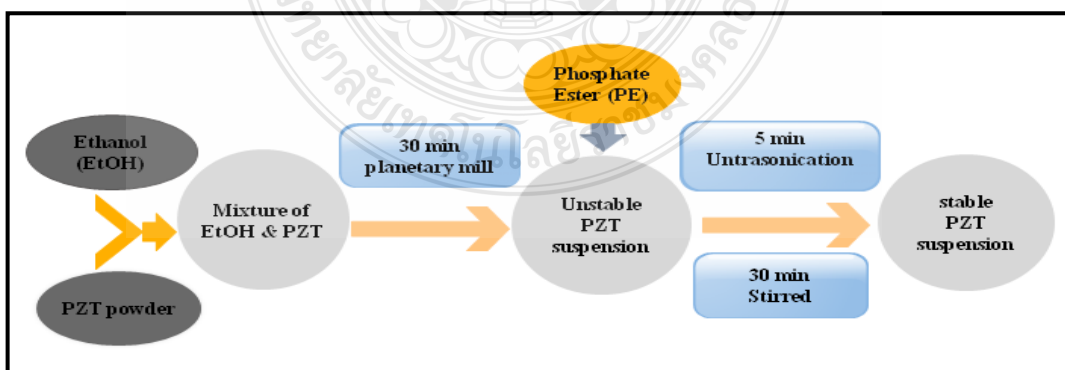
3.3.1.1 นำผงเลดเซอร์โคเนตไททานเนต (PZT JA-1, JK Precision Electric, Korea) มาทดสอบวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและองค์ประกอบด้วยเทคนิค X-ray diffraction โดยใช้มุม 2 θ จาก 20 ถึง 80 องศาแล้วนำดิฟแฟร็กโตแกรมและค่าระยะห่างระหว่างระนาบที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานจากฐานข้อมูลของ JCPDS (Joint Committee on Power Diffraction Standard file) ในการวิเคราะห์เฟสของสาร

3.3.1.2 นำผงเลดเซอร์โคเนตไททานเนต (PZT JA-1, JK Precision Electric, Korea) มาทดสอบวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

3.3.1.3 นำผงเลดเซอร์โคเนตไททานเนต (PZT JA-1, JK Precision Electric, Korea) มาทดสอบวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิค Laser scattering ด้วยเครื่อง Malvern Instrument 2000

3.3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนตกระจายในเอทานอล

ขั้นตอนที่สำคัญของวิธีกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรติก (EPD) ส่วนหนึ่งคือการเตรียมสารแขวนลอยให้มีความเสถียร (Stability) ดังรูปที่ 3.2 หรือสารแขวนลอยที่ใช้ต้องไม่ตกตะกอนในระหว่างกระบวนการเตรียมฟิล์ม ต่อไปจะกล่าวถึงการเตรียมสารแขวนลอยที่ใช้ในการทดลองดังนี้



ดังรูปที่ 3.2 แผนผังการเตรียมสารแขวนลอยเลดเซอร์โคไททานเนต

3.3.3 การเตรียมสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานตสำหรับกระบวนการตกตะกอน อิเล็กโทรโฟรีติก ดังรูปที่ 3.4

3.3.3.1 ทำการชั่งผงเลดเซอร์โคเนตไททานต ปริมาณ 10 กรัม ละลายในสารละลายเอทานอลเกรด 99.5 % ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.3.3.2 นำสารละลายมาเข้าเครื่อง planetary สำหรับการบดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน ความเร็วในการหมุน 400 rpm (รอบต่อนาที) เป็นเวลา 30 นาที

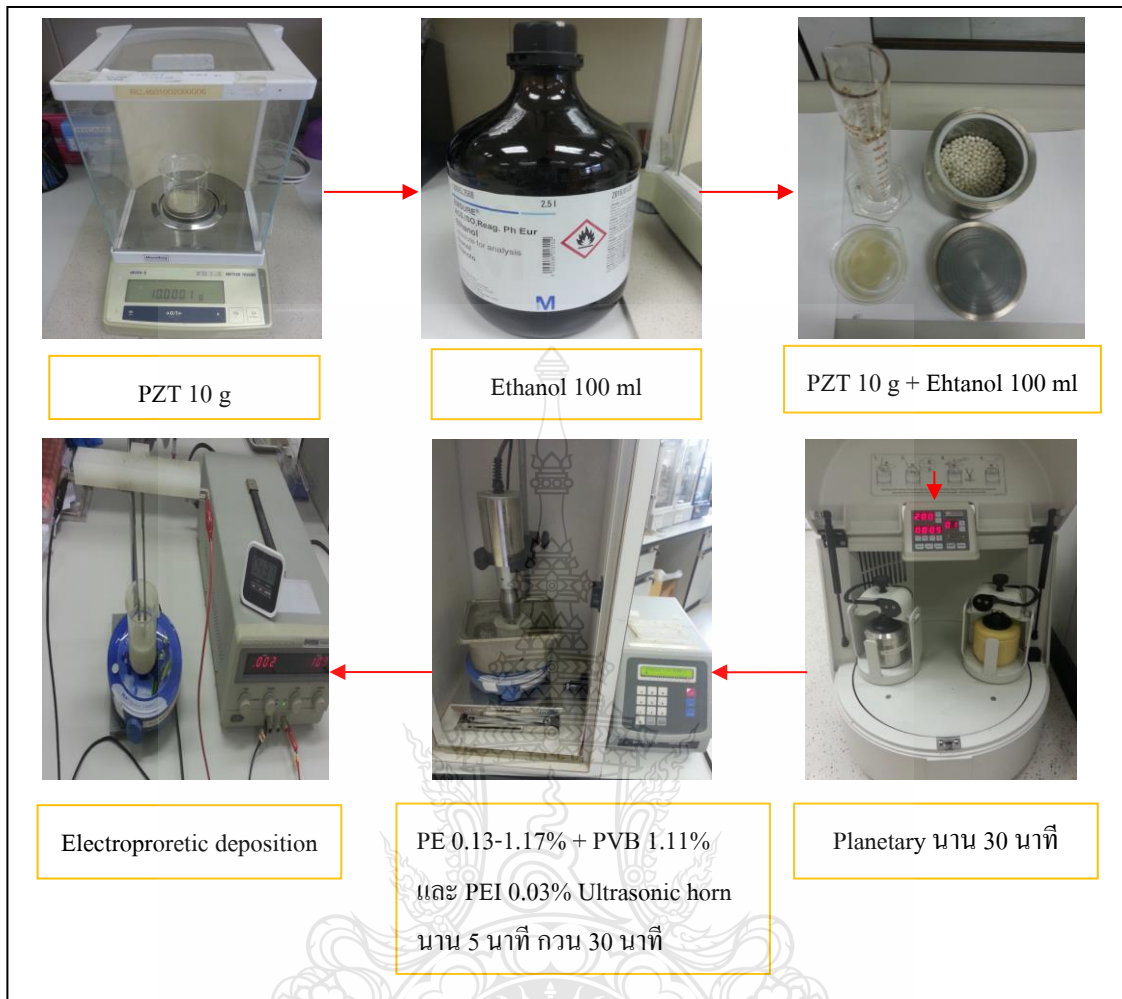
3.3.3.3 เติมสารช่วยกระจายตัว phosphate ester ที่สัดส่วน 0.13, 0.26, 0.39, 0.52, 0.65, 0.78, 0.91, 1.04 และ 1.17% โดยน้ำหนัก และเติมสาร PVB 1.11% และ PEI 0.03% โดยน้ำหนักลงในสารละลายปิดด้วยพาราฟิล์มเพื่อป้องกันการระเหยของสารละลาย

3.3.3.4 จากนั้นทำการสั่นในเครื่องอัลตราโซนิค ที่ความถี่ 20 kHz ความแรง 150 วัตต์ นาน 5 นาที พร้อมกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก จากนั้นกวนทิ้งไว้ 30 นาที

3.3.3.5 สารแขวนลอยหลังการสั่นจะถูกนำไปทดสอบเสถียรภาพด้วยการตั้งทิ้งไว้ ดังรูปที่ 3.3 เพื่อสังเกตและเปรียบเทียบจำนวนเวลาที่สารแขวนลอยในเงื่อนไขต่างๆ เริ่มมีการตกตะกอน และการทดสอบวิเคราะห์สารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานตในขั้นตอนต่อไป



รูปที่ 3.3 สารแขวนลอยของเลดเซอร์โคเนตไททานตในเอทานอลและเติมสารฟอสเฟตเอสเทอร์ ที่สัดส่วนต่างๆ



รูปที่ 3.4 การเตรียมสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนต

3.3.4 ขั้นตอนการทดสอบวิเคราะห์สารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนตในเอทานอล

3.3.4.1 วิเคราะห์หาขนาดอนุภาค โดยใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาค Laser particle size distribution analyzer ดังรูปที่ 3.5

3.3.4.2 วัดค่า pH และ Conductivity เพื่อหาจุดที่เหมาะสมในการเติมฟอสเฟตเอสเทอร์ ด้วยเครื่อง pH meter และเครื่องวัดความนำไฟฟ้า (ES-12 Horiba) ดังรูปที่ 3.6

3.3.4.3 การวัดศักย์ซีต้า (Zeta potential) สามารถใช้อธิบายพฤติกรรมของอนุภาคได้ โดยใช้เครื่อง Zetasizer Nano ZS ดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.5 เครื่อง Laser particle size distribution analyzer รุ่น Mastersizer 2000



รูปที่ 3.6 เครื่อง pH meter และเครื่องวัดความนำไฟฟ้า รุ่น ES-12Horiba



รูปที่ 3.7 เครื่อง Zetasizer Nano ZS

3.3.5 ขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าสำหรับกระบวนการอิเล็กโทรโฟรีติก

การเตรียมขั้วไฟฟ้าขั้วแคโทดและขั้วแอโนด

- 1) ตัดแผ่นแพลทินัมขนาด $\phi = 8.5$ มิลลิเมตร เพื่อทำเป็นขั้วลบ
- 2) ตัดแผ่น Stainless steel ขนาด 2.7×4.4 เซนติเมตร เพื่อทำเป็นขั้วบวก
- 3) ล้างด้วยผงซักฟอกเพื่อขจัดคราบไขมัน
- 4) ขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 2000 เมช เพื่อให้เงาวาวและเพื่อขจัดออกไซด์

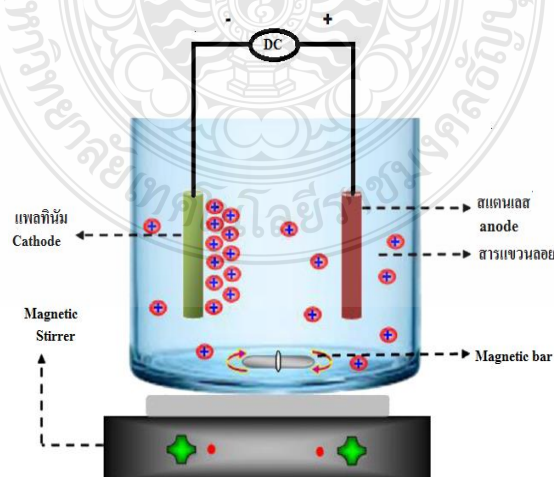
จากนั้นล้างด้วยอะซิโตนและเอทานอลตามลำดับ

3.3.6 ขั้นตอนกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติก สำหรับเตรียมฟิล์มบนฐานรองแพลทินัม (ลบ) และใช้สแตนเลสเป็นขั้วบวก

ในขั้นตอนนี้เป็นการเตรียมฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททานเนตบนฐานรองแพลทินัม (ขั้วลบ) และใช้สแตนเลสเป็นขั้วบวก โดยการเติมสารฟอสเฟตเอสเทอร์ลงในสารแขวนลอยเลเซอร์โคเนตไททานเนต เพื่อช่วยในการกระจายตัวสารแขวนลอย

3.3.6.1 เตรียมขั้วไฟฟ้าขั้วบวกและขั้วลบจากแผ่นฐานรองแพลทินัมและสแตนเลส ตามหัวข้อที่ 3.3.5

3.3.6.2 จากนั้นทำการติดขั้วบวกและขั้วลบเข้าด้วยกัน โดยให้ระยะห่างระหว่างขั้วทั้งสองเป็น 20 เซนติเมตร แล้วนำขั้วดังกล่าวจุ่มลงในสารแขวนลอยที่เตรียมไว้ โดยแผนภาพลักษณะการทดลองแสดงดังรูป 3.8



รูปที่ 3.8 กระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติกสำหรับเตรียมฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททานเนต

3.3.7 ขั้นตอนการทดสอบวิเคราะห์ชิ้นงานฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททานเนต

3.3.7.1 การอบแห้ง (Drying)

นำแผ่นฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททานเนตที่ได้จากกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟริติก ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเพื่อไม่ให้ฟิล์มแตกได้ง่าย

3.3.7.2 การอัดขึ้นรูป (Pressing)

นำแผ่นฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททานเนตที่แห้งดีแล้วนำมาอัดให้แน่นขึ้นโดยใช้เครื่องอัดเท่ากันทุกทิศทาง (Cold isostatic pressing) ดังได้กล่าว แสดงในรูปที่ 3.9 ด้วยความดัน 2000 kg/cm^2 เพื่อให้เนื้อสารแน่นยิ่งขึ้น จากนั้นแกะชิ้นงานนำไปอบแห้งเพื่อไล่ความชื้น อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนกว่าจะแห้งจากนั้นนำมาชั่งน้ำหนักก่อนการเผาซินเตอร์ริง เพื่อหาน้ำหนักหลังเผา

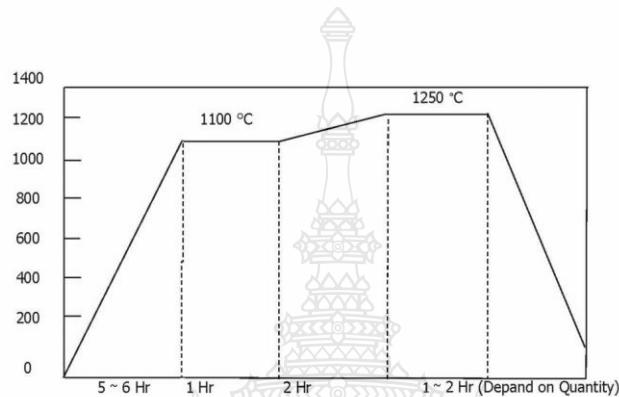


รูปที่ 3.9 เครื่องอัดเท่ากันทุกทิศทาง (Cold isostatic press, CIP)

3.3.7.3 การเผาซินเตอร์ริง (Sintering)

การเผาซินเตอร์ริงหรือการเผาจนถึงจุดที่มีการเชื่อมติดกันของอนุภาค (Densification) เป็นการเผาเพื่อให้เนื้อสารแน่นขึ้น มีรูพรุนน้อยลง และเป็นขั้นตอนสุดท้ายในกระบวนการเตรียมฟิล์มบางเลเซอร์โคเนตไททานเนต เผาซินเตอร์ริงที่ 1250 องศาเซลเซียส แต่เนื่องจากที่อุณหภูมิสูง เกิน 900 องศาเซลเซียส จะเกิดการระเหยของตะกั่วออกจากชิ้นงาน ทำให้อัตรา

ส่วนผสมคิดไปมีผลต่อสมบัติของวัสดุ เช่น ค่า k_p ดังนั้นจึงต้องมีการใส่ผงตะกั่วไว้ในด้วยเผาเพื่อควบคุมความดันไอของตะกั่วเพื่อให้อบวนด้วยตะกั่ว เพราะตะกั่วสูญเสียง่าย และปิดผนึกด้วยอะลูมินาผสมเซอร์โคเนีย อัตราส่วน 1:1 จากนั้นผสมกับน้ำปิดผนึกด้วยอะลูมินา เพื่อช่วยป้องกันการระเหยของตะกั่ว แล้วเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราการให้ความร้อนในการเผาซินเตอร์ริง ดังแสดงในรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แผนภูมิอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ริง (Sintering profile)

3.3.7.4 การตกแต่งชิ้นงาน

ชิ้นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานตที่ผ่านการเผาซินเตอร์ริงนำด้านฟิล์มบางมาขัดให้เรียบเงา ด้วยเบอร์ 2500 เมฆ จากนั้นจึงนำไปล้างทำความสะอาดด้วยเครื่อง Ultrasonic cleaner เพื่อขจัดสิ่งสกปรก แล้วนำไปอบให้แห้งก่อนนำชิ้นงานไปทำขั้ว

3.3.7.5 การทำขั้ว

การทำ sputtering เป็นการทำขั้วอีกวิธีหนึ่งที่ทำให้ความบริสุทธิ์ค่อนข้างสูง เนื่องจากทำในสภาพสุญญากาศ โลหะจะเกาะที่ผิวของชิ้นงานโดยการให้กระแสไฟฟ้าเข้าไป ทำให้ก๊าซอาร์กอนเกิดการแตกตัวเป็น Ar^+ อีออน กับอิเล็กตรอน Ar^+ อีออน จะไปชนวัสดุเป้าหมาย ทำให้โมเลกุลของวัสดุเป้าหมาย (โลหะที่ต้องการเคลือบบนผิวของเซรามิกส์) หลุดออกในลักษณะที่เรียกว่า พลาสมา (Plasma) และเคลือบบนผิวของชิ้นงานจากอุปกรณ์การทำขั้วโดยวิธี Sputtering ดังแสดงในรูปที่ 3.11 นิยมกันมากในงานที่ต้องการชิ้นงานประสิทธิภาพสูงและมีรูปร่างซับซ้อน แต่ค่อนข้างแพงเพราะต้องทำในระบบสุญญากาศ



รูปที่ 3.11 เครื่องสปัตเตอริง (Sputter coater)

3.3.7.6 การทำ Polarization

การทำ Polarization หรือการทำ Poling คือการให้สนามไฟฟ้าตรงผ่านสาร เพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวของไดโพล (Dipole) ขั้วไฟฟ้าของสารให้อยู่ในแนวเดียวกับทิศของสนามไฟฟ้าที่ให้ เลือกการ Poling แบบ Conventional polarization เป็นการทำ Poling ที่อุณหภูมิห้อง และผ่านสนามไฟฟ้าที่มีความเข้มสนามสูงพอ ทำให้โดเมนในสารนั้นมีการจัดเรียงขึ้นใหม่ การทำ Conventional polarization เหมาะสำหรับการ Pole สารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต เพราะการให้ความร้อนแก่สารเลดเซอร์โคเนตไททานเนตสูงกว่าอุณหภูมิคูรี ทำให้ความต้านทานไฟฟ้าของสารลดลง และมีสถานะการนำไฟฟ้าดีที่อุณหภูมิสูง โดยการให้ไฟฟ้ากระแสตรงผ่านเข้าไปโดยใช้แรงดันไฟฟ้าสูง 20 kv/cm ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลานานประมาณ 5 นาที

3.4 การทดสอบวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต

3.4.1 การวัดสมบัติทางกายภาพ

1) หาคความหนาแน่นและการหดตัวของฟิล์มบาง

การหาความหนาแน่นของสาร ทำได้โดยการนำชิ้นตัวอย่างที่ผ่านการเผาซินเตอร์ริง นำไปพักไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น (Desiccators) แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักแห้ง

(Dry weight) จากนั้นจึงนำชิ้นตัวอย่างไปต้มในน้ำที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยการต้มนั้นต้องให้น้ำท่วมชิ้นตัวอย่างตลอดเวลาจากนั้นทิ้งไว้ในน้ำ 24 ชั่วโมง แล้วจึงไปนำชิ้นน้ำหนักในน้ำ (Immersing weight) ก่อนนำไปชั่งน้ำหนักอิ่มตัว (Saturated weight) โดยใช้ผ้าชุบน้ำบิดให้หมาดแล้วเช็ดน้ำส่วนเกินที่ผิวออก แล้วจึงทำการชั่งน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างแล้วนำค่าน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างมาคำนวณหาความหนาแน่นตามสูตร

$$\text{ความหนาแน่นของตัวอย่าง (Bulk density)} = dw / (sw-iw)$$

$$\text{ความหนาแน่นปรากฏ (Apparent density)} = dw / (dw-iw)$$

$$\text{ปริมาตรรูพรุน (Apparent porosity)} = (sw-dw) / (sw-iw)$$

$$\text{การดูดซึมน้ำ (Water absorption)} = (sw-dw) / dw$$

เมื่อ

$$dw = \text{Dry weight}$$

$$iw = \text{Immersing weight}$$

$$sw = \text{Saturated weight}$$

2) การวัดค่าการหดตัวของชิ้นงาน

นำฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต มาวัดขนาดก่อนนำไปเผาซินเตอร์িংหลังจากเผาชิ้นงานตัวอย่างมาวัดค่าการหดตัวของสารสามารถคำนวณได้จากสูตร

$$(\%) \text{ การหดตัว} = (L_1 - L_2) / L_1 \times 100$$

โดยที่

L_1 คือ ความยาวของเส้นผ่านศูนย์กลางก่อนเผาซินเตอร์িং

L_2 คือ ความยาวของเส้นผ่านศูนย์กลางหลังเผาซินเตอร์িং

3.4.2 การตรวจสอบเฟสด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD)

นำฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนตมาวางในช่อง Aluminum holder แล้วยึดกับดินน้ำมัน จากนั้นจึงนำไปเข้าเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) ดังรูปที่ 3.11 การวิเคราะห์โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) ใช้แรงเคลื่อนไฟฟ้า 30 กิโลโวลต์ กระแส 30 มิลลิแอมป์ Scattering slit 1.0 องศา Divergence slit 1.0 องศา Receiving slit 0.15 mm โดย Scan ในช่วง $2\theta = 20 - 80$ องศา ด้วยอัตราเร็ว 2 องศา/นาที



รูปที่ 3.12 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD)

3.4.3 การศึกษาพื้นผิวของฟิล์มบางด้วยเครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ดังรูปที่ 3.13 มีขั้นตอนการศึกษา ดังนี้

3.4.3.1 นำชิ้นงานวางลงบนแท่นวาง (Stub) ด้วยเทปคาร์บอนสองหน้าโดยให้ด้านที่ต้องการวัดอยู่ด้านบน ฉาบชิ้นงานด้วยทองเพื่อให้ชิ้นงานสามารถนำไฟฟ้าได้

3.4.3.2 กำหนดค่าในโปรแกรมให้ใช้ความต่างศักย์ kV กระแส mA กำลังขยาย 10000 เท่า และ 20000 เท่า นำผลที่ได้มาศึกษาและวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มบางเพื่อดูรูปร่างและลักษณะของเกรนและรูพรุนที่บริเวณต่างๆ



รูปที่ 3.13 เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM)

3.4.4 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเพียโซอิเล็กทริก

คุณสมบัติเพียโซอิเล็กทริกแสดงเฉพาะสารที่มีโครงสร้างผลึกแบบ Non symmetry เมื่ออยู่สภาวะความเครียดจะผลิตประจุไฟฟ้าในทางตรงข้าม เมื่ออยู่ภายใต้สนามไฟฟ้าจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดรูปร่างของวัสดุ

เพียโซอิเล็กทริกเซรามิกส์ ที่นำมาใช้ประโยชน์มีคุณสมบัติที่สำคัญดังนี้

1) ค่า Coercive power สูงคือเซรามิกส์สามารถรับ Input power สูงอย่างต่อเนื่องและใช้งานที่มีความเครียดทางกลสูงๆ คุณสมบัติของกลุ่มนี้คือ Dielectric และ Mechanical loss ต่ำ แม้จะอยู่ในสภาวะ Displacement amplitude และ Acoustic intensities สูง

2) การใช้งานด้าน Sensor คุณสมบัติค่าความไวตอบสนองของประจุไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้าสูงและค่า Displacement สูง และค่า Dielectric constant และ Resistivity สูง และ ค่า Ageing ต่ำ โดยทั่วไปเซรามิกส์จะต้องมีความสามารถ Displacement สูงโดยการให้ศักย์ไฟฟ้าบวกคงที่ แต่จะถูกจำกัดการใช้งานกรณีของ Dynamic transducer เพราะ Dielectric dissipation ที่ค่า Amplitude (ความสูงของคลื่น)

3.4.4.1 การวัดค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric constant, d_{33})

Piezoelectric Constant คือ ค่าคงที่ในการเปลี่ยนรูปทรง Piezoelectric เป็นผลจากการบิดความแรงสนามไฟฟ้าแบบเดียวกัน โดยปราศจากความเค้น ค่านี้สามารถวัดได้โดยตรงจากการวัดเครื่อง Piezo d-meter Model CADT เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวัดค่า d_{33} ดังรูปที่ 3.14 หลักการคือ การให้แรงกลที่เป็นฟังก์ชันไซน์ กระทำต่อผลึกเพียโซอิเล็กทริก ซึ่งจะก่อให้เกิดบริเวณผิวของอิเล็กโทรดเกิดประจุไฟฟ้าที่มาจากศักย์ไฟฟ้าผ่านตัวเก็บประจุ (C) แล้ววัดค่าชาร์จที่ได้ โดยที่ปริมาณของ ประจุไฟฟ้าจะสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณของแรงกลที่กระทำต่อผลึก สมการที่ใช้คำนวณหาค่า d_{33}

เมื่อ

$$d_{33} = K_{33} (\mathcal{E}_r / Y_{33}^E)^2$$

$$\mathcal{E}_r = \text{dielectric constant}$$

$$Y_{33}^E = \text{Young's modulus (N/m}^2\text{)}$$

$$K_{33} = \text{Electromechanical coupling coefficient}$$



รูปที่ 3.14 เครื่อง Piezoe d-meter Model CADT

3.4.4.2 การวัดค่าความจุไฟฟ้า (Dielectric Constant)

การวัดค่าความจุไฟฟ้า (Dielectric Constant) ค่า Dielectric constant เป็นอัตราส่วนระหว่างปริมาณของพลังงานที่บรรจุได้ในสาร Dielectric ต่อพลังงานที่บรรจุได้ในอากาศที่มีปริมาณเท่ากัน ซึ่งเป็นการวัดค่าความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า (Capacitance) สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\epsilon_r = C^f d / \epsilon_0 A$$

เมื่อ

C^f = ค่าความจุไฟฟ้าที่วัดที่ความถี่ 1 KHz (F)

d = ความหนาของชิ้นงาน (m)

ϵ_0 = 8.854×10^{-12} (F/m)

A = พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน (m^2)

3.4.4.3 การคำนวณค่า Coupling coefficient (k_p)

ค่า k_p เป็นค่าที่บอกความสามารถของสาร Piezoelectric transducer ในการเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานกลหรือเปลี่ยนพลังงานกลเปลี่ยนเป็นพลังงานไฟฟ้า ค่า k_p ขึ้นอยู่กับรูปแบบของการสั่นในการวัดค่า k_p ของชิ้นงานที่ขึ้นรูปเป็นแผ่นกลมซึ่งใช้ในการวิจัยนี้ไม่อาจวัดค่าโดยตรงได้ แต่สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$k_p = (2.529 (f_a - f) / f)$$

เมื่อ f_a = Anti-resonance frequency (Hz)

f_r = Resonance frequency (Hz)

ค่า f_a และ f_r สามารถวัดค่าได้จากเครื่อง Impedance Analyze



รูปที่ 3.15 เครื่อง Impedance Analyze

3.4.4.4 การคำนวณค่า Mechanical quality factor (Q_m)

การคำนวณค่า Mechanical quality factor (Q_m) เป็นค่าที่บอถึงความสามารถในการส่งผ่านความถี่ของสาร Piezoelectric transducer ขณะที่มันส่งผ่านคลื่นความถี่ ซึ่งงานจะเกิดการยืดหยุ่น (Elasticity) ซึ่งงานที่มีค่า Q_m สูง แสดงถึงการสูญเสียความยืดหยุ่นต่ำ จะคืนกลับสภาพเดิมได้อย่างสมบูรณ์ ดังนั้น พลังงานที่จ่ายให้กับชิ้นงานก็จะไม่สูญเสียไปเป็นพลังงานรูปอื่น ค่า f_a , f_r , Z_r และ C^f สามารถวัดค่าได้จากเครื่อง Impedance Analyzer มีลักษณะ ดังรูปที่ 3.15 หลักการคือ การให้แรงกลที่เป็นฟังก์ชันไซน์ กระทำต่อผลึกเพียโซอิเล็กทริก ซึ่งจะทำให้บริเวณผิวของอิเล็กโทรดเกิดประจุในการคำนวณค่า Q_m ของสารคำนวณได้จากสมการ

$$Q_m = f_a / 2\pi f_r Z_r C^f (f_a^2 - f_r^2)$$

เมื่อ f_a = Anti-resonance frequency (Hz)

f_r = Resonance frequency (Hz)

Z_r = Impedance ที่ความถี่เรโซแนนซ์ (Ω)

C^f = ค่าความจุทางไฟฟ้า วัดที่ความถี่ 1 KHz

บทที่ 4

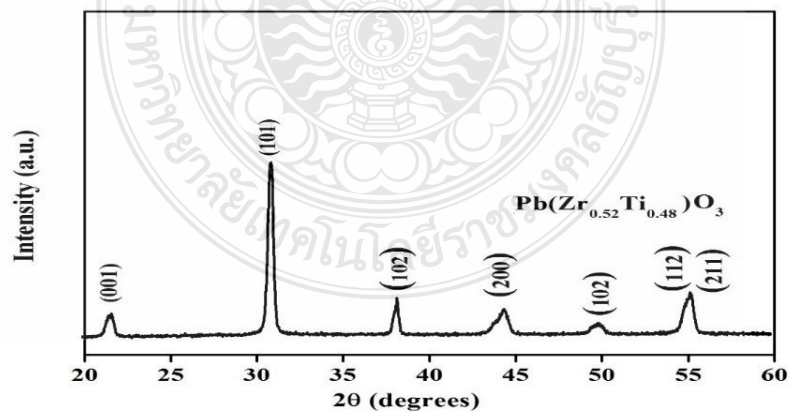
ผลการดำเนินงานและวิเคราะห์

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนตโดยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรติก ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางซึ่งทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Diffractometer (XRD) และด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) รวมถึงการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนตที่เตรียมได้ มีดังต่อไปนี้

4.1 ผลการวิเคราะห์ทดสอบผงเลดเซอร์โคเนตไททานเนต

4.1.1 ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบ

สารเลดเซอร์โคเนตไททานเนตที่เลือกใช้เป็นสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร PZT JA-1 ชนิด soft เป็นผงทางการค้า จากการศึกษาด้วยเทคนิค X-ray Diffractometer (XRD) และทำการเทียบกับ peak มาตรฐาน แสดงดังรูปที่ 4.1 และตารางที่ 4.1 พบว่าผงสูตร PZT JA-1 ที่ใช้ในการทดลองมีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ ซึ่งเป็น PZT มีโครงสร้างผลึกแบบ Tetragonal ซึ่งมี Lattice parameter คือ $a = 4.036$ และ $c = 4.146$



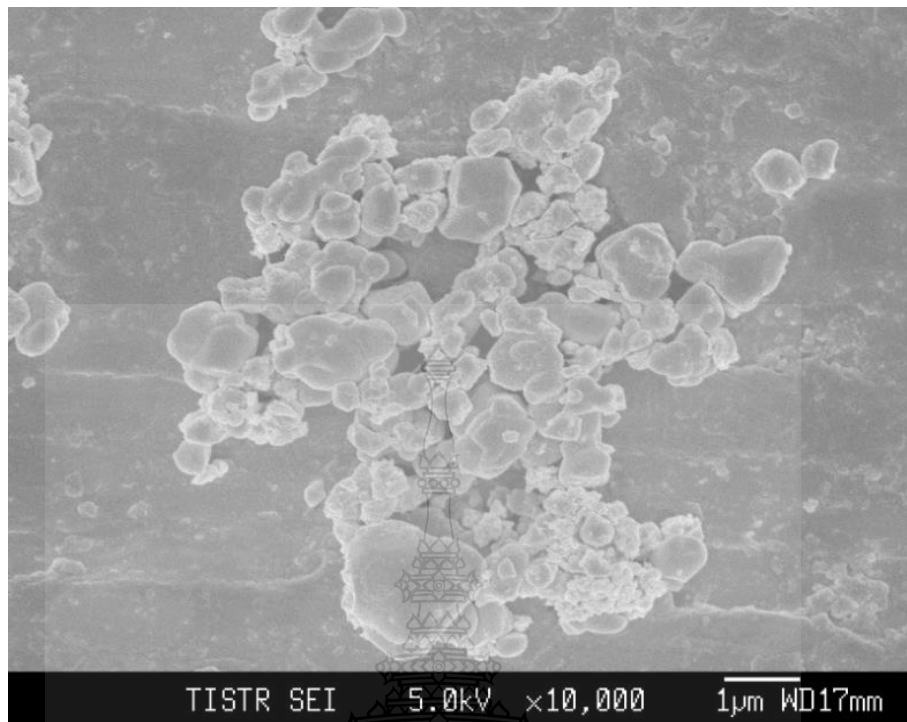
รูปที่ 4.1 โครงสร้างผลึกและองค์ประกอบของผง PZT JA-1

4.1.2 ผลการทดสอบวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาค

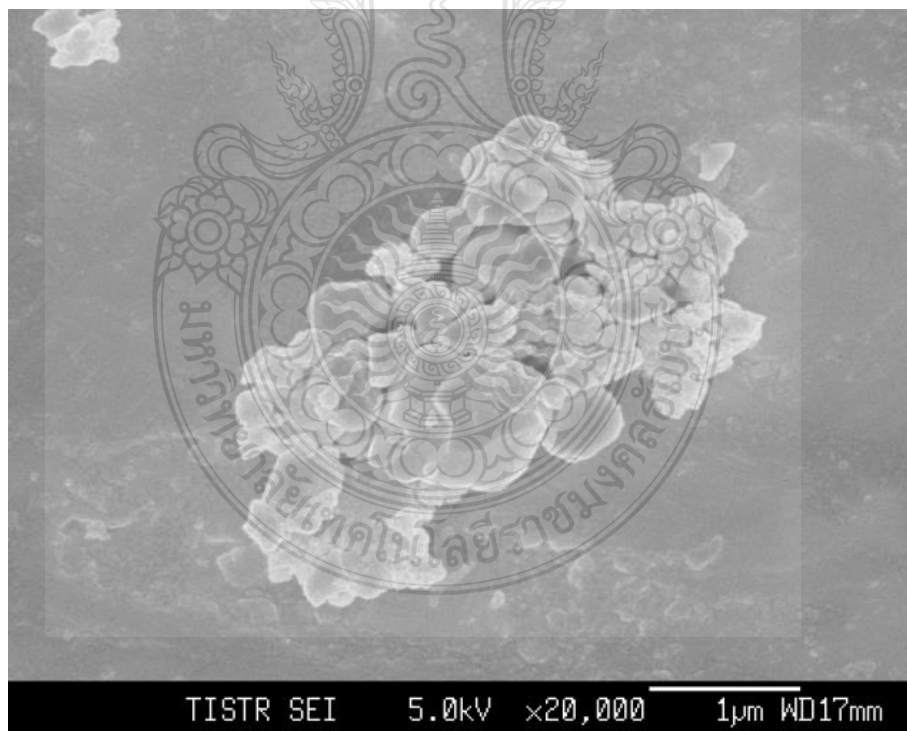
ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของสาร ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 พบว่า รูปร่างของอนุภาคผง PZT มีลักษณะไม่เป็นรูปเป็นร่าง มีขนาดอนุภาคแตกต่างกันอย่างชัดเจน และอนุภาคเกาะตัวกันเป็นกลุ่ม (Agglomeration) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของผง PZT ที่ผลิตโดยวิธี Spray dry

ตารางที่ 4.1 ค่า 2 theta และ h k l d ของ $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$

2 theta	h	k	l	D
21.74	0	0	1	4.0838
30.99	0	0	1	2.8831
38.27	1	1	1	2.3498
44.78	1	0	0	2.0222
49.8	2	0	2	1.8295
50.1	1	0	1	1.8192
55.22	2	1	1	1.6619
64.76	2	2	2	1.4383



(ก)



(ข)

รูปที่ 4.2 ลักษณะรูปร่างอนุภาคของผง PZT JA-1 จากกล้อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) (ก) กำลังขยาย 10,000 เท่า, (ข) กำลังขยาย 20,000 เท่า

4.1.3 ผลการวัดการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงเลดเซอร์โคเนตไททานเนต

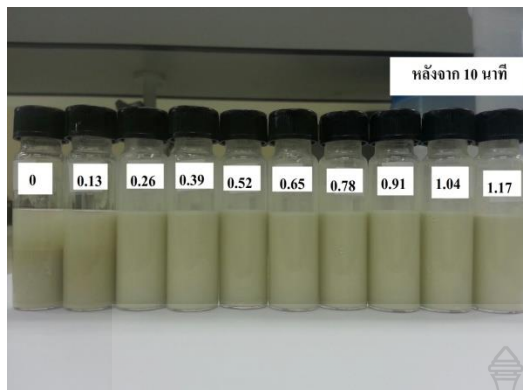
ผลการตรวจวัดการกระจายขนาดอนุภาคของสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ด้วยเครื่อง Laser particle sizer ดังแสดงในรูปที่ 4.2 พบว่า ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค คือ ขนาดของกลุ่มอนุภาค คือ 0.179 ไมโครเมตร การตรวจสอบหาขนาดของผงตัวอย่างที่มีขนาดเล็กมาก อนุภาคผง PZT JA-1 โดยเป็นค่าเฉลี่ย จากกลุ่มอนุภาคที่มีขนาดแตกต่างกันมาก เมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 4.2 พบว่าขนาดของกลุ่มอนุภาคที่วัดด้วยทั้ง 2 เทคนิคมีค่าใกล้เคียง

4.2 ผลของปริมาณการเติมสารฟอสเฟตเอสเทอร์ ต่อสมบัติของสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนตในเอทานอล

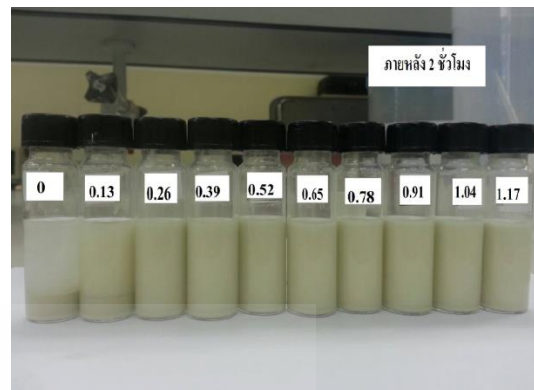
จากงานวิจัยต่างๆ พบว่าสิ่งสำคัญของกระบวนการ EPD ในการเตรียมฟิล์มบาง PZT คือ การเตรียมสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนตให้มีความเสถียรหรือสามารถแขวนลอยได้เป็นเวลานานตลอดระยะเวลาของการเตรียมฟิล์ม ซึ่งได้มีการเติมสารช่วยกระจายตัวโดยใช้สารฟอสเฟตเอสเทอร์ เช่น ในงานวิจัยของ S. Doungdaw [15] และ A.P. Abellard [18] มีการเติมสารฟอสเฟตเอสเทอร์ เพื่อช่วยในการกระจายตัวของสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ดังนั้นในเบื้องต้นจึงเลือกใช้สารฟอสเฟตเอสเทอร์ $(C_4H_9O)_n P(O)(OH)_{3-n}$, $n = 1, 2$ ที่ความเข้มข้น 0.13 - 1.17 % โดยน้ำหนัก ลงไปในสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ซึ่งในขั้นแรก เพื่อหาปริมาณการเติมฟอสเฟตเอสเทอร์ที่เหมาะสมมีความเสถียรภาพสูงหรือสามารถแขวนลอยได้เป็นเวลานานตลอดระยะเวลาของการเตรียมฟิล์ม ดังผลการทดลองต่อไปนี้

4.2.1 ผลของปริมาณการเติมฟอสเฟตเอสเทอร์ ต่อลักษณะเฉพาะของสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนตเมื่อพิจารณาจำนวนวันที่เกิดการตกตะกอน

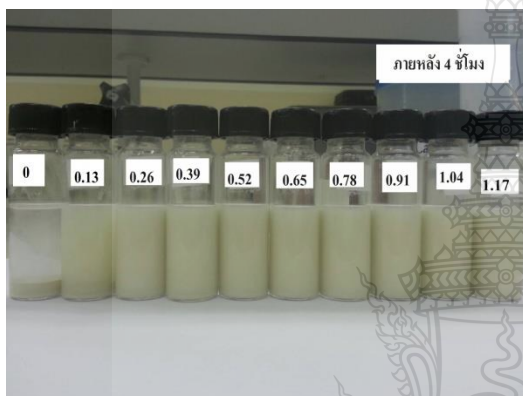
เสถียรภาพของสารละลายพิจารณาจากจำนวนวันที่อนุภาคสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนตขนาด 0.179 ไมโครเมตร ที่ปริมาณของแข็ง 10% โดยน้ำหนัก กระจายตัวในเอทานอลหลังบดผสมที่ไม่เติมและเติมสารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเอสเทอร์ ความเข้มข้น 0.13, 0.26, 0.39, 0.52, 0.65, 0.78, 0.91, 1.04 และ 1.17 g/ml ตามลำดับ เกิดการตกตะกอน แสดงดังรูป 4.3



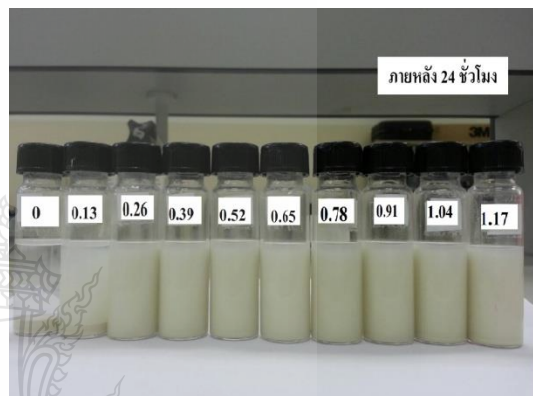
(a)



(b)



(c)



(d)

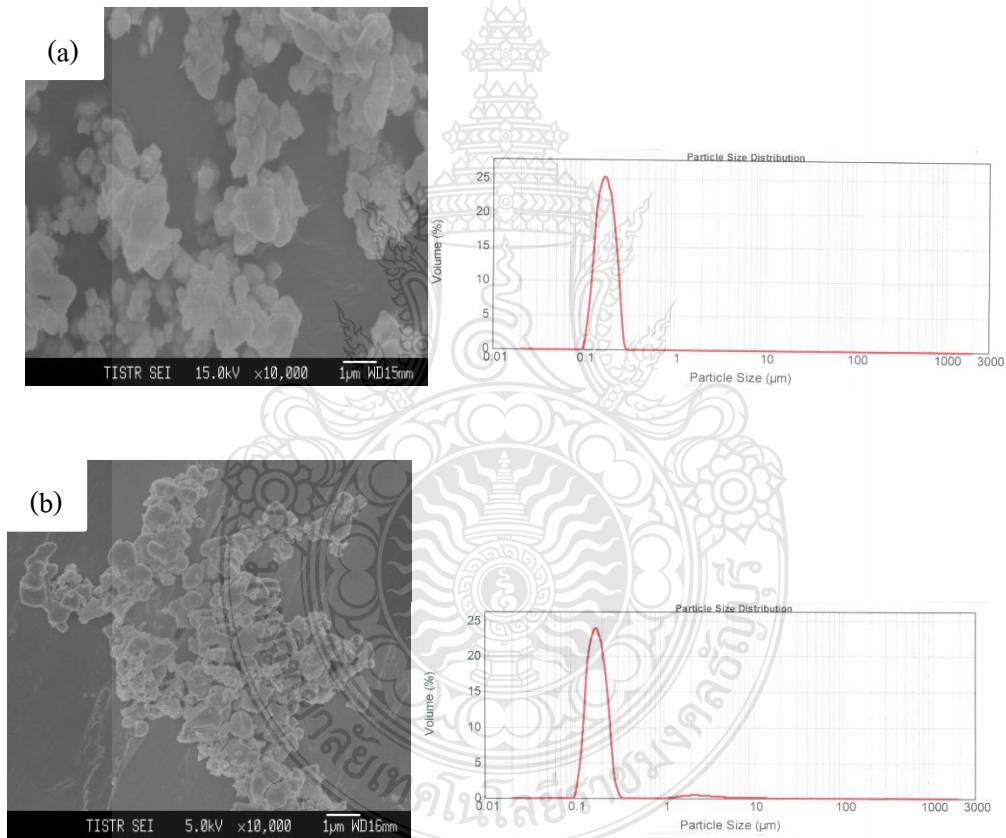
รูปที่ 4.3 ขั้นตอนการตะกอนของสารแขวนลอย PZT แบบไม่เติมและแบบเติมสาร ฟอสเฟตเอสเทอร์ 0.13, 0.26, 0.39, 0.52, 0.65, 0.78, 0.91, 1.04 และ 1.17 g/ml จากซ้ายไปขวาตามลำดับ (a) 10 นาที (b) 2 ชั่วโมง (c) 4 ชั่วโมง (d) 24 ชั่วโมง

พบว่า หลังจากสันสารแขวนลอยเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในเงื่อนไขต่างๆ สามารถกระจายตัวได้ดี แต่เมื่อเวลาผ่านไปในช่วง 10 นาทีแรก สารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานตที่ไม่เติมสารช่วยกระจายตัว ฟอสเฟตเอสเทอร์ $(C_4H_9O)_n P(O)(OH)_{3-n}$, $n = 1, 2$ จะเกิดการตกตะกอนเมื่อเทียบกับเงื่อนไขอื่นๆ ดังรูปที่ 4.3 (a) หลังจากนั้นเกิดการตกตะกอนของสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานต แบบเติมสารฟอสเฟตเอสเทอร์ที่ความเข้มข้นต่ำกว่า 0 - 0.27 % ตามลำดับ เมื่อเวลาผ่านไป 2 ชั่วโมง ที่ความเข้มข้นมากกว่า 0.41 - 1.12 % ยังคงกระจายตัวสม่ำเสมอ มีความเป็นเนื้อเดียวกันสูง ดังรูปที่ 4.3 (b) หลังจากเวลาผ่านไป 4 ชั่วโมง ยังตกสะสมไม่สมบูรณ์ ดังรูปที่ 4.3 (c) หลังจากผ่านไป 8 ชั่วโมง โดยของเหลวส่วนบนมีลักษณะขุ่น (Cloudy supernatant) ดังรูปที่ 4.3 (d) ดังแสดงในรูปที่ 4.3 พฤติกรรม

การตกตะกอนดังกล่าว แสดงว่าสารแขวนลอยที่มีปริมาณ ฟอสเฟตเอสเทอร์ 0 - 0.26% โดยน้ำหนัก มีการกระจายตัวของอนุภาคไม่ดีและไม่เสถียร ในขณะที่สารแขวนลอยที่มีปริมาณ ฟอสเฟตเอสเทอร์ ตั้งแต่ 0.39 โดยน้ำหนัก ขึ้นไปมีการกระจายตัวของอนุภาคดีและเสถียร

4.2.2 การกระจายของขนาดอนุภาค (particle size distribution)

จากการศึกษาการกระจายของขนาดอนุภาคของสารแขวนลอย PZT ที่มีปริมาณของแข็ง 10% โดยน้ำหนัก เกลงในสารละลายเอทานอล 100 มิลลิลิตร



รูปที่ 4.4 ลักษณะรูปร่างอนุภาคของผง PZT JA-1 จากกล้อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) กำลังขยาย 10,000 เท่า (a) อนุภาคก่อนบด planetary mill (b) อนุภาคหลังบด planetary mill 30 นาที

จากนั้นนำสารละลายมาเข้าเครื่อง planetary สำหรับการบดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน ความเร็วในการหมุน 400 rpm (รอบต่อนาที) เป็นเวลา 30 นาที ต่อด้วยการใช้อัลตราโซนิกร่วมด้วยที่ความถี่ 20 kHz ความแรง 150 วัตต์ นาน 5 นาที พบว่าอนุภาคในสารแขวนลอยที่เตรียมได้ก่อนนำไปสู่กระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก มีขนาดอนุภาค 0.19 μm และมีการกระจายของอนุภาค และนำมาเปรียบเทียบกับหลังบด มีขนาดอนุภาค 0.17 μm พบว่ามีขนาดเล็กลงเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.4

4.2.3 ปริมาณการเติมสารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเอสเทอร์ ต่อค่าของศักย์ซีต้าและความสูงของตะกอน

ความสูงของการตกตะกอนสามารถบ่งชี้ถึงการกระจายตัวของสารแขวนลอย คือ สารแขวนลอยที่มีความสูงของการตกตะกอนต่ำแสดงว่ามีการกระจายตัวของอนุภาคในสารแขวนลอย มีความเสถียรภาพสูง แต่ถ้าความสูงของตะกอนสูงแสดงว่ามีการกระจายตัวของอนุภาคในสารแขวนลอยไม่ดี

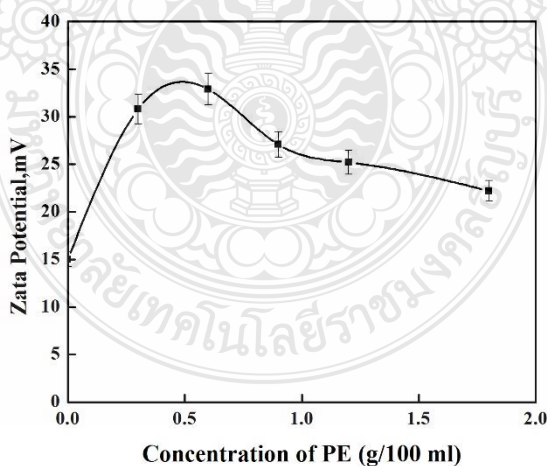
ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบปริมาณการเติมสารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเอสเทอร์ ต่อค่าของศักย์ซีต้าและความสูงของตะกอน

ความเข้มข้นของ phosphate ester (g/100 ml)	ความสูงของตะกอน (cm)	ค่าศักย์ซีต้า (mV)
0	2.7	15.70
0.13	2.4	18.25
0.26	2.3	20.21
0.39	2.2	30.82
0.52	2.2	31.02
0.65	2.1	32.92
0.78	2.1	32.16
0.91	2.1	27.09
1.04	2.1	27.01
1.17	2.1	25.2

พบว่าจากตารางที่ 4.2 ซึ่งมีผลสอดคล้องกับค่าของศักย์ซีต้าที่เปลี่ยนไปตามปริมาณความเข้มข้นของสารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเอสเทอร์ สารแขวนลอยมีค่า Zeta potential เพิ่มขึ้นเมื่อเติม Phosphate ester เพิ่มขึ้นแต่อย่างไรก็ตาม เมื่อปริมาณ Phosphate ester มากขึ้น เนื่องจากค่า Zeta potential แสดงถึงพลังงานศักย์ผลึก (Repulsive potential energy, VR) ระหว่างอนุภาค เมื่อค่า Zeta potential สูงทำให้อนุภาคผลึกกันมาก โอกาสที่อนุภาคจะชนกันแล้วจับกันจึงมีน้อย สารแขวนลอยจึงมีความเสถียรมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับการวิจัยของ แสงเดือน และคณะ จากผลการทดลอง พบว่าการเติม Phosphate ester ช่วยให้สารแขวนลอยมีความเสถียรมากขึ้น จุดที่เหมาะสมในการเติม Phosphate ester จากตารางที่เหมาะสมที่สุด คือ ปริมาณฟอสเฟตอยู่ที่ 0.39 - 0.78 wt%

4.2.4 ค่าซีต้าโพเทนเชียล (Zeta potential) ของสารแขวนลอย PZT ในเอทานอล

จากการศึกษาค่า Zeta potential ของสารแขวนลอย PZT ในเอทานอล ที่มีปริมาณของแข็ง 10 % โดยน้ำหนัก และเติม Phosphate ester ปริมาณ 0 – 1.17 % โดยน้ำหนักของแข็ง พบว่าสารแขวนลอยมีค่า Zeta potential เพิ่มขึ้นเมื่อเติม Phosphate ester เพิ่มขึ้นแต่อย่างไรก็ตามเมื่อปริมาณ Phosphate ester มากขึ้น ค่า Zeta potential ก็จะต่ำลงตามไปด้วย ลักษณะเฉพาะของสารแขวนลอย PZT เมื่อพิจารณาศักย์ซีต้าใช้ในการบ่งบอกเสถียรภาพของระบบคอลลอยด์ หรือสารแขวนลอย



รูปที่ 4.5 ค่า Zeta potential ของสารแขวนลอยที่ความเข้มข้น Phosphate ester ต่างๆ

หลักการพิจารณาค่าศักย์ซีต้าของอนุภาคคือ หากอนุภาคในสารแขวนลอยมีศักย์ซีต้าเป็นบวก (Positive zeta potential) หรือเป็นลบ (Negative zeta potential) มากๆ อนุภาคนั้นมีแนวโน้มที่จะเกิดการผลักกันและไม่มีการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน (Flocculate) ซึ่งโดยทั่วไปจะใช้ค่าศักย์ +30 mV หรือ -30 mV เป็นตัวแบ่งระดับของความเสถียรและไม่เสถียรออกจากกัน อนุภาคที่มีศักย์ซีต้าเป็นบวกมากกว่า +30 mV หรือน้อยกว่า -30 mV จะถือว่ามีความเสถียร ผลการทดสอบค่าศักย์ซีต้าของสารเงื่อนไขต่างๆ แสดงดังรูป 4.5 จุดที่เหมาะสมในการเติม Phosphate ester จากกราฟจุดที่เหมาะสมที่สุดคือ ปริมาณฟอสเฟสอยู่ที่ 0.39 - 0.82 wt% จากผลการทดลอง พบว่าการเติม Phosphate ester ช่วยให้สารแขวนลอยมีความเสถียรมากขึ้น

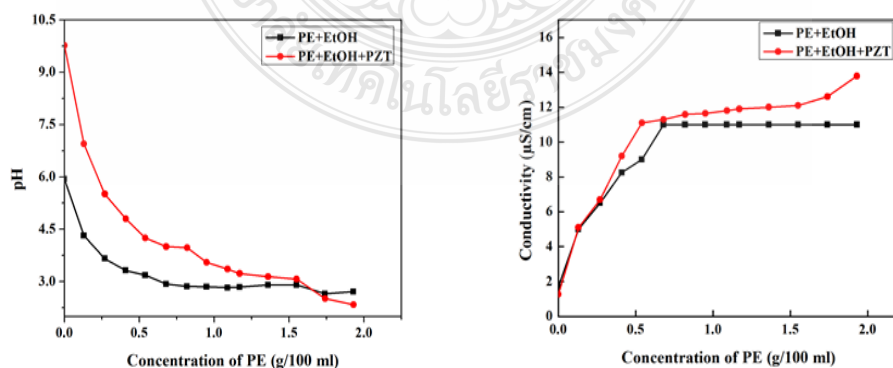
4.2.5 ผลของปริมาณ Phosphate ester ต่อค่า pH และ ค่า Conductivity ของสารแขวนลอย

จากการศึกษาการเติมสารช่วยกระจายตัวสารฟอสเฟตเอสเทอร์ (Phosphate esters) ในสารแขวนลอย PZT มีค่า ปริมาณ Phosphate ester และ ค่า conductivity เมื่อปริมาณ PE เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.6 จากกราฟสามารถแบ่งได้ 2 step

Step ที่ 1 เมื่อปริมาณ Phosphate ester \leq 0.39 wt% ค่า pH ลดลงอย่างรวดเร็ว ค่า Conductivity เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว

Step ที่ 2 เมื่อปริมาณ Phosphate ester $>$ 0.39 wt% ค่า pH จะค่อยๆลดลงจนคงที่ ค่า Conductivity จะค่อยๆเพิ่มขึ้น

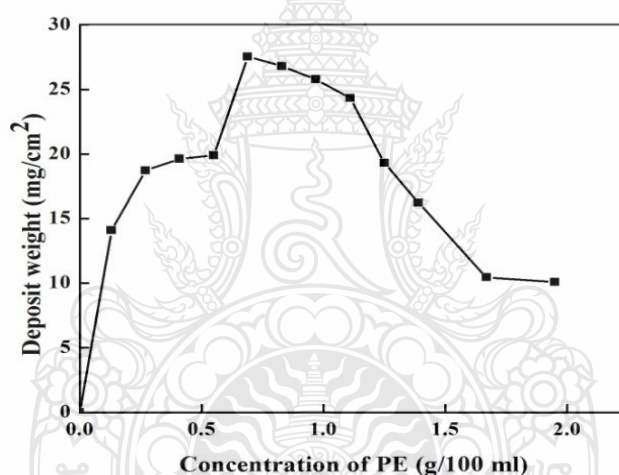
จากกราฟจุดที่เหมาะสม คือ ปริมาณ ฟอสเฟสอยู่ในช่วง 0.39 - 0.95 wt %



รูปที่ 4.6 ค่า pH และ ค่า Conductivity ของสารแขวนลอย ที่ความเข้มข้นสารฟอสเฟตเอสเทอร์ต่างๆ

4.2.6 ผลของปริมาณการเติมสารฟอสเฟตเอสเทอร์ในสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ต่ออัตราการเกาะสะสมของฟิล์มบาง

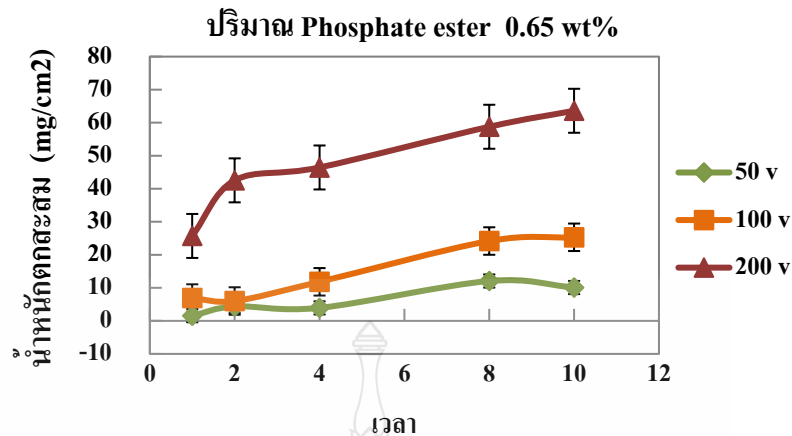
การเติมสารช่วยกระจายตัว สารฟอสเฟตเอสเทอร์ (Phosphate esters) ในสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ที่มีปริมาณของแข็ง 10 % โดยน้ำหนัก และความเข้มข้นสารฟอสเฟตเอสเทอร์ ปริมาณ 0–2 % โดยน้ำหนักของแข็ง การตกสะสมให้แรงดันไฟฟ้าที่ 100 โวลต์ นาน 4 นาที พบว่าอัตราการเกาะสะสมของสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ที่ความเข้มข้นฟอสเฟตเอสเทอร์ต่างๆ จะเห็นว่าเมื่อปริมาณฟอสเฟตเพิ่มขึ้น อัตราการเกาะสะสมของสาร PZT บนพื้นผิวฐานรองก็จะมากขึ้นดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 อัตราการเกาะสะสมของสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ที่ความเข้มข้นฟอสเฟตเอสเทอร์ที่แรงดันไฟฟ้า 100 โวลต์ นาน 4 นาที

4.2.7 ปริมาณน้ำหนักระบายสะสมที่แรงดันไฟฟ้า (Voltage) 50, 100 และ 200 โวลต์

----- ผลของปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์ 0.82 % โดยน้ำหนัก ในสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ต่ออัตราการเกาะสะสมของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนต ที่แรงดันไฟฟ้า 50, 100 และ 200 โวลต์ จะเห็นว่าเมื่อปริมาณแรงดันไฟฟ้าสูงขึ้น ปริมาณน้ำหนักระบายสะสม (Deposit) ก็สูงขึ้น แต่ที่แรงดันไฟฟ้า สูงขึ้น จะมีค่าความหนาแน่น (Density) ต่ำ ดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 ปริมาณน้ำหนักสะสม ที่แรงดันไฟฟ้า 50, 100 และ 200 โวลต์

จากการทดลองพบว่า อนุภาคจำเป็นต้องมีความเป็นประจุสูงเพื่อเลี่ยงการเกาะกลุ่มของอนุภาค นอกจากนี้ความเป็นประจุของอนุภาคยังเป็นตัวกำหนดความหนาแน่นของฟิล์ม กล่าวคือในระหว่างการเกิดฟิล์มนั้นอนุภาคประจุถูกบังคับให้อยู่ใกล้กันมากขึ้นมีแรงดึงดูดระหว่างกันมากขึ้น หากอนุภาคมีความเป็นประจุต่ำเกิดการจับตัวกันเป็นก้อนเป็นผลให้มีระยะห่างระหว่างอนุภาคมากขึ้น ทำให้เกิดรูพรุนหรือเกิดฟิล์มที่มีลักษณะคล้ายฟองน้ำ (Sponge-like deposits) ในทางกลับกันหากอนุภาคมีประจุพื้นผิวสูง แต่ละอนุภาคเกิดการผลักกัน ทำให้อนุภาคที่ตำแหน่งดังกล่าวมีการจัดเรียงตัวที่มีค่าการอัดแน่นสูง (High particle packing density)

4.3 ผลการเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานต

ผลการทดสอบสมบัติฟิล์มบาง PZT ทางกายภาพ ฟิล์มบาง PZT ที่เตรียมขึ้นถูกนำมาวิเคราะห์และทดสอบสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่นของฟิล์มบาง PZT ก่อนเผา (Green density), ปริมาณการสูญเสียของฟิล์มบาง PZT ภายหลังจากเผา (Weight loss) และปริมาณการหดตัวของฟิล์มบาง PZT หลังการเผา (Shrinkage) เพื่อใช้คำนวณขนาดของชิ้นงานสำหรับการนำไปใช้งานต่อไป ค่าความหนาแน่นของสารเปียโซอิเล็กทริกภายหลังการเผา และผลการทดสอบสมบัติทางกายภาพของทั้ง 3 สูตร แสดงในตารางที่ 4.3 จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่า ค่าความหนาแน่นของฟิล์มบาง PZT JA-1 สูตร PZT JA-1 50 v, PZT JA-1 100 v และ PZT JA-1 200 v ที่ปริมาณสาร

ฟอสเฟตเอสเทอร์ 0.65 % โดยน้ำหนัก ในสารแขวนลอยเลดเซอร์โคเนตไททานเนต พบว่าเมื่อปริมาณแรงดันไฟฟ้าสูงขึ้น จะมีค่าความหนาแน่นต่ำ จะเห็นได้ว่า ฟิล์มบางสูตร PZT JA-1 50 v คือที่แรงไฟฟ้า 50 โวลต์ ค่าความหนาแน่นของฟิล์มบางทั้งก่อนเผาและภายหลังการเผาสูงที่สุด ทั้งที่ฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ทั้ง 3 สูตร ผ่านขั้นตอนและกรรมวิธีการเตรียมที่เหมือนกัน ค่าความหนาแน่นของสารภายหลังการเผามีค่าสูง แสดงถึงเนื้อสารที่มีความพรุนตัวน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับความหนาแน่นของสารทางทฤษฎี พบว่าความหนาแน่นของสาร PZT JA - 1 100 v มีค่าสูงสุด 49.2 % ขณะที่ค่าความหนาแน่นสูง แสดงถึงสูตร PZT JA - 1 100 v มีการเกิดการชินเตอริงในขณะเผาก่อนข้างสมบูรณ์กว่าการชินเตอริงของสารสูตร PZT JA - 1 สูตรอื่น จึงเป็นผลให้เกิดการกำจัดฟองอากาศในเนื้อสารเกิดขึ้นได้ดีก่อนกระบวนการชินเตอริงจะสิ้นสุดลง

ตารางที่ 4.3 ผลการทดสอบสมบัติทางกายภาพ ฟิล์มบางที่แรงดันไฟฟ้า 50, 100 และ 200 โวลต์ ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส

คุณสมบัติทางกายภาพ	PZT JA-1 50v	PZT JA-1 100v	PZT JA-1 200v
ความหนาแน่นของฟิล์มก่อนเผา (Green density, g/cm ³)	3.47	4.01	3.89
% wt loss	0.0118	0.0092	0.0089
% shrinkage	12.76	13.94	12.15
ความหนาแน่นของสาร (Density, g/cm ³)	7.5267	7.4521	7.3317
ค่าความหนาแน่นเปรียบเทียบค่า ความหนาแน่นทางทฤษฎี (%)	48.2	49.2	48.4

เมื่อพิจารณาค่าของการสูญเสียเนื้อสารภายหลังการเผา พบว่าสูตร PZT JA - 1 100 V มีการสูญเสียเนื้อสารหลังการเผา (% wt Loss) เพียง 0.092% ซึ่งปริมาณการเผาของเนื้อสารระหว่างการเผาที่เกิดขึ้น เนื่องจากการระเหยของสารตะกั่วในระหว่างการเผาที่อุณหภูมิประมาณ 800 - 900 องศาเซลเซียส หรือการสลายตัวของสารอินทรีย์ที่ปะปนในส่วนผสมระหว่างขั้นตอนการเตรียมสาร ถ้าปริมาณการสูญเสียมีค่าน้อย แสดงว่ามีการระเหยของตะกั่ว ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของฟิล์มบาง PZT ในปริมาณน้อยทำให้ในส่วนผสมมีปริมาณสารตะกั่วมากพอที่จะทำให้เกิดการรวมตัวเป็นสารประกอบ PZT ที่สมบูรณ์

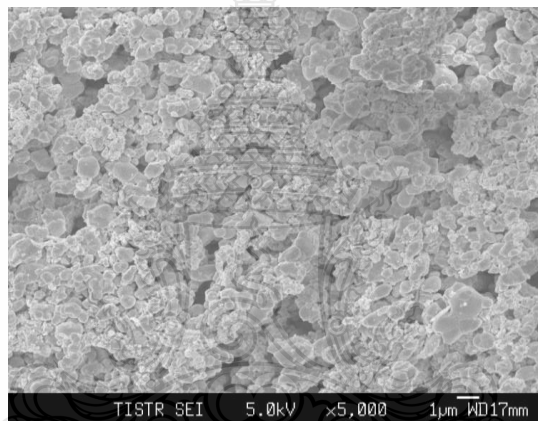
เมื่อทำการศึกษาปริมาณการหดตัวของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร PZT JA-1 หลังการเผาซินเตอร์ริง ดังตารางที่ 4.4 พบว่าชิ้นงาน PZT JA-1 50 V มีการหดตัวน้อยที่สุด อาจจะเป็นเพราะว่าฟิล์มบาง เลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร PZT JA-1 50 V มีค่าความหนาแน่นของสารก่อนการเผาค่อนข้างสูง เมื่อเปรียบเทียบกับสูตรอื่น ค่าความหนาแน่นของสารก่อนเผาที่มีค่าสูง แสดงถึงอนุภาคสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ตั้งต้นอยู่ชิดกันมาก ทำให้เกิดกระบวนการแพร่ (Diffusion) ของสารขณะการเผาเกิดได้ดีขึ้น ส่งผลให้การซินเตอร์ริงของสาร PZT JA-1 50 V เกิดได้ดีและสมบูรณ์กว่าสูตรอื่น ค่าการหดตัว (% Shrinkage) มีสูงจะส่งผลให้ชิ้นงานมีโอกาสเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปหรือบิดเบี้ยวภายหลังการเผาซินเตอร์ริงมากกว่าฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนตที่มีการหดตัวน้อย ความหนาแน่นของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต หลังเผาซินเตอร์ริงที่อุณหภูมิ 1100 °C และ 1250 °C ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน ลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงเผาขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นเพราะอุณหภูมิการเผาสูงเกินไปมีผลให้เกิดการขยายของเกรนและมีความพรุนตัวมากขึ้น เนื่องจากการระเหยของสารตะกั่ว

ตารางที่ 4.4 ผลการทดสอบสมบัติทางกายภาพ ฟิล์มบางที่แรงดันไฟฟ้า 100 โวลต์ ที่อุณหภูมิ 1100 และ 1250 องศาเซลเซียส

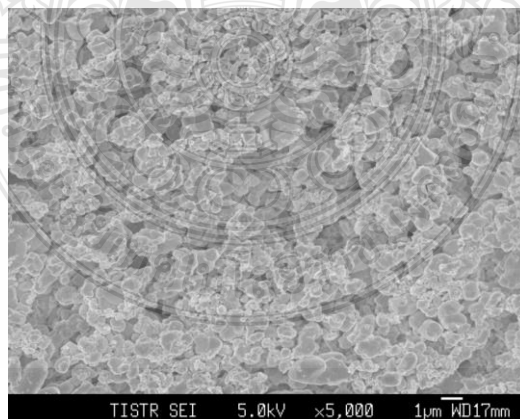
สมบัติทางกายภาพ	% wt loss	% shrinkage	Density (g/cm ³)
1100 °C	0.38	7.19	6.0490
1250 °C	1.33	13	6.0197

4.4 ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนตที่เตรียมด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก

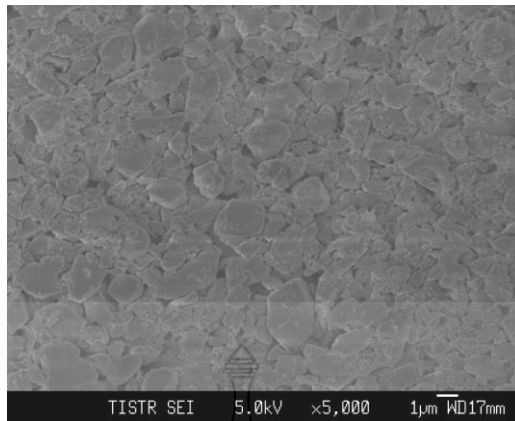
จากการศึกษาลักษณะจุลภาคของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร PZT JA-1 50 V, PZT JA-1 100 V และ PZT JA-1 200 V ที่กำลังขยาย X 5,000 เท่า และ กำลังขยาย X 10,000 เท่า เพื่อศึกษาลักษณะการเกาะสมของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนตก่อนเผาซินเตอร์ริง และความพรุนตัวของเนื้อฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต แสดงดังรูปที่ 4.9 จุลโครงสร้างที่กำลังขยาย 5,000 เท่า ทำให้เห็นภาพโดยรวมของแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต ตลอดจนการกระจายตัวของรูพรุน



(a)

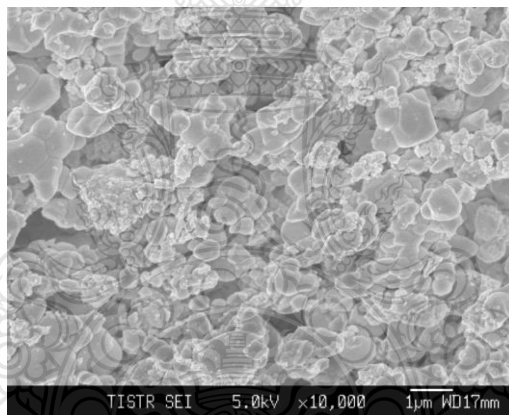


(b)

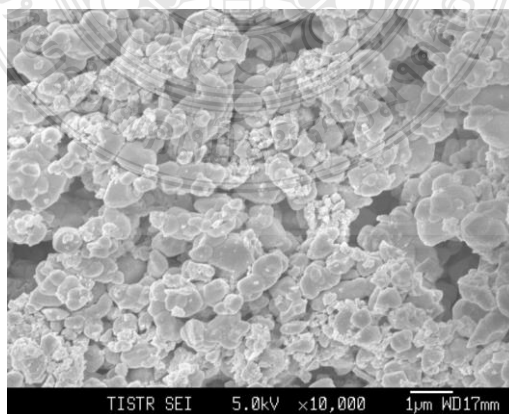


(c)

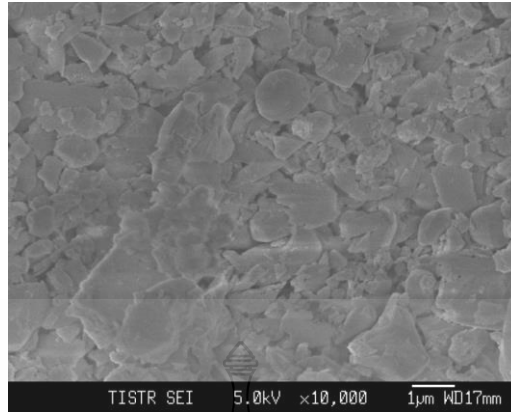
รูปที่ 4.9 ลักษณะจุดโครงสร้างของฟิล์มบาง PZT ของ (a) PZT JA-1 50 V (b) PZT JA-1 100 V (c) PZT JA-1 200 V ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า



(a)



(b)



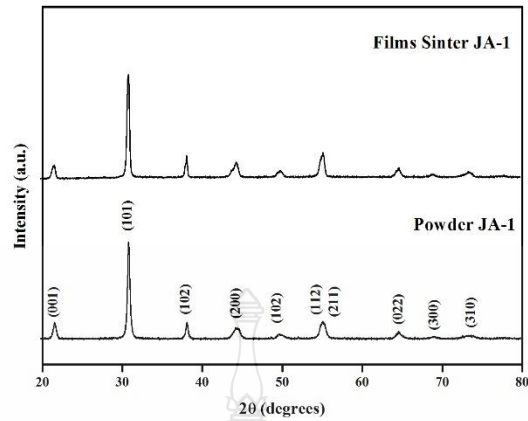
(c)

รูปที่ 4.10 ลักษณะจุลโครงสร้างของฟิล์มบาง PZT ของ (a) PZT JA-1 50 V (b) PZT JA-1 100 V
(c) PZT JA-1 200 V ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

จากรูป 4.9 และ 4.10 พบว่าในกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟรีติกของฟิล์มบาง เลดเซอร์โคเนตไททานेट สูตร PZT JA-1 ปริมาณ Phosphate ester 0.65 % , PVB 1.11 % และ PEI 0.03 wt % เมื่อให้แรงดันไฟฟ้ามากขึ้นจาก 50, 100 และ 200 โวลต์ ที่ปริมาณเกาะสะสมที่ 4 นาที ลักษณะของฟิล์มบาง เลดเซอร์โคเนตไททานेटที่ได้ มีความสม่ำเสมอมากที่สุดที่ 100 โวลต์ จากนั้นจะนำฟิล์มที่ 100 โวลต์นำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส นาน 2 ชม.

4.5 การวิเคราะห์โครงสร้างของสารเลดเซอร์โคเนตไททานेट

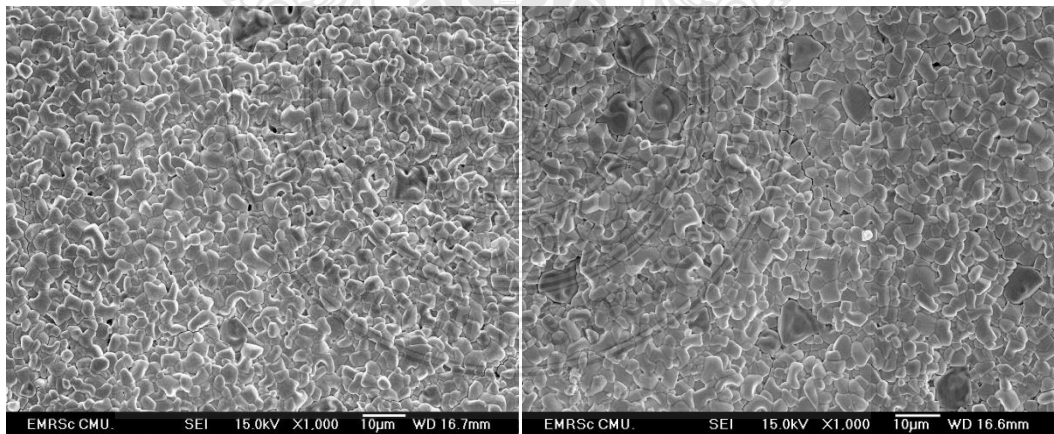
ฟิล์มบาง PZT JA-1 ด้วยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟรีติกปริมาณ Phosphate ester 0.68 % , PVB 1.11 % และ PEI 0.03 wt% โดยนำหน้าตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ ได้จากขั้นตอน ภายหลังจากเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง ผลการวิเคราะห์แสดงใน รูปที่ 4.11 โดยให้ผลดังนี้ เกิดฟีก ของ PZT เมื่อเทียบกับการวัดมาตรฐาน จากการวิเคราะห์ X-ray diffractometer (XRD) และทำการเทียบกับ peak มาตรฐาน PZT JA-1 ที่ใช้ในการทดลองมีสูตร โครงสร้างเป็น $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ ซึ่งเป็น PZT มีโครงสร้างผลึกแบบ Tetragonal ยืนยันได้จากข้อมูล ของ JCPDS เลขที่ 33 - 0784



รูปที่ 4.11 XRD ที่ได้จะเป็น Peak ของ PZT เมื่อเทียบกับการวัดมาตรฐาน

4.6 ผลการศึกษาลักษณะจุลโครงสร้าง

จากการศึกษาลักษณะจุลโครงสร้างของฟิล์มหนาเพียโซอิเล็กทริกที่ขึ้นรูปโดยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก (Electrophoretic deposition) ที่ปริมาณ Phosphate ester 0.41 %, PVB 1.11 % และ PEI 0.03 wt% โดยน้ำหนัก ขึ้นงานฟิล์มหนาเพียโซอิเล็กทริกเซรามิก เผาที่อุณหภูมิ 1100 และ 1250 องศาเซลเซียส

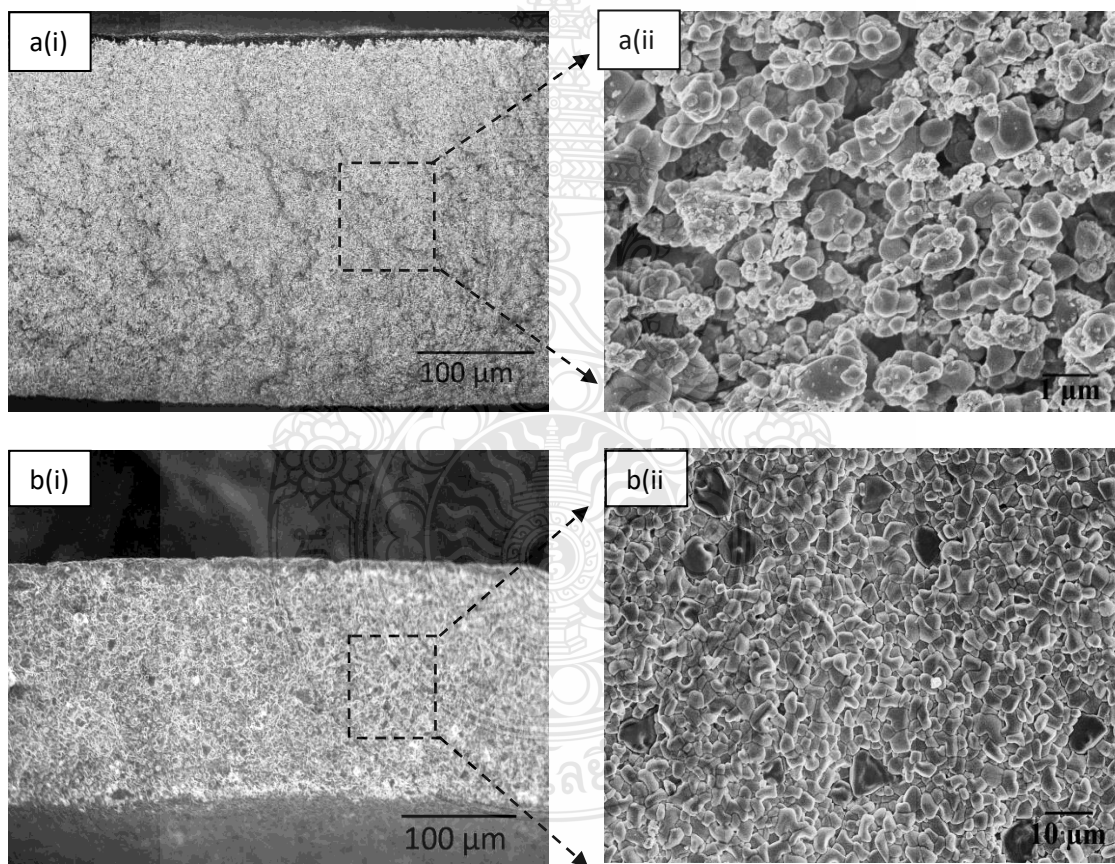


(a)

(b)

รูปที่ 4.12 จุลโครงสร้างของสาร PZT เผาที่ (a) 1100 และ (b) 1250 องศาเซลเซียส

ถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) เพื่อศึกษาลักษณะของเกรนและความพรุนตัวของเนื้อสาร รูปที่ 4.12 และ 4.13 แสดงลักษณะจุลโครงสร้างของฟิล์มบาง PZT ลักษณะโดยทั่วไปจะเห็นได้ว่า เกรนมีขนาดเล็กพื้นผิวหน้าของสาร PZT เรียบ ไม่มี Pore หรือรอยแตก ขนาดเกรนค่อนข้างสม่ำเสมอ มีการกระจายขนาดของเกรนในช่วงแคบและความพรุนตัวต่ำ ลักษณะเช่นนี้น่าจะเป็นผลดีต่อการนำฟิล์มไปใช้ในแง่ของการทำขั้ว (Poling) จะสามารถทำได้ดี เนื่องจากความพรุนตัวของสารมักเป็นอุปสรรคสำคัญในการ Poling เพราะเป็นสาเหตุสำคัญในการทำให้สารเกิดการแตก หรือ Breakdown ก่อนการทำขั้วจะสิ้นสุดลง



รูปที่ 4.13 ลักษณะภาพตัดขวาง (Cross section) a (i) ความหนาก่อนเผา a (ii) ภาพส่วนขยาย
b (i) ความหนาหลังเผา b (ii) ภาพส่วนขยาย

4.7 ผลการทดสอบวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเพียโซอิเล็กทริก

สมบัติทางไฟฟ้าที่ทำการทดสอบก่อนหลังจากการขึ้นรูปแผ่นฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนตที่สำคัญได้แก่ ค่าคงที่เพียโซอิเล็กทริก (d_{33}), ค่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนแปลงพลังงานไฟฟ้าเป็นกล (Coupling coefficients, k_p), ค่า Mechanical quality factor (Q_m) และ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) จากการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของสาร PZT ที่ทำการศึกษา ดังแสดงในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า ฟิล์มบางที่แรงดันไฟฟ้า 50, 100 และ 200 โวลต์ ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส

สมบัติทางไฟฟ้า	PZT JA-1 50v	PZT JA-1 100v	PZT JA-1 200v
d_{33} (10^{-12} C/N)	100	259	102
k_p	0.50	0.62	0.27
Q_m	229	540	419
ϵ_r	1204	1127	1071

ซึ่งเป็นการวัดสมบัติทางไฟฟ้าที่เวลา 24 ชั่วโมง ภายหลังจากการทำขั้ว PZT JA- 1 100v มีค่า d_{33} , k_p และ Q_m สูงกว่า เมื่อเทียบกับฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร PZT JA-1 สูตรอื่น แสดงให้เห็นว่าเมื่อพิจารณาเฉพาะสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร PZT JA-1 มีสมบัติที่เหมาะสมสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งานในอนาคตต่อไป โดยเฉพาะอย่างยิ่ง k_p และ Q_m ที่สูง แสดงถึงความสามารถในการเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานกลสูง ซึ่งจะออกมาในรูปแบบของความร้อนขณะใช้งานค่านี้ต่ำจะส่งผลให้อายุการใช้งานของฟิล์มบาง PZT นานขึ้น

ตารางที่ 4.6 ผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า ฟิล์มบางที่แรงดันไฟฟ้า 100 โวลต์ ที่อุณหภูมิ 1100 และ 1250 องศาเซลเซียส

สมบัติทางไฟฟ้า	1100 °C	1250 °C
Capacitance (nf)	1.1915	1.802
tan δ	0.0092	0.0060
f_r (kHz)	162	141
f_a (kHz)	167	145
Z_r (Ω)	72.95	83
Q_m	192	138
K_p	0.60	0.62
ϵ_r	896	1127
d_{33}	144	259

โดยทั่วไปแล้วชิ้นงานที่มีค่า k_p สูง มักจะให้ค่า Q_m ที่ค่อนข้างน้อย ดังจะเห็นในสารเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร PZT JA-1 50 V ค่อนข้างสูงคือ ประมาณ 50 % แต่ให้ค่า Q_m ค่อนข้างต่ำ ประมาณ 299 ขณะที่ฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต สูตร PZT JA-1 200 V ให้ค่า k_p ต่ำประมาณ 20 % แต่ให้ค่า Q_m สูงถึง 400 ในกรณีของ PZT JA-1 100 V จะแสดงสมบัติที่แตกต่างจากทั้ง 2 สูตร ที่กล่าวแล้ว คือค่าสูงทั้ง k_p และ Q_m ซึ่งเป็นสิ่งที่ต้องการในการใช้งานประกอบเป็นเครื่องมือต่างๆ

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 फिल्मบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต

สถานะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนตโดยใช้กระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก ที่แรงดันไฟฟ้า 100 โวลต์ 4 นาที พบว่า ฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานเนต มีสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเพียโซอิเล็กทริกที่ดีที่สุด เนื่องจากมีความหนาแน่นก่อนเผาสูง

จากผลการทดลองพบว่ากระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก เป็นกระบวนการที่ง่ายต่อการเตรียมฟิล์มเพียโซอิเล็กทริก อุปกรณ์ที่ใช้ไม่ยุ่งยากซับซ้อนรวมถึงมีค่าใช้จ่ายที่ไม่แพง สำหรับการศึกษาดังกล่าวนี้มีผลต่อลักษณะทางกายภาพของฟิล์มเพียโซอิเล็กทริก และประสิทธิภาพของฟิล์มเพียโซอิเล็กทริกที่เตรียมได้เมื่อนำไปทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าสามารถสรุปได้ดังต่อไปนี้

1) ปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะทางกายภาพของฟิล์มเพียโซอิเล็กทริก

จากผลการทดลองทำให้ทราบว่าปัจจัยที่มีผลต่อฟิล์มเพียโซอิเล็กทริกคือเวลาในการตกตะกอนจาก 2, 4, 8 และ 10 นาที รวมถึงสนามไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการตกตะกอน ที่ 50, 100 และ 200 โวลต์ โดยความหนาของฟิล์มเพียโซอิเล็กทริกเพิ่มขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับการเพิ่มขึ้นของสนามไฟฟ้าและเวลาในการตกตะกอน

2) ประสิทธิภาพของฟิล์มเพียโซอิเล็กทริกที่เตรียมได้เมื่อนำมาทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติเพียโซอิเล็กทริก

จากผลการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าพบว่าฟิล์มเพียโซอิเล็กทริกที่เตรียมด้วยเงื่อนไข 100 โวลต์ 4 นาที ให้ความหนา ≈ 0.5 มิลลิเมตร ความหนาแน่นหลังเผาซินเตอร์ริง มีค่าเท่ากับ 7.84 g/cm^3 มีค่าความถี่เรโซแนนซ์ อยู่ในช่วง 1500-1700 kHz และ ค่า d_{33} , k_p , Q_m เท่ากับ 259 pC/N, 0.62, 540 ตามลำดับ

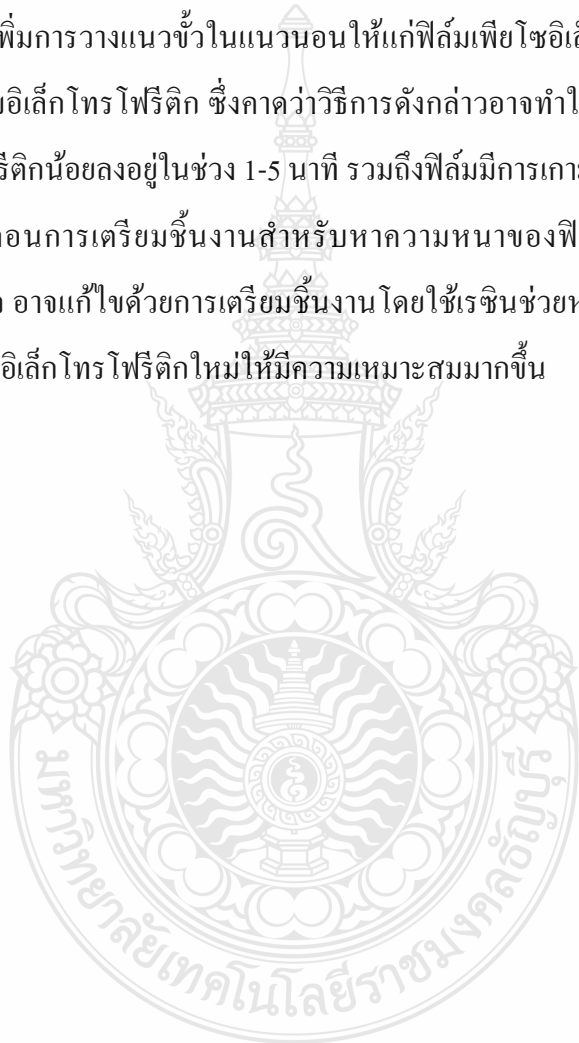
5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรหาองค์ประกอบของฟิล์มเพิ่มเติมด้วยเทคนิคต่างๆ เช่น Raman, FTIR และ TEM เป็นต้น

5.2.2 ควรเพิ่มเติมแรงดันไฟฟ้า ช่วง 100 - 200 โวลต์ ช่วงแรงดันไฟฟ้าที่ถี่ขึ้น เพื่อหาปริมาณน้ำหนักสะสมให้ได้ความหนาแน่นที่สูงขึ้น

5.2.3 การเพิ่มการวางแนวชั้นในแนวอนให้แก่ฟิล์มเพียโซอิเล็กทริกด้วยการปรับปรุงวิธีการบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพสิทีก ซึ่งคาดว่าวิธีการดังกล่าวอาจทำให้เวลาที่ใช้ในกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพสิทีกน้อยลงอยู่ในช่วง 1-5 นาที รวมถึงฟิล์มมีการเกาะสะสมที่มากขึ้นได้

5.2.4 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานสำหรับหาความหนาของฟิล์มเพียโซอิเล็กทริกพบว่าสามารถทำได้ยากมาก อาจแก้ไขด้วยการเตรียมชิ้นงานโดยใช้เรซินช่วยหล่อแบบหรืออาจออกแบบกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโพสิทีกใหม่ให้มีความเหมาะสมมากขึ้น



บรรณานุกรม

- [1] G. H. Haertling, 1999. "Ferroelectric ceramics: History and technology". Journal of American Ceramic Society. 82, 797-818.
- [2] J. Valasek. 1921. "Piezoelectricity and applied phenomena in Roshelle salt." Journal of Physics Review. 17, 475-481.
- [3] วัสดุเพียโซอิเล็กทริก กรมวิทยาศาสตร์บริการ (2555). สืบค้นจาก:
<https://www.dss.go.th/images/st-article/ct-10-2555-pieso.pdf>.
- [4] วิบูลย์ หวานวาริ. "สมบัติเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุเชิงประกอบแบบ 1-3 ระหว่างเลดเซอร์โคเนตไททานเนตเซรามิกกับพอลิเมอร์." วิทยานิพนธ์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2541.
- [5] สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย. การพัฒนาเครื่องทำความสะอาดอัลตราโซนิคส์ทางการแพทย์. รายงานฉบับที่ 1 โครงการวิจัยที่ ภ.41-09. กรุงเทพฯ 2543.
- [6] เซนเซอร์เพียโซ (piezoelectric sensor) ในทางการแพทย์. (1 มีนาคม 2559). สืบค้นจาก:
<http://metroble.blogspot.com/piezoelectric-sensor.html>.
- [7] เทคนิคการวิเคราะห์ลักษณะของวัสดุ. (1 มีนาคม 2559). สืบค้นจาก:
https://www.mtec.or.th/mcu/phcl/files/presentation/Technique_for_PC.pdf.
- [8] C. Galassi, (2006). "Processing of porous ceramics Piezoelectric materials." Journal of the European Ceramic Society. 26, 2951-2958.
- [9] A.J. Moulson and J.M. Herbert, (2003). "Electroceramics : Material, Properties and Applications." Chapman & Hall, London.
- [10] I.Corni, P. Ryan and R. Boccaccini, (2008). "Electrophoretic deposition." Journal of the European Ceramic Society. 28, 1353-1367.
- [11] H. Palneedi, D. Maurya, G. Kim, S. Priya, S.L. Kang, K. Kim, S. Choi and J. Ryu, (2015) "Enhanced off - resonance magnetoelectric response in laser annealed PZT thick film grown on magnetostrictive amorphous metal substrate", Applied Physics Letters 107, 1

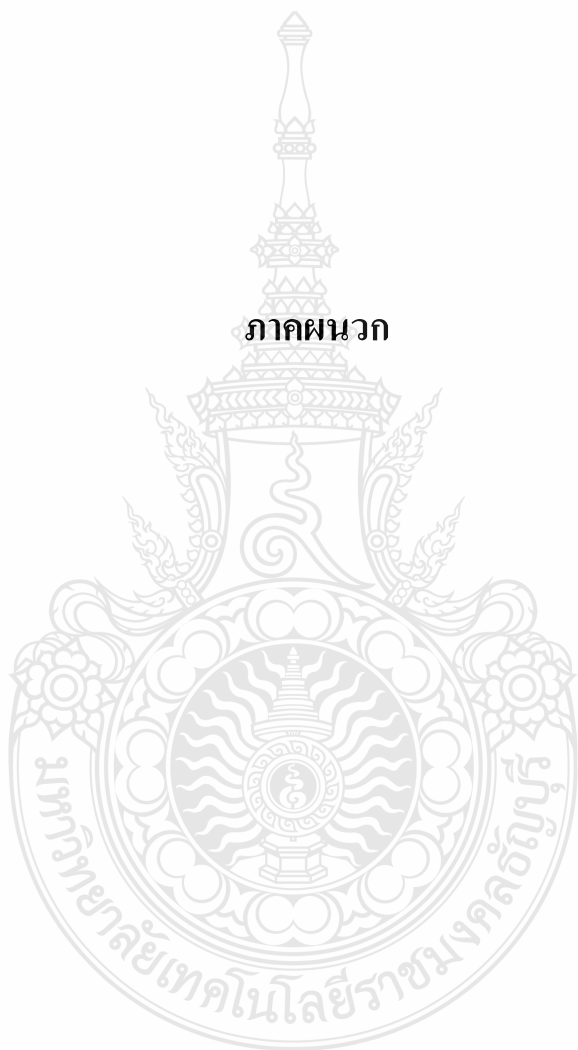
บรรณานุกรม (ต่อ)

- [12] I. Zhitomirsky, A. Kohn, and L. Gal-Or, (1995), “Cathodic Electrosynthesis of PZT Films,” Mater. Lett. 25, 223-22.
- [13] L. Besra and M. Liu, (2007), “A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (EPD),” Progress in Materials Science. 52, 1-61
- [14] K.R. Han, H.J. Koo, M.J. Hong and C.S. Lim, (2000) “Simple Synthesis of Submicrometer Lead Titanate Powder by Precipitation of TiO₂ Precursor on PbO Particulates”, Journal of the American Ceramic Society 83, 971-973
- [15] Phase diagram of PZT, (2011). Retrieved July 1, from <http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/piezoelectrics/pzt.php>
- [16] J. Van Tassel and C.A. Randall, (1999). “Electrophoretic Deposition and Sintering of Thin/Thick PZT Films.” Journal of the European Ceramic Society 19, 955-958
- [17] J. Ma, R. Zhang, C.H. Liang, L. Weng. (2003) “Colloidal characterization and electrophoretic deposition of PZT.” Materials Letters. 57, 4648-4654
- [18] S. Doungdaw, T. Uchikoshi, Y. Noguchi, C. Eamchotchawalit and Y. Sakka. (2005). “Electrophoretic deposition of lead zirconate titanate (PZT) powder from ethanol suspension prepared with phosphate ester.” Science and Technology of Advanced Materials. 6, 927-932
- [19] S.Y. Ng and A.R. Boccacni, (2005). “Lead zirconate titanate films on metallic substrates by electrophoretic deposition.” Materials Science and Engineering B 166, 208-214
- [20] A.P. Abellard, F. Levassort, J.M. Grégoire, M. Lethiecq, D. Kuscer, J. Holc, (2012) “Marija Kosec PZT thick films obtained by electrophoretic deposition (EPD) process for high frequency focused transducers.” Ultrasonics Symposium (IUS), IEEE International, 1- 4

บรรณานุกรม(ต่อ)

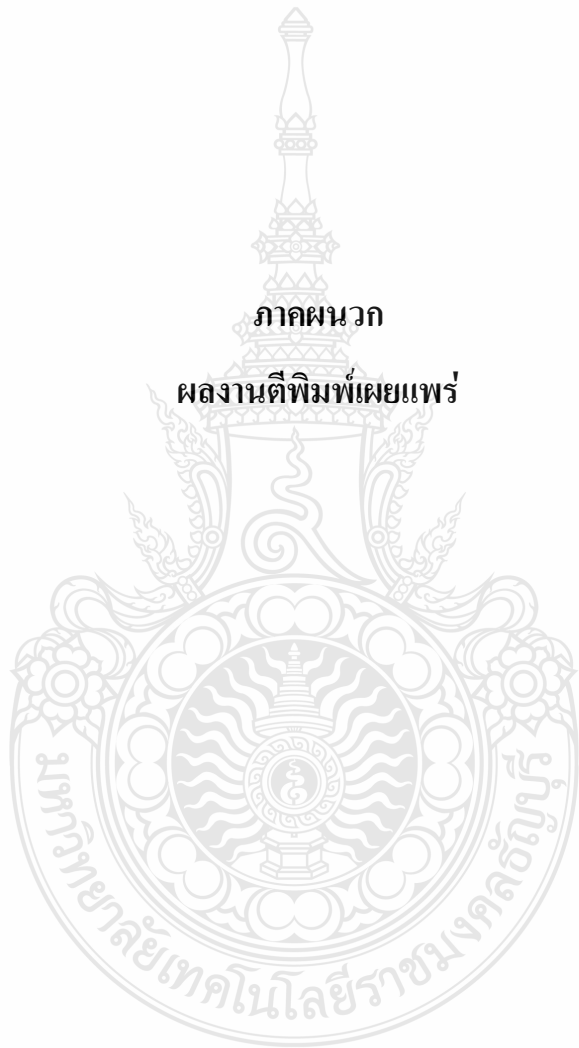
- [21] A.P. Abellard, F. Levassort, D. Kuscer, J. Holc, J.-M. Gr'egoire, O.Noshchenko, M. Kosec and M. Lethiecq. (2012). "Electrophoretic deposition (EPD) process for lead zirconate titanate (PZT) thick films fabrication and high frequency medical imaging." Proceedings of the Acoustics. hal- 00810992, 3337 – 3342
- [22] J. Ma and W. Cheng, (2002.) "Electrophoretic deposition of lead zirconate titanate ceramics," Journal of the American Ceramic Society, 85, 1735 – 1737
- [23] J. Ma and W. Cheng, (2002) "Deposition and packing study of sub-micron PZT ceramics using electrophoretic deposition," Mater Letters. 56, 721 - 727.
- [24] T. Sweeny, R.W. What more. (1996) "Electrophoretic deposition of PZT ceramic films." IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics. 193 – 196
- [25] I. Zhitomirsky, A. Kohn, and L. Gal-Or, (1995) "Cathodic Electro synthesis of PZT Films." Mater. Letters. 25, 223 - 227.
- [26] Zeta potential [online], accessed 1 March 2016. Available from http://www.nition.com/en/products/zeecom_s.htm
- [27] Zeta potential [online], accessed 1 March 2016. Available from http://www.silver_colloid.com/Tutorials/Intro/pcs12.htm
- [28] pH on Zeta potential [online], accessed 1 March 2016. Available from http://www.silver_colloid.com/Tutorials/Intro/pcs18.htm
- [29] Viscosity Grade. สืบค้นจาก:
[https:// www.mne.eng.psu.ac.th/lek_files/ceramic/u65-2.htm](https://www.mne.eng.psu.ac.th/lek_files/ceramic/u65-2.htm)

ภาคผนวก



ภาคผนวก

ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่



iEECON 2017

The 2017 International Electrical Engineering Congress

8-10 MARCH 2017, PATTAYA THAILAND



“Smart Mobility for Smart Future”

Proceedings

VOLUME II

COMMUNICATIONS

ELECTRONICS & CONTROL

DIGITAL SIGNAL PROCESSING

COMPUTER & IT

Organized by



Technical Co-sponsored by



Sponsored by



List of 196 Reviewers

Title	Full Name	Email	Department	Organization
Dr.	Kidsanapong Puntsri	kidsanapong.pu@rmuti.ac.th	Electronics and telecommunications	Rajamangala University of Technology Isan, Khon-Kean Campus
Dr.	Charinsak Saetiaiw	charinsak.sa@rmuti.ac.th	Department of Electronics and Telecommunication Engineering	Rajamangala University of Technology Isan, Khon-Kean Campus
Asst. Prof. Dr.	Kunnthphong Srisathit	kunnthphong.sri@rmutr.ac.th	Research Group for Communication Innovations (ReG-CIs)/Telecommunication Engineering Department	Rajamangala University of Technology Rattakosin
Dr.	Umarin Sangpanich	umarin@eng.src.ku.ac.th	Faculty of Engineering at Sriracha / Department of Electrical Engineering	Kasetsart University Sriracha Campus
Asst. Prof. Dr.	Nattapong Phanthuna	nattapong.p@rmutp.ac.th	Rajamangala University of Technology Phra Nakhon / Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Phra Nakhon
Assoc. Prof. Dr.	MONTREE SIRIPRUCHYANUN	mts@kmutnb.ac.th	Dept. of Teacher Training in Electrical Engineering	King Mongkut's University of Technology North Bangkok
Dr.	Warin Sootkaneung	warin.s@rmutp.ac.th	Department of Computer Engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Phra Nakhon
Asst. Prof.	Siraphop Tooprakai	paiboon73@gmail.com	Telecommunication Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Asst. Prof. Dr.	Apichan Kanjanavapastit	apichank@hotmail.com	Computer and Communication Engineering	Udonthani Rajabhat University
Assoc. Prof. Dr.	Krischonme Bhumkittipich	krischonme.b@enrmutt.ac.th	Department of electrical engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Asst. Prof. Dr.	Nattachote Rugthaicharoenchep	nattachote@ieee.org	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Phra Nakhon
Asst. Prof.	Wipaan Narksarpv	wipavan.nar@siam.edu	Electrical Engineering	Siam University
Asst. Prof. Dr.	Werapon Chiracharit	werapon.chi@kmutt.ac.th	Faculty of Engineering	King Mongkut's University of Technology Thonburi
Asst. Prof. Dr.	Samroeng Hintamai	samroeng.hi@spu.ac.th	2410/2 Phaholyothin Road, Chatuchak, Bangkok.	Sripatum University
Assoc. Prof. Dr.	Deacha Puangdownreong	deachap@sau.ac.th	Electrical Engineering	South East Asia University
Assoc. Prof. Dr.	Sarawuth Chaimool	jaounarak@gmail.com	KMUTNB	King Mongkut's University of Technology North Bangkok
Dr.	Arkorn Palamanit	energy_man001@hotmail.com	Energy Systems Research Institute	Prince of Songkla University

Assoc. Prof. Dr.	chanchai thongsopa	chan@sut.ac.th	Electronic Engineering	Suranaree University of Technology
Asst. Prof. Dr.	supakit kawdungta	supakitting@hotmail.com	Electronic and telecommunication engineering, faculty of engineering	Rajamangala University of Technology Lanna (RMUTL)
Dr.	Tossapol Tippo	tossapol.tip@rmutr.ac.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Rattanakosin
Dr.	Nitikorn Silsirivanich	nitikom1977@gmail.com	Facility Management, Faculty of Architecture and design	Rajamangala University of Technology Rattanakosin
Dr.	Wuthiporn Loedwassana	wuthipor@mut.ac.th	Telecommunication Department	Mahanakorn University of Technology
Asst. Prof. Dr.	Chaiwat Sakul	chaiwatsakul@gmail.com	Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Srivijaya, Trang Campus
Asst. Prof. Dr.	Ravee Phromlounsri	phravee@gmail.com	Computer and Communication Engineering	Udonthani Rajabhat University
Asst. Prof. Dr.	PISIT WISUTMETHEEKORN	pisit.w@cit.kmutnb.ac.th	Electronics Engineering Technology	King Mongkut's University of Technology North Bangkok
Asst. Prof. Dr.	Chanchai Dechthummarong	chanemth@gmail.com	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Lanna Chiang Mai
Assoc. Prof.	Panich Intra	panich_intra@yahoo.com	RUEB	Rajamangala University of Technology Lanna Chiang Mai
Asst. Prof.	Sirichai Dangeam	d_sirichai@hotmail.com	Department of Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Asst. Prof. Dr.	Sakhon Woothipatanapan	sakhon.w@rmutp.ac.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Phra Nakhon
Asst. Prof.	Tanasanee Phienthrakul	tanasanee@gmail.com	Department of Computer Engineering	Mahidol University
Assoc. Prof.	Piya Kovintavewat	pkovintavewat@hotmail.com	Faculty of Science and Technology	Nakhon Pathom Rajabhat University
Assoc. Prof.	SAMPHAN PHROMPICHAI	samphan100@gmail.com	ELECTRONIC DEPARTMENT	Mahanakorn University of Technology
Dr.	Mongkol Meeloon	mongkolmee55@gmail.com	Bureau of Technology and Information Systems Center	Department of Special Investigation (DSI)
Asst. Prof. Dr.	Boonchai Boonchu	boonchai@mut.ac.th	Electronic Engineering Department	Mahanakorn University of Technology
Asst. Prof. Dr.	Somma Pivsa-Art	somma.p@en.rmutt.ac.th	Department of Materials and Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Dr.	Sisuda Chaithongsuk	sisuda_ch@hotmail.com	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Suvarnabhumi
Assoc. Prof.	preecha sakarung	preecha.sakarung@gmail.com	electrical engineering	Rajamangala University of Technology Suvarnabhumi

Asst. Prof. Dr.	Chokchai Sangdao	chokchai@mut.ac.th	Telecommunication Engineering, Faculty of Engineering	Mahanakorn University of Technology
Dr.	Sumonman Niamlang	Sumonman.n@en.rmutt.ac.th	Mme	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Dr.	Supaphorn Thumsorn	nooh17@gmail.com	Future Applied Conventional Technology Centre	Kyoto Institute of Technology
Asst. Prof. Dr.	Nathabhat Phankong	nathabhat.p@en.rmutt.ac.th	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Dr.	Pollakrit Toonkum	pollakrit_t@hotmail.com	College of Integrated Science and Technology	Rajamangala University of Technology Lanna (RMUTL)
Dr.	Wathanaphon Cheewawuttipong	c.wathanaphon@gmail.com	industrial Enginaaerin	Rajamangala University of Technology Srivijaya
Dr.	Paiwan Kerdtuad	paiwan.ke@rmuti.ac.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Isan, Khon-Kean Campus
Dr.	Ekasit Nugoolcharoenlap	ekasit.nug@rmutr.ac.th	Telecommunication Engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Rattanakosin
Dr.	Sukritta Paripurana	sukritta.p@gmail.com	Department of Electrical and Computer Engineering	King Mongkut's University of Technology North Bangkok
Asst. Prof. Dr.	NOPPORN PATCHARAPRAKITI	pnopporn@rmutl.ac.th	ELECTRICAL ENGINEERING	Rajamangala University of Technology Lanna (RMUTL)
Dr.	Warit Wichakool	warit.wi@psu.ac.th	Electrical Engineering Dept., Faculty of Engineering	Prince of Songkla University
Assoc. Prof.	Chemical Engineering	pongsri.s@en.rmutt.ac.th	Chemical Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Assoc. Prof.	Boonyang Plangklang	pboonyang@gmail.com	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Dr.	Kunjana Chaiamarit	kunjana_jane@hotmail.com	Department of Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Isan, Khon-Kean Campus
Dr.	Yutthapong Tuppadung	ytuppadung@gmail.com	Engineering an Training Business Unit	PEA ENCOM International Co., Ltd.
Dr.	Pasist	pasist.s@rmutp.ac.th	Suwanapingkarl	Rajamangala University of Technology Phra Nakhon
Assoc. Prof. Dr.	Vittaya Tipsuwanporn	vittaya.ti@kmitl.ac.th	Instrumentation Control Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Asst. Prof. Dr.	Prajuab Pawarangkoon	juabjung@yahoo.com	Department of Electronic Engineering	Mahanakorn University of Technology
Dr.	Nuttee Thungsuk	nuttee.t@dru.ac.th	Department of Electrical Engineering	Dhonburi Rajabhat University, Samut Prakan Campus
Dr.	Teerin Kongpun	teerin.kon@rmutr.ac.th	Material Engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Rattanakosin

Dr.	Pimolpun Niamlang	Pimolpun.kam@rmutr.ac.th	Department of materials engineering	Rajamangala University of Technology Rattakosin
Dr.	Orapin Channumsin	orapin.ch@rmuti.ac.th	Electronic and Telecommunication Engineering	Rajamangala University of Technology Isan
Asst. Prof.	Montree Kumngern	kkmontre@gmail.com	Faculty of Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Dr.	Santi Nuratch	santi.inc.kmutt@gmail.com	Control System and Instrumentation Engineering, KMUTT	King Mongkut's University of Technology Thonburi
Dr.	Nithiwatthn Choosakul	cnwatthn@rmutt.ac.th	Division of Physics, Faculty of Science and Technology	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
M.Eng	supawat Kamtip	supawatkamtip@gmail.com	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Assoc. Prof.	Napat Watjanatepin	watjanatepin.n@gmail.com	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Suvarnabhumi
Asst. Prof. Dr.	Uthen KAMNARN	uthen@rmutl.ac.th	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Lanna (RMUTL)
Asst. Prof. Dr.	Pichid Kittisuwan	pichidkit@yahoo.com	Telecommunication Engineering	Rajamangala University of Technology Rattakosin
Asst. Prof.	Winadda Wongwiryapan	winadda.wo@kmitl.ac.th	College of Nanotechnology	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Asst. Prof. Dr.	Suriya Kaewarsa	suriya_ka@hotmail.com	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Isan
Asst. Prof. Dr.	Chuntip Sakulphaemaruehai	chuntip.s@en.rmutt.ac.th	Department of Materials and Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Thanyaburi	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Asst. Prof. Dr.	Yutthana Kanthaphayao	yutthana.k@rmutsb.ac.th	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Suvarnabhumi
Asst. Prof.	Dr.-Ing. Supakij Suttiruengwong	suttiruengwong_s@su.ac.th	Materials Science and Engineering	Sipakorn University
Dr.	Jukkrit Tagapanij	jukkrit@hotmail.com	Communications Engineering	Mahanakorn University of Technology
Asst. Prof. Dr.	Wanchai Khamsen	wanchai_kh@hotmail.com	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Lanna (RMUTL)
Assoc. Prof. Dr.	Napaporn Phuangpompitak	napaporn.ph@ku.ac.th	Faculty of Science and Engineering	Kasetsart University
Dr.	Kittiwann Nimkerdphol	kittiwann.n@en.rmutt.ac.th	Computer Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Assoc. Prof.	Worapong Tangsrirat	worapong.ta@kmitl.ac.th	Faculty of Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Asst. Prof. Dr.	Electrical Engineering	p_areekul@yahoo.com	Engineering and Technology	Rajamangala University of Technology Srivijaya, Trang Campus
Asst. Prof. Dr.	Pramuk Unahalekhaka	sabuy8888@hotmail.com	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Suvarnabhumi
Dr.	Phongthep Ruxpakawong	thep@psru.ac.th	Faculty of Science and Technology	Pibulsongkram Rajabhat University
Asst. Prof. Dr.	Watchara Wongpanyo	wwatchara@hotmail.com	Renewable Energy department, School of Energy and Environment	University of Phayao
Asst. Prof. Dr.	Siriwat Wasoontarajaroen	siriwat007@yahoo.com	Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Isan
Dr.	Teeravisit Laohapensaeng	teeravisit.lao@mfu.ac.th	School of Information Technology	Mae Fah Luang University
Dr.	Maleeya Tangjitjatsada	maleeya72@gmail.com	Faculty of Engineering and Architecture	Rajamangala University of Technology Suvarnabhumi
Assoc. Prof. Dr.	Nattha Jindapetch	nattha.s@psu.ac.th	Prince of Songkla University / Department of Electrical Engineering	Prince of Songkla University
Dr.	suthasinee kuptabut	skuptabut@gmail.com	department of computer , faculty of science and technology	Sakon Nakhon Rajabhat University
Assoc. Prof. Dr.	Chawasak Rakpenthai	chawasak@hotmail.com	Electrical Engineering	University of Phayao
Asst. Prof. Dr.	WIROT PONGLANGKA	wirot.ci@gmail.com	Electronic Department, Faculty of Engineering, Rajamangala University Of Technology Lanna Chiangrai	Rajamangala University of Technology Lanna (RMUTL)
Asst. Prof. Dr.	Dr.Sithidet Vachirasricirikul	sithidetv@hotmail.com	University of Phayao	University of Phayao
Dr.	Apiwat Lek-uthai	apiwat.l@chula.ac.th	Department of Electrical Engineering	Chulalongkorn University
Asst. Prof.	Suparek Janjarasjitt	suparek.j@ubu.ac.th	Department of Electrical and Electronic Engineering	Ubon Ratchathani University
Assoc. Prof.	Benjamas Panomruttanarug	benjamas.pan@kmutt.ac.th	KMUTT, Department of Control and Instrumentation Engineering	King Mongkut's University of Technology Thonburi
Dr.	Teerasak Somsak	dhirasak@gmail.com	CISAT	Rajamangala University of Technology Lanna Chiang Mai
Asst. Prof. Dr.	Arthit Sode-Yome	ee487000@hotmail.com	Electrical Engineering	Siam University
Asst. Prof. Dr.	Supakit Kawdungta	supakitting@gmail.com	Faculty of Engineering, Electronic and telecommunication engineering	Rajamangala University of Technology Lanna Chiang Mai
Dr.	Pichet Moeikham	moei76@hotmail.com	Faculty of Electrical engineering (Chiangrai)	Rajamangala University of Technology Lanna (RMUTL)

Assoc. Prof.	Wuttipong Kumwilaisak	wuttipong.kum@kmutt.ac.th	ENE	King Mongkut's University of Technology Thonburi
Asst. Prof.	Somphop Rodamporn	somphop@g.swu.ac.th	Faculty of Engineering , Computer Department	Srinakharinwirot University
Assoc. Prof. Dr.	Kongpan Areerak	kongpan@sut.ac.th	School of Electrical Engineering, Institute of Engineering	Suranaree University of Technology
Assoc. Prof.	Panjai Tantatsanawong	panjai@gmail.com	Computing Department	Sipakorn University
Assoc. Prof. Dr.	Sermsak Uatrongjit	sermsak@eng.cmu.ac.th	Department of Electrical Engineering	Chiang Mai University
Asst. Prof.	Chanchana Tangwongsan	tchanchana@yahoo.com	Electrical Engineering	Chulalongkorn University
Assoc. Prof.	Somyot Kaitwanidvilai	drsomyotk@gmail.com	Faculty of Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Asst. Prof. Dr.	PAITON RAKLUEA	paitoon_r@rmutt.ac.th	Department of Electronic and Telecommunication Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Asst. Prof. Dr.	Niwat Angkawisittpan	niwat.a@msu.ac.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	Maharakham University
Asst. Prof.	Kiattisin Kanjanawanishkul	kiattisin.k@msu.ac.th	Engineering	Maharakham University
Assoc. Prof. Dr.	Nisai Fuengwarodsakul	nisai.f@tggs.kmutnb.ac.th	The Sirindhorn International Thai-German Graduate School of Engineering	King Mongkut's University of Technology North Bangkok
Assoc. Prof. Dr.	Vuttiapon Tarateeraseth	vuttiapon@g.swu.ac.th	Electrical Engineering	Srinakharinwirot University
Dr.	Kornchawal Chaipah	kornchawal@kku.ac.th	Faculty of Engineering	Khon Kaen University
Asst. Prof. Dr.	Supachate Innet	supachate_innet@utcc.ac.th	Computer Engineering and Multimedia	University of the Thai Chamber of Commerce
Asst. Prof.	Nachirat Rachburee	nachirat.r@en.rmutt.ac.th	Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Asst. Prof. Dr.	CHAIYACHET SAIWICHIT	chaiyachet.s@chula.ac.th	Electrical Engineering Department	Chulalongkorn University
Assoc. Prof.	Toempong Phetchakul	toempong.ph@kmitl.ac.th	Faculty of Engineering, Electronic Department	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Dr.	Supattana Nirukkanaporn	supattana@rsu.ac.th	Electrical Engineering	Rangsit University
Asst. Prof.	Wipavan Narksarp	wipavann@gmail.com	Electrical Engineering	Siam University
Asst. Prof. Dr.	Vorapoj Patanavijit	patanavijit@yahoo.com	Engineering	Assumption University
Asst. Prof. Dr.	Suwat Pattaramalai	suwat_pat@kmutt.ac.th	Electronic and Telecommunication Engineering	King Mongkut's University of Technology Thonburi
Asst. Prof.	Suparerk Manitpornsut	suparerk_man@utcc.ac.th	Computer Engineering	University of the Thai Chamber of Commerce

Assoc. Prof. Dr.	CHAIWUT CHAT-UTHAI	chaiwut.ch@kmitl.ac.th	Electrical Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Asst. Prof. Dr.	Rawid Banchuin	rawid_b@yahoo.com	Faculty of Engineering	Siam University
Asst. Prof. Dr.	Chaiyan Jettanasen	kjchaiya@staff.kmitl.ac.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Assoc. Prof. Dr.	worawat sangiamvibool	wor_nui@yahoo.com	Faculty of Engineering Mahasarakham University	Mahasarakham University
Asst. Prof. Dr.	Supawud Nedphokaew	supawud.n@rmutp.ac.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Phra Nakhon
Asst. Prof. Dr.	Boonsong Sutapun	boonsong@sut.ac.th	Institute of Engineering	Suranaree University of Technology
Assoc. Prof. Dr.	Werachet Khangern	kkveerac@yahoo.com	Electrical Engineering Department	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Dr.	Ponlakit Jariyatantiwait	ponlakit.j@rmutp.ac.th	Electronics and Telecommunication Engineering	Rajamangala University of Technology Phra Nakhon
Asst. Prof. Dr.	Chivalai Temiyasathit	chivalai@gmail.com	International College	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Assoc. Prof. Dr.	Poompat Saengudomlert	poompat.s@bu.ac.th	School of Engineering	Bangkok University
Dr.	Channarong Banmongkol	channarong.b@chula.ac.th	Electrical Engineering	Chulalongkorn University
Asst. Prof. Dr.	Siriroj Sirisukprasert	siriroj.s@ku.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	Kasetsart University
Asst. Prof.	Mongkol Konghirun	konghirun.1@gmail.com	Electrical Engineering Department	King Mongkut's University of Technology Thonburi
Asst. Prof.	Chaiyo Thammarat	chaiyot@sau.ac.th	South East Asia University / Electrical Engineering Department	South East Asia University
Asst. Prof.	Chutham Sawigun	csawigun@gmail.com	Mahanakorn Institute of Innovation	Mahanakorn University of Technology
Asst. Prof.	Dr. Komson Daroj	komsond@yahoo.com	Electrical Engineering	Ubon Ratchathani University
Dr.	Rungsimant Sitdhikorn	rungsimu@mut.ac.th	Instrumentation and Mechatronics	Mahanakorn University of Technology
Asst. Prof.	Jedsada Arunruerk	jedsada.a@en.rmutt.ac.th	Computer Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Asst. Prof.	APHIBAL PRUKSANUBAL	pruksanubal@yahoo.com	Department of Electrical and Computer Engineering, Faculty of Engineering	King Mongkut's University of Technology North Bangkok
Dr.	Apichai Bhatranand	apichai.bha@mail.kmutt.ac.th	Department of Electronic and Telecommunication Engineering	King Mongkut's University of Technology Thonburi
Asst. Prof.	Sakorn Po-Ngam	sakornpo@hotmail.com	KMUTT/Electrical Engineering	King Mongkut's University of Technology Thonburi

Asst. Prof.	Ong-art Sadmai	ong-art.s@en.rmutt.ac.th	Department of Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Asst. Prof.	Wanchak Lenwari	wanchak.len@kmutt.ac.th	Control System and Instrumentation Engineering	King Mongkut's University of Technology Thonburi
Assoc. Prof. Dr.	Rachu Puchalard	rachu@mut.ac.th	Telecommunication Engineering	Mahanakorn University of Technology
Asst. Prof.	Nararat Ruangchajjatupon	nararat@kku.ac.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	Khon Kaen University
Prof.	Varakorn Kasemsuwan	varakornkasemsuwan@yahoo.com	Dept of Electronics, Faculty of Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Dr.	PROMSAK APIRATIKUL	promsaka@gmail.com	RMUTT	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Dr.	Wanayuth Sanngoen	wanayuth.sa@spu.ac.th	Electrical Engineering	Sripatum University
Asst. Prof. Dr.	Chirawat Kotchasarn	chirawat.k@en.rmutt.ac.th	Electronics and Telecommunications	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Prof. Dr.	David Banjerdpongchai	bdavid@chula.ac.th	Electrical Engineering	Chulalongkorn University
Dr.	Somboon Sooksatra	somboon.s@rsu.ac.th	Electrical Engineering	Rangsit University
Dr.	Upady Hatthasin	UHT@rmutl.ac.th	Computer Engineering Department, Engineering Faculty	Rajamangala University of Technology Lanna Chiang Mai
Asst. Prof. Dr.	Wannaree Wongtrairat	wannaree_wr@yahoo.com	Electronic Engineering	Rajamangala University of Technology Isan
Dr.	Upady Hatthasin	uht.rmutl2014@gmail.com	Computer Engineering Department, Engineering Faculty	Rajamangala University of Technology Lanna Chiang Mai
Asst. Prof. Dr.	Nalin Sidahao	sidahao@gmail.com	Electronic Engineering	Mahanakorn University of Technology
Assoc. Prof.	Bhichate Chiewthanakul	bhichi@kku.ac.th	Department of Computer Engineering, Faculty of Engineering	Khon Kaen University
Assoc. Prof. Dr.	Songphol Kanjanachuchai	songphol.k@chula.ac.th	Chulalongkorn University / Electrical Engineering	Chulalongkorn University
Asst. Prof. Dr.	Chutimet Srinilta	chutimet.sr@kmitl.ac.th	Computer Engineering Department	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Asst. Prof. Dr.	Worakarn Wongsachua	worakarn_w@hotmail.com	Electrical and Electronic Engineering	Ubon Ratchathani University
Dr.	Panuwat Janpugdee	Panuwat.Ja@chula.ac.th	Electrical Engineering Department	Chulalongkorn University
Asst. Prof.	chuttchaval jeraputra	chuttchaval.jer@mahidol.ac.th	electrical engineering dept	Mahidol University
Assoc. Prof. Dr.	Nit Petcharaks	nit.pes@dpu.ac.th	College of Innovative Technology and Engineering	Dhurakij Pundit University

Dr.	Pinit Nuangpirom	hs5qab@hotmail.com	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Lanna (RMUTL)
Dr.	Piampoom Sarikprueck	piampoom.sa@kmitl.ac.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Prof.	Boonchai	boonchai.t@chula.ac.th	Techaumnat	Chulalongkorn University
Dr.	Pracha Khamphakdi	pracha.k@ubu.ac.th	Department of Electrical and Electronic Engineering, Faculty of Engineering	Ubon Ratchathani University
Dr.	Thanaset Thosdeekoraphat	thanaset@sut.ac.th	Electronics and Telecommunication Engineering	Suranaree University of Technology
Assoc. Prof. Dr.	Trasapong Thaiupathump	trasapong@gmail.com	Department of Computer Engineering	Chiang Mai University
Asst. Prof.	Chonlatee Photong	chonlatee.p@msu.ac.th	Maharakham University	Maharakham University
Asst. Prof.	Somsak Walairacht	somsak.wa@kmitl.ac.th	KMITL / Computer Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Assoc. Prof. Dr.	Montri Karnjanadecha	montri.karn@gmail.com	Department of Computer Engineering, Faculty of Engineering	Prince of Songkla University
Assoc. Prof. Dr.	Peerapol Yuvapoositanon	peerapol.y@gmail.com	Faculty of Engineering	Mahanakorn University of Technology
Asst. Prof. Dr.	Kitiphol CHITSAKUL	kitiphol.ch@kmitl.ac.th	Electronic Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Assoc. Prof. Dr.	Anuwat Jangwanitlert	jkjanuwat@gmail.com	Department of Electrical Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Dr.	Chanyut Karnjanapiboon	chanyut@rmutl.ac.th	Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Lanna (RMUTL)
Dr.	Kritchai Withephanich	kritchai.withephanich@gmail.com	Cork Institute of Technology	Cork Institute of Technology
Asst. Prof.	Dr. Nirudh Jirasuwankul	nirudh.ji@kmitl.ac.th	Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Dr.	Wichian Ooppakaew	wichian.o@en.rmutt.ac.th	Electronic and Telecommunication Engineering Department Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
Assoc. Prof.	APINAN AURASOPON	apinan.a@msu.ac.th	Faculty of Engineering	Maharakham University
Dr.	Settawit Poochaya	settawit@sut.ac.th	School of Telecommunication Engineering, Institute of Engineering	Suranaree University of Technology
Dr.	Yuttapong Jiraraksoyakun	yuttapong.jir@mail.kmutt.ac.th	Electronic and Telecommunication	King Mongkut's University of Technology Thonburi
Dr.	Doldet Tantraviwat	doldet.tantraviwat@cmu.ac.th	Electrical Engineering Department	Chiang Mai University

Asst. Prof. Dr.	Worawat Nakawiro	nworawat@gmail.com	KMITL, EE	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Dr.	Sudarat Khwan-on	sudarat_kh@sut.ac.th	School of Electrical Engineering	Suranaree University of Technology
Dr.	Pakpum Somboon	pakpum.s@chula.ac.th	Biomedical Engineering Program	Chulalongkorn University
Asst. Prof.	Surapol Jantorn	surapol.ja@spu.ac.th	Department of Electrical Engineering	Sripatum University
Asst. Prof. Dr.	Kunnthphon Srisathit	kunnthph@gmail.com	Research Group for Communication Innovations (ReG-CIs)/Telecommunication Engineering Department	Rajamangala University of Technology Rattanakosin
Dr.	Chodchanok Attaphong	kachodchanok@gmail.com	Department of Civil Engineering	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Assoc. Prof.	BOONLERT SUECHOEY	tdlert@hotmail.com	Southeast Asia University / Electrical Engineering Dept.	Southeast Asia University
Assoc. Prof.	Preecha Kocharoen	preecha.ko@spu.ac.th	Electrical Engineering and Applied Electronics	Sripatum University
Assoc. Prof. Dr.	Yuttana Kumsuwan	yt@eng.cmu.ac.th	Department of Electrical Engineering	Chiang Mai University
Dr.	Teeraphon Phophongviwat	teeraphon.ph@kmitl.ac.th	Electrical Engineering Dept.	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Assoc. Prof. Dr.	Sanun Srisuk	srisuk.s@gmail.com	Faculty of Engineering	Nakhon Phanom University
Dr.	Danu Wiroteurairuang	wadanu@hotmail.com	Faculty of Industrial Technology	Ubon Ratchathani Rajabhat University
Dr.	Tanunchai Boonnuk	boonnuk2002@hotmail.com	Faculty of Science and Technology	Loei Rajabhat University
Dr.	Prajuab Inrawong	prajuab@rmuti.ac.th	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Isan
Asst. Prof. Dr.	Wuttiwat Kongrattanaprasert	wuttiwat@hotmail.com	Electrical Engineering	Rajamangala University of Technology Krungthep
Asst. Prof. Dr.	Sawat Bunnjaweht	paru4802@hotmail.com	Department of Telecommunication	Mahanakorn University of Technology
Dr.	Chatchai Suppitaksakul	chatchai.s@cn.rmutt.ac.th	Faculty of Engineering	Rajamangala University of Technology Thanyaburi

CONTENTS

EC036	Test chip Desing and Parameter Extraction of Parasitic Capacitance of MOSFET of VLSI	783
	A. Ruangphanit, R. Peolub, R. Muanghlua <i>National Science and Technology Development Agency Patumthani, Thailand</i>	
EC038	A Temperature-insensitive Instrumentation Amplifier Using CCTA-based Voltage to Current Converter	787
	Montree Siripruchyanun, Kangwal Payakkakul <i>King Mongkut's University of Technology North Bangkok, Thailand</i>	
EC039	Door Lock System via Web Application	791
	Charoen Vongchumyen, Pakorn Watanachaturaporn, Chompoonuch Jinjakam, Akkradach Watcharapupong, Watjanapong Kasemsiri, Kiatnarong Tongprasert, Aranya Walairacht, Thaweesak Penpokai, Thongchai Jenweerawat, Aunnisa Hami <i>King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Thailand</i>	
EC040	Inverting Amplifier Based Ultra Low Power Low Offset Current Comparator	795
	Pusit Suriyavejwongs, Ekachai Leelarasmee, Wanchalerm Pora, Sitt Tontisirin <i>Chulalongkorn University, Thailand</i>	
EC042	Half Bridge Voltage Source Inverter using Frequency and Temperature Control for Induction Distilling Applications	799
	Vichian Hathairatsiri, Jirapong Jittakort, Prasert Pinpathomrat, Suwat Kitcharoenwat, Buncha Sansoda, Boontan Sriboonrueng, and Saichol Chudjuarjeen <i>Rajamangala University of Technology Krungthep, Thailand</i>	
EC044	Design and Implementation of Class E Power Amplifier with Parallel Circuit for Wireless Power Transfer Systems	803
	Ekkaphol Khansalee, Kittipong Nuanyai, Yan Zhao <i>Rajamangala University of Technology Isan Khon Kaen Campus, Thailand</i>	
EC045	Third-Order Current-Mode Quadrature Oscillator Using MO-CCTAs and Grounded Capacitors	807
	Chai Wankan, Saweth Hongprasit <i>Rajamangala University of Technology IsanKhonKaen Campus, Thailand</i>	
EC046	Formation and electrical properties of lead zirconate titanate films on platinum substrate by electrophoretic deposition	811
	Nestchanok Yongpradern, Sorapong Pavasupree and Chalermchai Jeerapan <i>RMUTT, Thailand</i>	
EC047	Phase-Shift Phase-Lock Loop (PLL) Control for Wireless Power Transmission System using Primary-Side Information	815
	Chan Anyapo, Nithiphat Teerakawanich, Chowarit Mitsantisuk <i>Kasetsart University, Thailand</i>	
EC050	A design of colorimeter for chemical quantitative analysis based on a web-camera.	819
	Komsun Phongern, Noppadol Maneerat, Arjnarong Mathaweensum and Nathawut Chengchan <i>King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Thailand</i>	
EC051	Current-mode Universal Biquadratic Filter Using Single MO-CCTA	823
	Pukanit Thuibuengchim, Saweth Hongprasit <i>Rajamangala University of Technology Isan Khon Kaen Campus, Thailand</i>	
EC052	Test and On-Line Monitoring of Real-Time Ethernet with Mixed Physical Layer for Industry 4.0	827
	Alexander Gercikow, Hans-Peter Schmidt <i>OTH East Bavarian Technical University of App. Sciences, Germany</i>	
EC054	Implementation of Chaos Control in Chua's Circuit via Sliding Mode Control	831
	Suphaphorn Panikhom <i>Rajamangala University of Technology Isan, Khonkaen Campus, Thailand</i>	
EC055	Impact of Sensor Mobility on UAV-based Smart Farm Communications	835
	Prusayon Nintanavongsa and Itarun Pitimon <i>Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Thailand</i>	

Formation and electrical properties of lead zirconate titanate films on platinum substrate by electrophoretic deposition

Nestchanok Yongpradern, Sorapong Pavasupree
 Department of Materials Engineering
 Faculty of Engineering, RMUTT
 Pathumthani, Thailand
 Nestchanok_y@mail.rmutt.ac.th,
 sorapong.p@en.rmutt.ac.th

Chalermchai Jeerapan
 Expert Centre of Innovation Material (ECIM)
 Thailand Institute of Scientific and Technological Research
 Pathumthani, Thailand
 chalermchai@tistr.or.th

Abstract— Electrophoretic deposition (EPD) of micrometer lead zirconate titanate (PZT) particles was conducted to form thick PZT films on the platinum substrate. Colloidal suspensions for EPD were prepared by ultrasonically mixing of 0.5 g PZT particles in 50 ml ethanol solution and phosphate ester (PE) as a dispersant. The amount of PE addition on the stability of the PZT particles was studied. After defining the optimal suspension properties, the PZT thick films depended on the current/time relationship were developed. The effect of EPD process parameters such as of deposition voltage, deposition time and suspension composition on the specifically deposited weight of PZT was investigated. The EPD parameters were optimized in order to obtain crack-free, high-quality uniform ceramic films. The composition and microstructure of the sintered PZT films on the platinum substrate were characterized by SEM.

Keywords— Lead zirconate titanate; Electrophoretic deposition; Suspension; Films

I. INTRODUCTION

Lead zirconate titanate (PZT) is used in a wide range of piezoelectric, pyroelectric and ferroelectric device application [1–3]. The PZT thick films have also been structured using a tape casting, sputter-deposited and electrophoretic deposition. The electrophoretic deposition techniques are well-accepted as good methods to form dense and produce green homogeneous compacts of high reliability. The basic principle of electrophoretic deposition process can be explained as follows. Electrophoretic deposition is an electrodeposition technique in which films are formed by charged particles migrating under the effect of high electric fields [6]. In these processes, a coating is produced by the diffusion and migration of individual ions and molecules dissolved in the solvent to the deposition electrode where they are electrochemically converted to an insoluble form. The phosphate ester (PE) is an effective electrostatic stabilizer, which charges the particles positively in organic liquids by donating protons to the surface. It is a further object of the present invention to provide an improved method for electrophoretic deposition of PZT thick films by using a tri-functional additive in the electrophoresis suspension of

ferroelectric particles which precludes the need for addition of a separate binder to an EPD suspension.

The main purpose of this paper is to show how the main parameters to PZT nanoparticles deposition through the electrophoretic deposition (EPD) technique in order to obtain thick films. The electrophoretic deposition of PZT is used to demonstrate the formation of an intermediate thickness film with well-controlled stoichiometry.

II. EXPERIMENTAL

The commercial PZT powders (JA-1, JK Precision Electric Co., Korea) were used for PZT film fabrication. Particle size obtained from SEM images is also used for comparison with laser diffraction measurement of the powder is shown in Fig. 1. The SEM image showed that particles have a spherical shape with an aggregate state. The sizes of the particles can be measured with an ordinary particle size analyzer showed that the mean particle size of PZT powders was 179 nm, which was in accordance with the result of SEM. The ethanol (ACS reagent, >99.8%) was used as the solvent for preparation of PZT suspensions. The phosphate ester (Johoku Chem. Co., Ltd, Japan) as charging agent and binder 0-3 wt% (relative to the powder mass) poly(vinyl butyral-covinyl alcohol-co-vinyl acetate) (PVB, Sigma-Aldrich Corp., USA) was also added as binder and 0.03 wt% (relative to the powder mass) polyethyleneimine (PEI, Sigma-Aldrich Corp., USA) were us as stabilizer in order to form a thick and crack-free [4].

The mixture of 10 g of $\text{PbZr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48}\text{O}_3$ powder and disperse in ethanol 100 ml with phosphate ester (Johoku Chem. Co., Ltd, Japan) Suspensions of 0–2 wt% as charging agent and binder. The samples having PZT were planetary milled for 30 min and finally subjected to stirred using a magnetic stirrer and were ultrasonicated for 5 minutes with 160 W intensity at 20 kHz ultrasonic frequency (Model VC 505), and then were stirred for 30 min to prepare a sufficiently stable suspension. The suspension preparation procedure is schematically represented in Fig. 2.

* Corresponding author
 E-mail addresses: sorapong.p@en.rmutt.ac.th (S. Pavasupree)

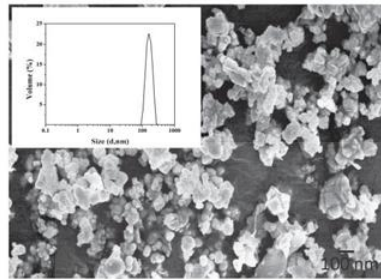


Fig. 1. Morphology of PZT powders by SEM. In the inset the result measured by laser particle size analyzer.

In order to optimize the suspension chemistry, the Electrical conductivity (EC) and pH of the pure medium (EtOH) and that of the PZT suspension is measured as a function of PE concentration using a pH meter (Model CM-1K, JICA). Studied the effects of dispersant concentration on suspension stability, zeta potential and particle size distribution. A schematic diagram of EPD apparatus is shown in Fig. 3. In the present work, a platinum substrate of 5 mm was used as the cathode, and a stainless steel plate was used as the counter electrode with a distance of 2 cm. The deposition kinetics have been studied in depth to obtain an idea about the optimum deposition parameters in the applied voltage range of 50 and 100 V for a deposition time range of 2, 4 and 10 min. The deposited weights were measured by weighing the sample before deposition from the weight after deposition, followed by drying in air at room temperature. The PZT films were sintered in an electrical furnace at 1250 °C for 2 h. The microstructural characterization of the deposited film both in green and sintered condition has been carried out using a scanning electron microscope (SEM; JEOL, JSM-6340F).

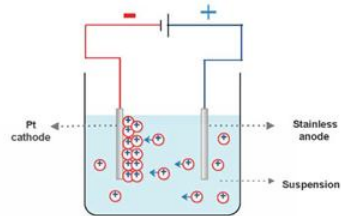


Fig. 3. Schematic diagram of EPD apparatus.

III. RESULTS AND DISCUSSION

A. Suspension Characterization

As a result, the amount of dissociated PE is always higher in PZT suspension than in pure ethanol. Therefore, the conductivity in case of PZT suspension is much higher than pure PZT when the same amount of PE is added.

Fig. 4a. shows that the pH of the suspension decreases steadily with addition of PE in the medium. Such behaviour in pH dependency might be due to the fact that in pure ethanol the phosphate ester dissociation reaction quickly reaches the equilibrium state and after that most of PE remains neutral, but in the presence of PZT particulates, the generated resulting in a delay in attaining the equilibrium state. With gradual increase of PE concentration, the surface -OH groups saturate is the absorbed protons and attains equilibrium. Consequently, the pH of suspension decreases slowly with further addition of PE in the medium [4,6].

Fig. 4b. shows the electrical conductivity change of the medium in presence and absence of PZT particulates when different amount of PE is added. The electrical conductivity of the PE in pure ethanol increases steadily with increasing the PE concentration while the conductivity profile is different in the presence of PZT particulates

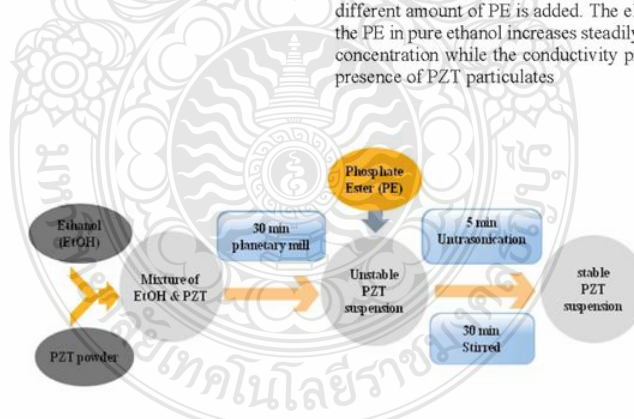


Fig. 2. Schematic of PZT suspension preparation.

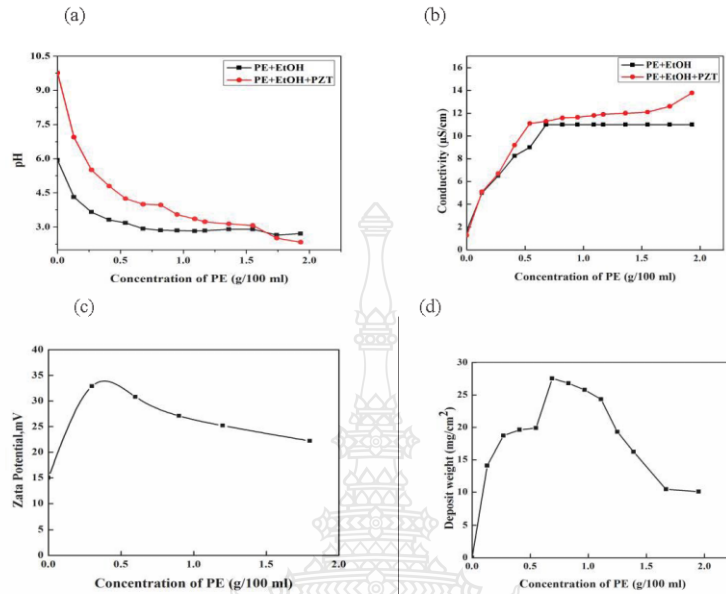


Fig. 4. Effect of phosphate ester concentration in the suspension on (a) pH, (b) electrical conductivity, (c) Zeta potential and (d) deposited mass per unit area at an applied voltage of 100 V for 4 min.

In the presence of PZT particulates, the generated protons are absorbed on the surface - OH groups (on PZT), and the equilibrium state for PE is delayed. The variation of zeta potential with dispersant concentration is shown in Fig. 4c. In absence of the dispersing agent (PE), the suspension exhibits a very low zeta potential value. However, it attains a maximum value of (+) 32 mV upon addition of 0.69 g/100 ml PE in the suspension. This increase in zeta potential with PE addition can be accredited to the absorption of generated H^+ ions on the particulate surface.

The PZT deposit yield for various amounts of PE under a constant voltage deposition at 100 V for 4 min is shown in Fig. 4d. No deposition was observed from the suspension prepared with no PE addition. The maximum deposited mass per unit area and uniform surface morphology are obtained and produce non-uniform and discontinuous films. As a result of which the deposited amount and quality of the film drops when the PE concentration exceeds 0.69 g/100 ml. Therefore, based on the above results the PE concentration is fixed at 0.69 g/100 ml.

B. Characteristics of deposited PZT film

Beside suspension chemistry, deposition parameters such as applied voltage and deposition time also have great influence on the deposition quality. Hence, it is necessary to optimize the deposition parameters. Fig. 6a demonstrates the additional amount of PE was fixed at 0.69 wt%. The relation between the deposit weight and the deposition time was non-linear, and the deposition rate gradually slowed down with time [7].

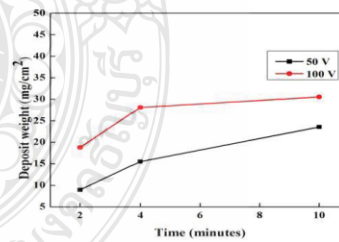


Fig. 5. Deposited mass per unit area as a function of applied voltage and deposition period onto a conducting substrate from a stable suspension (PE concentration 0.69 g/100 ml).

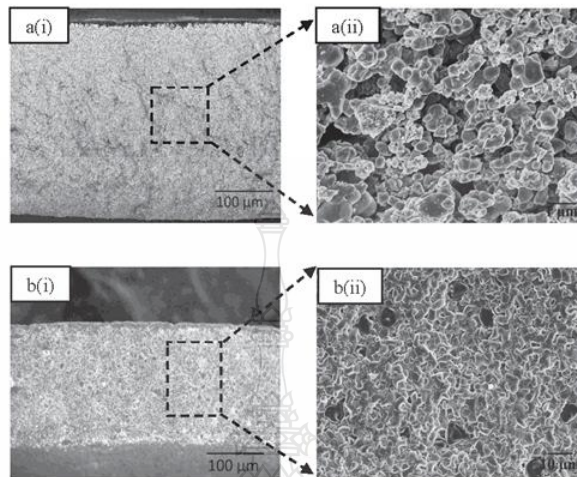


Fig. 6. Cross-sectional micrograph of a (i) as-deposited (green), b (i) sintered PZT film deposited at an applied voltage of 100 V for 4 min using the supernatant suspension and a(ii), b(ii) is the magnified view of a(i), b(i).

The cross-sectional micrographs of the green PZT film deposited using the supernatant suspension at an applied voltage of 100 V for 4 min is shown in Fig. 6a(i); and b(i). The micrograph confirms the formation of a continuous film with the uniform thickness of ~0.6 mm onto the porous anode substrate without any cracks. Fig. 6b(i); and b(ii) shows that the deposited film is converted to a dense and uniformly thick electrolyte coating (thickness: ~0.5 mm) after co-firing at 1250 °C/2 h. Moreover, the sintered film does not exhibit any microcracks or through pores [8].

IV. CONCLUSIONS

In this work, a study has been carried out on the effect of the PE provided a stable suspension with well dispersed, and surface charging to the PZT particles in an ethanol solvent. The results indicate that the pH and conductivity measurements indicated the adsorption saturation of the PE on the PZT surface. The results obtained in this research indicate that the highest zeta potential was achieved using the saturated amount of PE. The over addition of PE caused a decrease in the zeta-potential, but an increase in the adhesion of the deposits to a platinum substrate. Finally, these results suggested a potential application of the deposition process for the PZT thick films.

ACKNOWLEDGMENT

The authors would like to thank Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR) for the financial support and Department of Materials and Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering, RMUTT

REFERENCES

- [1] I. Zhitomirsky, A. Kohn and L. Gal-Or, "Cathodic Electrolysis of PZT Films," *Materials letters*, vol. 25, pp. 227-223, December 1995.
- [2] J. Ma, R. Zhang, C.H. Liang and L. Weng, "Colloidal characterization and electrophoretic of PZT," *Materials letters*, vol. 57, pp. 4648-4654, April 2003.
- [3] J.Van Tassel and C.A.Randall, "Electrophoretic Deposition and Sintering of Thin/Thick PZT Films," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 19, pp. 955-958, June 1999.
- [4] S.Doungdaw, T. Uchikoshi, Y. Noguchi, C. Eamchotchawalit and Y.Sakka, "Electrophoretic deposition of lead zirconate titanate (PZT) powder from ethanol suspension prepared with phosphate ester," *Science and Technology of Advanced Materials*, vol. 6, pp. 927-932, November 2005.
- [5] A.-P. Abellard, F. Levassort, J.-M. Grégoire, M.Lethiecq, D. Kuser, J.Holec and Marija Kosec "PZT thick films obtained by electrophoretic deposition (EPD) process for high frequency focused transducers," *Société Française d'Acoustique, Acoustics 2012*, Apr 2012
- [6] S.Y.Ng and A.R.Boccaceni, "Lead zirconate titanate films on metallic substrates by electrophoretic deposition," *Materials Science and Engineering B* 166, PP 208-214, 2005
- [7] L. Besra and M. Liu, "A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (EPD)," *Progress in Materials Science*, vol. 52, pp. 1-61, 2007.
- [8] C. Galassi, "Processing of porous ceramics Piezoelectric materials," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 26, pp. 2951-2958, 2006



CERTIFICATE OF PRESENTATION



This is to certify that

Nestchanok Yongpraderm, Sorapong Pavasupree and Chalermchai Jeerapan

presented a paper entitled

**Formation and electrical properties of lead zirconate titanate films
on platinum substrate by electrophoretic deposition**

at The 2017 International Electrical Engineering Congress (IEECON2017)

8 -10 March 2017, Pattaya, Thailand

A. RW

Assoc. Prof. Dr. Athikom Roeksabutr

EEAAT President

Bhumkittipich

Assoc. Prof. Dr. Krischonne Bhumkittipich

IEECON2017 General Chair



The 9th Conference of Electrical Engineering Network
of Rajamangala University of Technology

งานประชุมวิชาการเครือข่ายวิศวกรรมไฟฟ้า
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 9

EENET 2017

"การพัฒนานวัตกรรมเพื่ออุตสาหกรรมและการเกษตรอย่างยั่งยืน"

Sustainable Development of Innovation for Industry and Agriculture

2-4 May 2017, K.P. Grand Hotel Chanthaburi

Conference Topics

- Electrical Power (PW)
- Power Electronics (PE)
- Energy and Energy Saving (ES)
- Control Systems and Instrumentation (CT)
- Computer and Information Technology (CP)
- Electric Communication (CM)
- Electronics (EL)
- Digital Signal Processing (DS)
- Innovation and Invention (IN)
- General Electrical Engineering (GN)



รายนามผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาบทความ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กฤษณะพงศ์ พันธุ์ศรี	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตขอนแก่น
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กฤษดา ยิ่งขยัน	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ฉันทิพิท สกฤตเมธพิทย	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐภัทร พันธุ์คง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐพงศ์ พันธุ์ณะ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุสิตพิเชษฐ์ ฤกษ์ปรีดาพงศ์	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นชิรัตน์ ราชบุรี	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นพดล มณีรัตน์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นพพร พัชรประภคิต	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นัฐโชติ รักไทยเจริญชีพ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นาคยา คล้ายเรือง	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปกรณ์เกียรติ เศวตเมธิกุล	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปภัทรรักษ์ อารีรักษ์กุล	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประจวบ ปวารงกูร	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประมุข อุณหเลขกะ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประสพโชค โห้ทองคำ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปุ่นยภัทร ภูมิภาค	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พนา ดุสิตาการ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พิชิต กิตติสุวรรณ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พิสิทธิ์ วิสุทธิเมธีกร	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ไพบุลย์ เกียรติสุขคนาร	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.มนัส บุญเกียรติทอง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ยุทธนา กันทะพะเยา	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรรณพร ทีเก้ง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิระ วงศ์ปัญญา	มหาวิทยาลัยพะเยา
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วันไชย คำแสน	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ลำปาง
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วันวิสา ชัยวงษ์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิฑูรย์ พรหมมี	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี เชียงราย
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วินัย ใจกล้า	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิโรจน์ ปงลังกา	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี เชียงราย

รายนามผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาบทความ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิวัฒน์ ทิพจร	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา เชียงราย
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วีรพล จิระจิต	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศักดิ์ สมกุล	มหาวิทยาลัยนครสวรรค์
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริวัฒน์ วสุนธราเจริญ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน วิทยาเขตขอนแก่น
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศุภกิต แก้วดวงตา	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา เชียงใหม่
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศุภวุฒิ เนตรโพธิ์แก้ว	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สมชาย ศรีสกุลเดี่ยว	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สมพร เรืองสินชัยวานิช	มหาวิทยาลัยนครสวรรค์
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สรายุทธ ทองกุลภัทร์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สาคร วุฒิพัฒน์พันธุ์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สายชล ชุตเจือจีน	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สำเริง อินทามโ	มหาวิทยาลัยศรีปทุม
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิทธิบูรณ์ ศิริพรอัครชัย	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อดิเรก จันทะคุณ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุณพล ป้อมสถิตย์	มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อำนาจ เรืองวารี	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ เต๋น คอกพิมาย	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ นิตินพงษ์ สมไชยวงศ์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ประหยัด กองสุข	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลตะวันออก
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ พกิง สุวัฒน์	มหาวิทยาลัยสยาม
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ พินิจ จิตจริง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ พูนศรี วรรณการ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ วิเชษฐ ทิพย์ประเสริฐ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา เชียงราย
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ วิภาวัลย์ นาคทรัพย์	มหาวิทยาลัยสยาม
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ วุฒิชัย สง่างาม	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ศิริชัย แดงแอม	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สุทธินันท์ ต้นโพธิ์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ อดิศักดิ์ ร่มพุดตาล	มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ อนุชิต เจริญ	มหาวิทยาลัยเกษมบัณฑิต
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ จักรวัฒน์ บุตรบุญชู	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน

รายนามผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาบทความ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ เฉลิมพล เรืองพัฒนาวิวัฒน์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชาญชัย เศษธรรมรงค์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา เชียงใหม่
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชำนาญ ปัญญาใส	ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ
ดร.กรัญญา สิทธิสงวน	มหาวิทยาลัยศิลปากร
ดร.กฤตยา สมสัย	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ดร.กัญจนา ชัยอมฤต	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตขอนแก่น
ดร.กิตติวัฒน์ นิ่มเกิดผล	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ดร.คมกฤษ บุญยั้ง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์
ดร.จรินทร์ศักดิ์ แซ่เตียว	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตขอนแก่น
ดร.จักรกฤษ ตระกพาณิชย์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร
ดร.ชูวงศ์ วัฒนศักดิ์ภูบาล	การไฟฟ้าส่วนภูมิภาค
ดร.ณรงค์ เมตไตรพันธ์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา เชียงราย
ดร.ณัชพงศ์ หัตถิ	ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ
ดร.ณัฐภี ถึงสุข	มหาวิทยาลัยราชภัฏธนบุรี
ดร.ตบชา ประเสริฐสม	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ
ดร.ถนอม โทมมาศ	ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ
ดร.ทศพล ทิพย์โพธิ์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์
ดร.ธีระศักดิ์ สมศักดิ์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา เชียงใหม่
ดร.นพดล มณีเชิธร	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา
ดร.นิตกรณ ศิลป์ศิริวานิชย์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์
ดร.นิตศักดิ์ เจริญรูป	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา
ดร.นิธวัฒน์ ชูสกุล	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ดร.บัญชา เหลือแดง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์
ดร.ประจวบ อินระวงศ์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีอีสาน
ดร.ปรัชญา มงคลไวย์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์
ดร.พงษ์เทพ รักผกาวงศ์	มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี
ดร.พรพิมล วิทยุชาคริต	สถาบันเทคโนโลยีนานาชาติสิรินธร มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์
ดร.พลกฤษณ์ ทุนคำ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา เชียงใหม่
ดร.พิชัย อยู่เปล้า	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตสกลนคร
ดร.พิเชษฐ์ เหมยคำ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา

รายนามผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาบทความ

ดร.พีรพล จันทร์หอม	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
ดร.พุทธพร เสวตสกุลานนท์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร
ดร.ไพวรรณ เกิดดวง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตขอนแก่น
ดร.มงคล มีสุน	กรมสอบสวนคดีพิเศษ(DSI)
ดร.มดี นรารมย์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตสกลนคร
ดร.มาลีญา ตั้งจิตเจษฎา	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
ดร.ยอด สุขะมงคล	มหาวิทยาลัยรามคำแหง
ดร.ยุทธพงศ์ ทัพผดุง	บริษัท พีอีเอ เอ็นคอม อินเตอร์เนชั่นแนล จำกัด
ดร.รัศมี สิทธิจันทร์แก้ว	มหาวิทยาลัยนเรศวร
ดร.วัญญา รอดประพัฒน์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลตะวันออก
ดร.วรินทร์ สุดคณิง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร
ดร.วฤทธิ์ วิชกุล	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
ดร.วุฒิพร เลิศวานานา	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร
ดร.ศรีญา ปะสะภาวี	สถาบันมาตรวิทยาแห่งชาติ
ดร.ศรีสุดา ไชยทองสูง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
ดร.สมพร ศรีวัฒนพล	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
ดร.สิริญา คุวาคิต	มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม
ดร.สันติ นุราช	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
ดร.สุชาสินี คุปตะบุตร	มหาวิทยาลัยราชภัฏสกลนคร
ดร.สุเมธชา เกษมวิลาศ	มหาวิทยาลัยขอนแก่น
ดร.สุลักษณ์ มงคล	มหาวิทยาลัยแม่โจ้
ดร.เสกสรร พลสุวรรณ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ดร.อนันท์ นำอิน	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา เชียงราย
ดร.อรพิน ชาญนำสิน	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตขอนแก่น
ดร.อรุณ พยอมหอม	การไฟฟ้านครหลวง
ดร.อุมารินทร์ แสงพานิช	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
ดร.เอกสิทธิ์ นกุลเจริญลาภ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์

รายนามผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาบทความ

รองศาสตราจารย์ ดร.กฤษณ์ชนม์ ภูมิภักดีพิชญ์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
รองศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เกิดชื่น	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
รองศาสตราจารย์ ดร.กิริติ ชยะกุลศิริ	มหาวิทยาลัยศรีปทุม
รองศาสตราจารย์ ดร.ชาญชัย ทองโสภาก	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
รองศาสตราจารย์ ดร.ณัฐชา จินดาเพชร	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
รองศาสตราจารย์ ดร.เดชา พวงดาวเรือง	มหาวิทยาลัยเอเชียอาคเนย์
รองศาสตราจารย์ ดร.ธนัตถ์ชัย กุลวรรณิขพงษ์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
รองศาสตราจารย์ ดร.นเรศรชฎ พัฒนเดช	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร
รองศาสตราจารย์ ดร.นัฐพร ไชยญาติ	มหาวิทยาลัยแม่โจ้
รองศาสตราจารย์ ดร.บุญยัง ปลั่งกลาง	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
รองศาสตราจารย์ ดร.ปรีชา สาละรังค์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
รองศาสตราจารย์ ดร.ปิยะ โควินท์ทวีวัฒน์	มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม
รองศาสตราจารย์ ดร.พานิช อินต๊ะ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา
รองศาสตราจารย์ ดร.พิสิษฐ์ ล้วนกุล	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ
รองศาสตราจารย์ ดร.ราชู พันธุ์ฉลาด	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร
รองศาสตราจารย์ ดร.ฤกษ์ชัย ฟูประทีปศิริ	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลตะวันออก
รองศาสตราจารย์ ดร.วรงค์ ตั้งศรีรัตน์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร
รองศาสตราจารย์ ดร.วิจิตร กิณเรศ	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร
รองศาสตราจารย์ ดร.วิบูลย์ ชื่นแขก	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ
รองศาสตราจารย์ ดร.ศรวุธ ชัยมูล	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ
รองศาสตราจารย์ ดร.ศุภวัฒน์ ลาวัญญ์วิสุทธิ	มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบุรี
รองศาสตราจารย์ ดร.สมเกียรติ อุดมพระราชากุล	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
รองศาสตราจารย์ ดร.สัมพันธ์ พรหมพิชัย	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร
รองศาสตราจารย์ ดร.สุรชัย สุขสกุลชัย	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
รองศาสตราจารย์ ดร.เสถียร อัญญาศรีรัตน์	สถาบันเทคโนโลยีปทุมวัน
รองศาสตราจารย์ ดร.อิทธิพงษ์ ชัยสายณ์	มหาวิทยาลัยเอเชียอาคเนย์
รองศาสตราจารย์ นภัทร วัฒนเทพินทร์	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ
รองศาสตราจารย์ บุญเลิศ สือเฉย	มหาวิทยาลัยเอเชียอาคเนย์
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กฤติเดช บัวใหญ่	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กฤษณ์ อย่างแก้ว	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ

สารบัญ (ต่อ)

บทความสาขางานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวิศวกรรมไฟฟ้า (GN)		หน้า
GN30	การเตรียมและศึกษาโครงสร้างฟิล์มบางเลดเซอร์โคเนตไททานตด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโพสิทีฟ เนตรชนก ยงค์ประเดิม ¹ เณริชัช ชีระพันธุ์ ¹ แสงเดือน ดวงดาว ¹ และ สรพงษ์ ภาสุเปรีย์ ¹ ¹ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ² สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย	864
GN31	การศึกษาลักษณะกระดุกต้นขาจากภาพถ่ายรังสีคอมพิวเตอร์เพื่อสร้างข้อสะโพกเทียมสำหรับผู้หญิงไทย อรยา ยูโอะ สวัสดิ์ ตันตพูน และ บุระ สิ้นสุภากร มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	868
GN32	The Electro-responsive Properties of Dielectric Elastomers Apsit Banpean ¹ Nopanan Boonchu ¹ Anuvat Sirivat ² and Sumonman Niamlang ¹ ¹ Rajamangala University of Technology Thanyaburi. ² Chulalongkorn University	872
GN33	การเปรียบเทียบการประหยัดพลังงานไฟฟ้าของเครื่องปรับอากาศระหว่าง วิธีการติดตั้งชุดพ่นหมอก และคูลิ่งแพด ใ้กับชุดคอนเดนเซอร์ ชาคริต วิจิตรธรรม ชวีญจิต ออกรเวทา และ วุฒิไกร จันทร์ขามเรียน มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลตะวันออก	875
GN34	การศึกษาความพร้อมเดินหลังการผ่าตัดเปลี่ยนข้อเข่าเทียมจากสัญญาณไฟฟ้ากล้ามเนื้อ แสงทิวา บุญยอด สวัสดิ์ ตันตพูน บุระ สิ้นสุภากร มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	879
GN35	ผลกระทบของภาระไม่เชิงเส้นที่ส่งผลกระทบต่อรีดักต์กำลังไฟฟ้าต่อชั่วโมง วีระ ฉันทวิริทธิ์ และ ภาณุภาค แสนพวง มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี	883
GN36	การออกแบบและวิเคราะห์โครงสร้างเครื่องช่วยการเคลื่อนไหวข้อเข่าอย่างต่อเนื่อง สกวรัตน์ เนินพรหม และ สวัสดิ์ ตันตพูน มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	887
GN37	การออกแบบระบบรับรู้จำภาพให้เป็นค่าเชิงเลขสำหรับบริหารระบบกำขทางกายการแพทย์ในโรงพยาบาล อสิฬ กะโต และ สวัสดิ์ ตันตพูน มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	891

บทความวิจัย

การประชุมวิชาการเครือข่ายวิศวกรรมไฟฟ้ามหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 9

Proceedings of the 9th Conference of Electrical Engineering Network of Rajamangala University of Technology 2017 (EENET 2017)

การเตรียมและศึกษาโครงสร้างฟิล์มบางเซเรียมซัลไฟด์โคเนคไททาเนตด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก

The preparation and microstructural study of thin films PZT by electrophoretic deposition

นครพนม กองประเดิม¹ เติมชัย ชีระพันธุ์² แสงเคียน ดวงดาว³ และ สรพงษ์ ภาจุปรีชา⁴

¹สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

เลขที่ 39 หมู่ 1 ถนนรังสิต นครนายก ตำบลคลองหก อำเภอคลองหลวง จังหวัดปทุมธานี โทรศัพท์ 02-5493480

E-mail: sorapong.p@en.rmutt.ac.th

²ศูนย์เชี่ยวชาญนวัตกรรมวัสดุ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย

เลขที่ 35 หมู่ 3 เขตในธานี ด.เทียบคลองห้า ต.คลองห้า อำเภอลองหลวง จังหวัดปทุมธานี โทรศัพท์ 02-5779300

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ให้ศึกษาการเตรียมฟิล์มบางเซเรียมซัลไฟด์โคเนคไททาเนต โดยวิธีตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติกบนฐานรองแพลทินัม การขึ้นรูปด้วยวิธีนี้จะต้องเตรียมสารในรูปของคอลลอยด์ โดยเติมสารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเอสเทอร์ (phosphate ester) เพื่อให้อนุภาคของแข็งกระจายตัวอยู่ในตัวทำละลาย (Solvent) ได้ดีขึ้น และทำการเตรียมฟิล์มด้วยการใช้สนามไฟฟ้าระหว่างขั้วไฟฟ้าในช่วง 50, 100 และ 200 โวลต์ ใช้เวลาในการสะสม 4, 6, 8 และ 10 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำฟิล์มไปเผาที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และนำฟิล์มที่ได้ไปวิเคราะห์ตรวจสอบโครงสร้างผลึกและโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จากผลการทดสอบพบว่า ปริมาณของฟอสเฟตเอสเทอร์ที่เหมาะสมและทำให้เนื้อฟิล์มมีความสม่ำเสมอคือ น้อยกว่า 1% โคน้ำหนักของ PZT นอกจากนี้ค่าสนามไฟฟ้าและระยะเวลาในการตกตะกอนมีผลอย่างมากต่อความหนาของฟิล์ม

คำสำคัญ: เซเรียมซัลไฟด์โคเนคไททาเนต, กระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก, ฟอสเฟตเอสเทอร์

Abstract

The preparation of PZT ($Pb(Zr_{0.55}Ti_{0.45})O_3$) thin film on platinum substrate by electrophoretic deposition (EPD) method has studied. The addition of phosphate ester was doped for improve the stability of the PZT particles. The films were prepared by using electric field which applied between electrodes in range of 50, 100 and 200 volt, and deposition time of 4, 6, 8 and 10 minutes, respectively. Then, the green PZT thin films sintered at 1250 °C for 2 h. The phase identification and microstructure of PZT film were observed by X-ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy techniques

(SEM). From the results, it was found that the optimal quantity of PE was less than 1 wt% of PZT lead to homogenous PZT compacts. The thickness of PZT films were strongly depended on electric field and deposition time.

Keywords: Lead zirconate titanate, Electrophoretic deposition, Phosphate ester

1. บทนำ

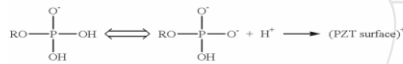
เซเรียมซัลไฟด์โคเนคไททาเนต (PZT) เป็นเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิก ถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง เช่น เครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic) เครื่องตรวจชีพจร (Sensors) และหม้อแปลงไฟฟ้า (transformers) เป็นต้น ฟิล์มหนา PZT ได้รับการเตรียมโดยวิธีโซลเจล สเปคโตรวริง และ คิมพิสกรีน อย่างไรก็ตาม ชิ้นงานฟิล์มหนา PZT ที่เตรียมได้โดยวิธีเหล่านี้มัก จะมีความหนาแน่นน้อยกว่า 10 ไมโครเมตร ความหนาไม่เพียงพอ สำหรับอุปกรณ์ต่างๆ นอกจากนี้ ฟิล์มมักจะแตกง่าย และ ใช้เวลาในการเตรียมนานการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก (Electrophoretic deposition , EPD) จึงเป็นอีกวิธีการหนึ่ง ซึ่งสามารถเตรียมฟิล์มหนาได้มากกว่า 50 ไมโครเมตร[1-4] เนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถควบคุมขนาดและความหนาให้คงที่ได้ดี และไม่ยุ่งยากใช้ อุปกรณ์ง่าย และทำได้เร็ว ราคาต่ำ กระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติกเป็นหนึ่งในกระบวนการเกี่ยวกับคอลลอยด์ มีหลักการ คือทำให้อนุภาคผงที่มีประจุกระจายหรือแขวนลอยในตัวกลางของของเหลว จากนั้นทำการตกตะกอนอนุภาคดังกล่าวโดยใช้สนามไฟฟ้ากระแสตรงบนฐานรองตัวนำซึ่งมีประจุตรงข้ามกับประจุของอนุภาคนั้น[4] สิ่งสำคัญของการเพิ่มประสิทธิภาพกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก คือความเสถียรภาพของสารแขวนลอย[5,6] การแก้ปัญหาการสูญเสียเสถียรภาพโดยกลไกการรวมตัวกันโดยการชน (coalescence by collisions) ทำให้ได้ผลการเติมสารลดแรงดึงผิวที่เหมาะสมซึ่งสารลดแรงดึงผิวนี้จะทำให้อนุภาคเสถียรโดยกลไกแบบอิเล็กโทรสแตติก (electrostatic) หรือกลไกของเสถียรภาพแบบสเตอริโอ

บทความวิจัย

การประชุมวิชาการเครือข่ายวิศวกรรมไฟฟ้ามหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 9

Proceedings of the 9th Conference of Electrical Engineering Network of Rajamangala University of Technology 2017 (EENET 2017)

วิก (steric stabilization) ก็ได้เพื่อป้องกันมิให้เกิดการชนกันของอนุภาค โดยกลไกความเสถียรแบบอิลิกโทรสแตติกจะป้องกันการชนของอนุภาคที่เหมือนกันของแต่ละอนุภาค สารลดแรงตึงผิวที่ใช้คือ ฟอสเฟตเอสเทอร์ (Phosphate ester) ก่อนหน้านั้นคณะผู้วิจัยได้รายงานการใช้สารฟอสเฟตเอสเทอร์ เป็นสารในคว่ำที่ละลายที่ไม่ใช้น้ำ เช่นในระบบจะมี ไฮโดรเจนไอออนเคลื่อนที่อิสระในสารละลายดังนี้



การเติมโมเลกุลที่มีประจุบนพื้นผิวอนุภาค เพื่อให้ประจุบนพื้นผิวของอนุภาค PZT เกิดการผลักกับอนุภาคข้างเคียง ซึ่งสารลดแรงตึงผิวฟอสเฟตเอสเทอร์ดึงดูดประจุบวก อนุภาคพื้นผิวช่วยให้ความเสถียรระหว่างอนุภาค PZT ทำให้สารแขวนลอย PZT มีความเสถียรภาพ [6] อย่างไรก็ตามการศึกษาของสารลดแรงตึงผิวฟอสเฟตเอสเทอร์ในกระบวนการตกตะกอนอิลิกโทรโฟริติกยังมีข้อจำกัด

ในงานวิจัยนี้ศึกษาผลกระบวนการตกตะกอนอิลิกโทรโฟริติกในการเตรียมฟิล์มหนา PZT มุ่งเน้นที่จะศึกษาปัจจัยต่างๆ มีผลต่อลักษณะของความเสถียรภาพของคอลลอยด์และการตกตะกอนของฟิล์มบาง PZT โดยการตรวจสอบวิเคราะห์โครงสร้างผลึก และโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของฟิล์มหนา PZT หลังเผาอบหนักที่ 1100 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

2. อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

2.1 การเตรียมสารแขวนลอย PZT และการตกตะกอนอิลิกโทรโฟริติก (EPD)

ผง PZT JA-1 ที่ใช้ในการศึกษานี้เป็นผงทางการค้า $\text{PbZr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48}\text{O}_3$ (JA-1, JK Precision Electric Co., Korea) ปริมาณ 10 กรัม เติลงในสารละลายเอทานอลเกรด 99.5% ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารละลายมาเข้าเครื่อง planetary สำหรับการบดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน ความเร็วในการหมุน 400 rpm (รอบต่อนาที) เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นเติมสารช่วยกระจายตัว phosphate ester ชื่อทางการค้า butyl acid phosphate (Johoku Chem. Co., Ltd, Japan) เติลงในสารแขวนลอยที่ปริมาณต่างๆ ตั้งแต่ร้อยละ 0 - 2% โดยน้ำหนัก คือต้องการใช้อัลตราโซนิกครัมด้วย (Ultrasonic horn, Model VC 505) ที่ความถี่ 20 kHz ความแรง 150 วัตต์ นาน 5 นาที พร้อมควั่นด้วยแท่งแม่เหล็ก จากนั้นควั่นทิ้งไว้ 30 นาที เพื่อไล่ฟองอากาศ แล้วนำมาทดสอบคุณสมบัติของสารแขวนลอยที่เตรียมได้ โดยนำมาหาขนาดอนุภาคสารแขวนลอย PZT สามารถตรวจวัดได้จากเครื่องวัดขนาดอนุภาคโดยใช้

หลักการกระจายแสง (Mastersizer 2000, Malvern Instruments) และทดสอบหาค่าประจุไฟฟ้าในสารแขวนลอย PZT สามารถวัดได้โดยใช้เครื่องวัดค่าศักย์ไฟฟ้าซีต้า (Zetasizer Nano ZS90) และศึกษาพฤติกรรมของการตกตะกอนของสารแขวนลอย PZT ในเอทานอลซึ่งเกิดลักษณะของสารแขวนลอยและความสูงของตะกอนที่เกิดขึ้นเมื่อตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง

กระบวนการตกตะกอนอิลิกโทรโฟริติก ได้ดำเนินการที่แรงดันไฟฟ้าคงที่ เครื่อง DC power supply แรงดันไฟฟ้าที่ใช้ในช่วง 50, 100 และ 200 โวลต์ แผ่นซับเทรตแพลทินัม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร ใช้เป็นขั้วลบให้แผ่นแคตโอดเป็นขั้วบวก ระยะห่างระหว่างขั้วลบและขั้วบวกคงไว้ที่ 20 มิลลิเมตร น้ำหนักฟอสเฟตเอสเทอร์ที่ใช้ น้ำหนักพื้นผิวที่ผิวแผ่นซับเทรตแพลทินัมทั้งก่อนและหลังการสะสมเพื่อหาปริมาณน้ำหนักตกตะกอนของฟิล์มหนา PZT การอบแห้งจะปล่อยให้ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำไปเผาอบหนักที่ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2.2 การวิเคราะห์ลักษณะ

วิเคราะห์โครงสร้างของผลึกและเฟสของตัวอย่างด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD - 6000, Shimadzu) ลักษณะโครงสร้างของฟิล์มหนา PZT ที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการตกตะกอนอิลิกโทรโฟริติก นำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM; JEOL, JSM-6340F)

3. ผลการทดลอง

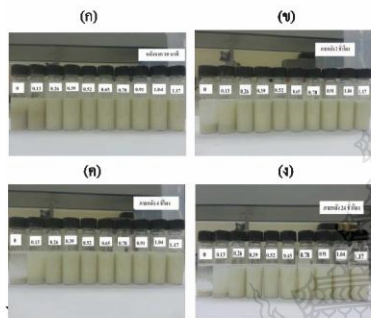
ขั้นตอนการทดลองจะเป็นการเตรียมสารแขวนลอยให้มีความเสถียรภาพ การกระจายของขนาดอนุภาค (particle size distribution) ของสารแขวนลอย PZT ผลการวิเคราะห์หาขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคคอลลอยด์ ด้วยเครื่อง Mastersizer 2000 (Malvern Instruments) พบว่าอนุภาคสาร PZT มีขนาด 179 นาโนเมตร ที่ปริมาณของแข็ง 10% โดยน้ำหนัก กระจายตัวในเอทานอล พบว่า เมื่อเวลาผ่านไปมีการตกตะกอนของสารแขวนลอย PZT แบบไม่เต็มสารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเอสเทอร์ ตกตะกอนเร็วที่สุด (ช่วง 10 นาทีแรก) เหลือของเหลวใส (clear supernatant) ใสส่วนบน ดังรูปที่ 1(ก) หลังจากนั้นเกิดการตกตะกอนของสารแขวนลอย PZT ส่วนแบบเต็มสารฟอสเฟตเอสเทอร์ ที่ความเข้มข้นต่ำกว่า 0 - 0.26% โดยน้ำหนักตามลำดับ เมื่อเวลาผ่านไป 2 ชั่วโมง ที่ความเข้มข้นมากกว่า 0.39 - 1.17% โดยน้ำหนัก ยังคงกระจายตัวสม่ำเสมอ มีความเป็นเนื้อเดียวกันสูง ดังรูปที่ 1(ข) หลังจากเวลาผ่านไป 4 ชั่วโมง ยังคงตกตะกอนไม่สมบูรณ์ ดังรูปที่ 1(ค) หลังจากผ่านไป 8 ชั่วโมง โดยของเหลวส่วนบนมีลักษณะขุ่น (cloudy supernatant) ดังรูปที่ 1(ง) ดังแสดงในรูปที่ 1 พฤติกรรมการตกตะกอนดังกล่าว แสดงว่าสารแขวนลอยที่มีปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์ 0 - 0.27% โดยน้ำหนัก มีการ

บทความวิจัย

การประชุมวิชาการเครือข่ายวิศวกรรมไฟฟ้ามหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 9

Proceedings of the 9th Conference of Electrical Engineering Network of Rajamangala University of Technology 2017 (EENET 2017)

กระจายตัวของอนุภาคไม่ติและไม่เสถียรในขณะที่สารแขวนลอยที่ปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์ 0.39 - 1.17% โดยน้ำหนัก การกระจายตัวของอนุภาคดีและเสถียรภาพ ความสูงของการตกตะกอนสามารถบอถึงการกระจายตัวของสารแขวนลอย คือ สารแขวนลอยที่มีความสูงของการตกตะกอนต่ำ แสดงว่ามีกระจายตัวของอนุภาคในสารแขวนลอยดี แต่ถ้าความสูงของการตกตะกอนสูงแสดงว่ามีกระจายตัวของอนุภาคในสารแขวนลอยไม่ดี ดังตารางที่ 1 ซึ่งมีผลสอดคล้องกับค่าของศักย์ซีต้าที่เปลี่ยนไปตามปริมาณความเข้มข้นของฟอสเฟตเอสเทอร์



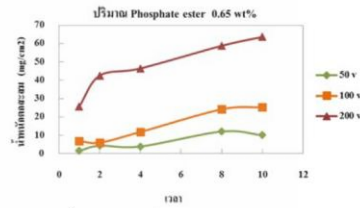
รูปที่ 1 ปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์ 0.13, 0.26, 0.39, 0.52, 0.65, 0.78, 0.91, 1.04 และ 1.17 จากซ้ายไปขวาคือ (ก) 10 นาที (ข) 2 ชั่วโมง (ค) 4 ชั่วโมง (ง) 24 ชั่วโมง

ตารางที่ 1 เปรียบเทียบปริมาณการตกตะกอนของสารแขวนลอยฟอสเฟตเอสเทอร์ต่อค่าศักย์ซีต้า และความสูงของตะกอน

ความเข้มข้นของ phosphate ester (g/ml)	ความสูงของ ตะกอน	ค่าศักย์ซีต้า (mV)
0	2.7	15.70
0.13	2.4	18.25
0.26	2.3	20.21
0.39	2.2	30.82
0.52	2.2	31.02
0.65	2.2	32.92
0.78	2.1	32.16
0.91	2.1	27.09
1.04	2.1	27.01
1.17	2.1	25.2

พบว่าสารแขวนลอยมีค่าศักย์ซีต้า (Zeta Potential ; ζ) เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์เพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเมื่อปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์

มากกว่า 0.65% โดยน้ำหนัก ค่าศักย์ซีต้าก็ลดลงด้วย ซึ่งสอดคล้องกับการงานวิจัยของ Ma และคณะทำให้โอกาสที่อนุภาคชนกันแล้วดูดซับกันจึงมีสูง สารแขวนลอยจึงมีความเสถียรต่ำ จากผลการทดลอง พบว่าการเติม ฟอสเฟตเอสเทอร์ช่วยให้สารแขวนลอยมีความเสถียรมากขึ้น จุดที่เหมาะสมในการเติมฟอสเฟตเอสเทอร์จากตารางที่เหมาะสมที่สุด คือ ปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์ที่ 0.39 - 0.65% โดยน้ำหนัก



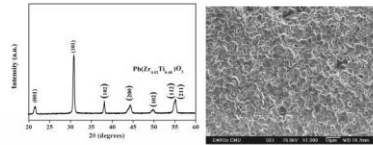
รูปที่ 2 ปริมาณน้ำหนักระสม ที่แรงดันไฟฟ้า 50, 100 และ 200 โวลต์

ปริมาณน้ำหนักระสม (deposit) ที่แรงดันไฟฟ้า 50, 100 และ 200 โวลต์ พบว่าเมื่อปริมาณ แรงดันไฟฟ้าสูงขึ้น อัตราการเกาะก็สูงขึ้นแต่ที่แรงดันไฟฟ้าสูงขึ้น จะมีความหนาแน่นของฟิล์มต่ำ [1]กล่าวคือในระหว่างการเกิดฟิล์มนั้นอนุภาคจะถูกระดมบังคับให้อยู่ใกล้กันมากขึ้นมีแรงดึงดูดระหว่างกันมากขึ้น หากอนุภาคมีความเป็นประจุจะเกิดการจับตัวกันเป็นก้อนเป็นผลให้มีระยะห่างระหว่างอนุภาคมากขึ้นทำให้เกิดรูพรุนหรือเกิดฟิล์มที่มีลักษณะคล้ายฟองน้ำ ในทางกลับกันหากอนุภาคมีประจุพื้นผิวสูง แต่ละอนุภาคจะเกิดการผลักกัน ทำให้อนุภาคที่ตำแหน่งดังกล่าวมีการจัดเรียงตัวที่มีค่าการยึดแน่นสูง จากการวิเคราะห์ตรวจสอบลักษณะ โครงสร้างจุลภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) จากการเตรียมฟิล์มบาง PZT ด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรไลต์ ปริมาณฟอสเฟตเอสเทอร์ 0.65%, PVB 1.11% และ PEI 0.03% โดยน้ำหนัก เพื่อให้ได้ฟิล์มบาง PZT ก่อนเพิ่มความแข็งแรงดี เมื่อนำไปเผาอบที่ 1100 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ผลการตรวจสอบฟิล์มที่เกิดขึ้นของฟิล์มบาง PZT ที่ผ่านการเผา แสดงด้วยแผนภาพ XRD ดังรูป 3 จากรูปจะเห็นว่าฟิล์มบาง PZT ที่ผ่านการเผาเป็นเฟสบริสุทธิ์ มีโครงสร้างผลึกแบบเพอโรฟสไกต์ และเมื่อพิจารณาจากกราฟ XRD พบว่าตำแหน่งของพีคที่เกิดขึ้นนั้นสอดคล้องกับเฟส PZT ในฐานข้อมูล JCPDS file no. 33 - 0784 ดังรูปที่ 3(ก) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบเตตระโกนอล มีค่า cell lattice parameter a = 4.036 pm และ c = 4.146 pm

บทความวิจัย

การประชุมวิชาการเครือข่ายวิศวกรรมไฟฟ้ามหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 9

Proceedings of the 9th Conference of Electrical Engineering Network of Rajamangala University of Technology 2017 (EENET 2017)



(ก) กราฟ XRD

(ข) ภาพถ่ายSEM

รูปที่ 3 กราฟ XRD ของฟิล์มหนาเลเซอร์โคเนคไทแทนด์ หลังเผาอบ 1100 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง และ จุดโครงสร้างของสาร PZT

จากรูปที่ 3 (ข) จะเห็นว่าโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังเผาที่มีพรุนเหลืออยู่เล็กน้อย ภาพถ่าย SEM จุดโครงสร้างของสาร PZT เหนือที่ 1100 องศาเซลเซียส การคกสะสมอิเล็กโทรโวลติกที่แรงดันคงที่ 100 โวลต์ ช่วยให้กรณมีขนาดสม่ำเสมอขึ้น

4. สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

จากผลการทดลองสรุปได้ว่า สามารถเตรียมชิ้นงานฟิล์มบาง PZT ได้ความหนาที่ประมาณ 0.5 ไมครอน มีความหนาแน่นสูง โดยการเติมสารช่วยกระจายตัวฟอสเฟตเตอร่งในสารแขวนลอย PZT พบว่าเมื่อเติมฟอสเฟตเตอร่งในปริมาณร้อยละ 1% โดยน้ำหนัก ทำให้สารแขวนลอย PZT มีความเสถียรภาพ ปริมาณฟอสเฟตเตอร่งที่เหมาะสม และทำให้พื้นผิวฟิล์มเรียบสม่ำเสมอคือ ฟอสเฟตเตอร่ง 0.65 % โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ค่าสนามไฟฟ้าและระยะเวลาในการคกสะสมมีผลอย่างมากต่อความหนาของฟิล์มคือ แรงดันไฟฟ้าสูงขึ้น อัตราการเกาะที่สูงขึ้นแต่ที่แรงดันไฟฟ้าสูงขึ้น จะมีความหนาแน่นของฟิล์มต่ำ

5. กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณศูนย์เชี่ยวชาญนวัตกรรมวัสดุ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์แห่งประเทศไทย และภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ให้การอนุเคราะห์สถานที่และสนับสนุนเครื่องมือและอุปกรณ์สำหรับการวิจัย จนทำให้งานสำเร็จลุล่วงด้วยดี

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] S. Doungdaw, T. Uchikoshi, Y. Noguchi, C. Eamchotchawalit and Y. Sakka. "Electrophoretic deposition of lead zirconate titanate (PZT) powder from ethanolic suspension prepared with phosphate ester," Science and Technology of Advanced Materials, vol.6, 2005, pp.927-932.
- [2] I. Zhitomirsky, A. Kohn and L. Gal-Or, "Cathodic Electrosynthesis of PZT Films," Mater. Lett, vol. 25, 1995, pp. 223-22.

- [3] J. Ma and W. Cheng, "Electrophoretic deposition of lead zirconate titanate ceramics," Journal of the American Ceramic Society, vol. 85, 2002, pp. 1735-1737.
- [4] I. Corni, P. Ryan and R. Boccaccini, "Electrophoretic deposition from traditional ceramics to nanotechnology," Journal of the European Ceramic Society, vol. 28, 2008, pp. 1353-1367.
- [5] L. Besra and M. Liu, "A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (EPD)," Progress in Materials Science, vol.52, 2007, pp. 1-61.
- [6] T. Sweeny and R.W. What more, "Electrophoretic deposition of PZT ceramic films," IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics, 1996, pp. 193-191.

7. ประวัติ



1. นางสาวเนตรชนก อังค์ประเดิม วท.บ. (เทคโนโลยีเซรามิกส์) มรท.พระนคร งานวิจัยที่สนใจการประยุกต์สารเพียโซอิเล็กทริกเซรามิกและเทคโนโลยีโพลิเมอร์



2. นายเฉลิมชัย จีระพันธุ์ (วท.บ.(ฟิล์ม) ม.รามคำแหง, วศ.ม.(วิศวกรรมการวัดคุม) สจล.) งานวิจัยที่สนใจคือ เซรามิกส์ และ วัสดุทางการแพทย์



3. นางสาวแสงเดือน ดวงดาว (วท.บ (เคมี) ม.ราม, วท.ม (เคมีอุตสาหกรรม) ม.เกษตร) งานวิจัยที่สนใจคือ สารเพียโซอิเล็กทริก และ วิศวกรรมเคมี



4. ศศ.ดร. สรพงษ์ ภาวสุปรีดิ์ (วศ.ม. (เทคโนโลยีพลาสติก) มทร.ธัญบุรี, M.Sc. (Energy Science), Ph.D. (Energy Science) Kyoto University) งานวิจัยที่สนใจคือ การสังเคราะห์วัสดุนาโน วัสดุสารกึ่งตัวนำจากแร่ไทย หลังงานทดแทน และเทคโนโลยีพลาสติก

GN

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	นางสาวเนตรชนก ชงศ์ประเดิม
วัน เดือน ปีเกิด	19 เมษายน 2529
ที่อยู่	14 หมู่ 1 ตำบลนาเมืองเพชร อำเภอสีดา จังหวัดศรีสะเกษ
การศึกษา	สำเร็จการศึกษาระดับวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีเซรามิกส์ จากมหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร
ประสบการณ์ทำงาน	สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วว.) ตำแหน่ง ผู้ช่วยนักวิจัย
เบอร์โทรศัพท์	09-1778-9001
อีเมล	Nestchanok_y@mail.rmutt.ac.th

