



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การศึกษาพฤติกรรมความล้าของ เซรามิก เลด เซอร์โคเนต ไททาเนต ณ อุณหภูมิสูง

STUDY OF FATIGUE BEHAVIOR OF LEAD ZIRCONATE
TITANATE CERAMICS AT ELEVATED TEMPERATURE

โดย ดร.สุตเชตต์ พจน์ประไพ และคณะ

กรกฎาคม 2555

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การศึกษาพฤติกรรมการความล้าของ เซรามิก เลด เซอร์โคเนต ไท
ทาเนต ณ อุณหภูมิสูง

STUDY OF FATIGUE BEHAVIOR OF LEAD ZIRCONATE TITANATE
CERAMICS AT ELEVATED TEMPERATURE

ผู้วิจัย

สังกัด

1 ดร. สุตเชตต์ พจน์ประไพ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

2 นางสาวศิริรัตน์ กำภูศิริ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา สำนักงาน

กองทุนสนับสนุนการวิจัย

และมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วย
เสมอไป)

Abstract

Project Code : MRG53538289

Project Title : (STUDY OF FATIGUE BEHAVIOR OF LEAD ZIRCONATE TITANATE CERAMICS AT ELEVATED TEMPERATURE)

Investigator : Dr. Soodkhet Pojprapai (Suranaree University of Technology)

Sirirat Kamposiri (Suranaree University of Technology)

E-mail Address : soodkhet@sut.ac.th

Project Period : 2 years

Abstract:

This research report presents the study of electrical fatigue behavior of lead zirconate titanate ceramic (PZT) at elevated temperature which is higher than room temperature. The PZT specimens were fatigued at room temperature, 50°C, 100 °C, 150 °C and 200 °C under $\pm 1.50\text{kV/mm}$, 10 Hz. The specimens were cycled up to 1,000,000 cycles. Fatigue behavior is investigated by the change of hysteresis loops. It was found that the size of a hysteresis loop, remanent polarization and coercive field decreased with an increasing of cycle numbers. This fatigue phenomenon is more pronounced when the temperature decreases to near room temperature. In this research, X-ray Diffraction (XRD) technique and Scanning Electron Microscope (SEM) were used to analyze the causes of electrical fatigue behavior. It was found that the fatigue phenomenon could be contributed to 2 major effects: 1) domain pinning effect and 2) electrode damage effect.

Keywords : electrical fatigue, lead zirconate titanate, Domain pinning, Electrode damage

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ: MRG53538289

ชื่อโครงการ: การศึกษาพฤติกรรมความล้าของ เซรามิก เลด เซอร์โคเนต ไททาเนต ณ อุณหภูมิสูง

ชื่อนักวิจัย และสถาบัน

1 ดร. สุตเขตต์ พจน์ประไพ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

2 นางสาวศิริรัตน์ กำภูศิริ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

อีเมล: soodkhet@sut.ac.th

ระยะเวลาโครงการ: 2 ปี

บทคัดย่อ:

งานวิจัยนี้ได้นำเสนอผลการศึกษาพฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิกเลด เซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้อง ในการทดลองนี้ชิ้นงานเซรามิก PZT ได้ถูกนำไปทดสอบความล้าทางไฟฟ้าที่อุณหภูมิห้อง, 50 °C, 100 °C, 150 °C และ 200 °C ที่สนามไฟฟ้า ± 1.50 kV/mm ความถี่ 10 Hz เป็นจำนวน 1,000,000 รอบ โดยพฤติกรรมความล้าสามารถเห็นได้จากการเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) จากผลการทดสอบพบว่าขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิส ค่าโพลาไรเซชันคงค้าง (remanent polarization) และ ค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง (coercive field) จะมีค่าลดลงตามจำนวนรอบของสนามไฟฟ้าที่ให้ และปรากฏการณ์ความล้านี้แสดงให้เห็นอย่างเด่นชัดเมื่ออุณหภูมิลดลงใกล้กับอุณหภูมิห้อง ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความล้าทางไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิลดลงใกล้กับอุณหภูมิห้อง ในงานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์สาเหตุของการเกิดความล้าโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) จากผลการวิเคราะห์พบว่าการเกิดความล้าทางไฟฟ้าอาจเกิดได้จากสาเหตุหลัก 2 ประการคือ 1) การตรึงของผนังโดเมน (domain pinning effect) และ 2) ความเสียหายบนผิวอิเล็กโทรด (electrode damage surfaces)

คำหลัก : ความล้าทางไฟฟ้า, เซรามิกเลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT), การตรึงของผนังโดเมน, ความเสียหายบนผิวอิเล็กโทรด

สารบัญ

บทที่ 1 วัตถุประสงค์งานวิจัย	1
บทที่ 2 วิธีการทดลอง	3
บทที่ 3 ผลการทดลอง	11
บทที่ 4 สรุป	40
อ้างอิง	42
ภาคผนวก	43
Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.	44

บทที่ 1

วัตถุประสงค์งานวิจัย

1.1 ความเป็นมา

วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric material) ได้ถูกนำมาใช้ประโยชน์เชิงอุตสาหกรรม อิเล็กทรอนิกส์ประเภทต่าง ๆ อย่างแพร่หลายโดยเฉพาะการนำมาประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ (sensor) และ แอ็กชูเอเตอร์ (actuator) ยกตัวอย่างเช่น เซนเซอร์ที่สามารถใช้ตรวจวัดความชื้น ในอาหารหรือผลไม้ หรือเซนเซอร์ที่ใช้ควบคุมการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงในรถยนต์ แอ็กชูเอเตอร์ ที่ใช้ในการผลิตทางอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่ต้องการความละเอียดสูง ทรานสดิวเซอร์ที่สามารถ ใช้ในการตรวจหาฝูงปลาในทะเล และในอุปกรณ์ตรวจสอบตำหนิหรือรอยร้าวในวัสดุแบบไม่ ทำลาย หม้อแปลงไฟฟ้า บัสเซอร์ในลำโพง ตัวบังคับการสั่นของหัวเข็มในเครื่องมือชุดหินปูน อุปกรณ์ทำความสะอาดเครื่องมือทางการแพทย์ด้วยอัลตราโซนิกส์ และหัวตรวจวัดอัลตราซาวด์ เป็นต้น (Haertling, 1999) วัสดุที่เป็นพื้นฐานในการผลิตอุปกรณ์ที่กล่าวมาทั้งหมดนั้นคือวัสดุ เซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกที่แสดงสมบัติพิโซอิเล็กทริกแทบทั้งสิ้น วัสดุเซรามิกเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ นิยมนำมาใช้อย่างมากได้แก่ เลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (Lead Zirconate Titanate: PZT) เนื่องจากเซรามิก PZT เป็นวัสดุที่แสดงสมบัติพิโซอิเล็กทริกที่โดดเด่น โดยสามารถเปลี่ยน พลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้าได้ในอัตราสูงถึงร้อยละ 45-55 ซึ่งขึ้นกับสารเจือปน มีค่าคงที่ ไดอิเล็กทริกมากที่สุดประมาณ 1,300 และมีอุณหภูมิคูรีประมาณ 400 °C อีกทั้งเซรามิก PZT ยังมีความแข็งแรงทนทานในอุณหภูมิสูง และมีสัมประสิทธิ์ไฟฟ้าเชิงกลคู่ควบสูงมาก นอกจากนี้ ยังสามารถทำให้เกิดขั้ว (Pole) ขึ้นได้ง่าย และมีค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (ϵ_r) อยู่ในช่วงกว้าง ประสิทธิภาพของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่กล่าวมาแล้วข้างต้นขึ้นอยู่กับประสิทธิภาพของเซรา มิก PZT ด้วย เนื่องจากการนำเซรามิก PZT ไปประยุกต์ใช้งานจริงนั้น สมบัติของวัสดุจะ เปลี่ยนแปลงตามสนามไฟฟ้า ความถี่ รวมทั้งอุณหภูมิที่ใช้งาน การประยุกต์ใช้งานเซรามิก PZT ภายใต้สนามไฟฟ้ากระแสสลับเป็นเวลานานติดต่อกันอาจส่งผลทำให้เกิดความล้าจากการ เปลี่ยนขั้ว (Polarization fatigue) หรือ ความล้าทางไฟฟ้า (Electrical fatigue) โดยคุณสมบัติ ทางเฟอร์โรอิเล็กทริกที่เสื่อมลงเนื่องจากความล้าทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นไม่สามารถย้อนกลับมาได้เมื่อ ถึงเวลาหนึ่ง คุณสมบัติดังกล่าวมีความสำคัญอย่างยิ่งต่อประสิทธิภาพ และอายุการใช้งานของวัสดุ เฟอร์โรอิเล็กทริกมีงานวิจัยก่อนหน้านี้ได้แสดงให้เห็นถึงการเกิดความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิก PZT ที่สภาวะโพลดต่าง ๆ (Wang et al., 2002; Pojprapai et al., 2007; Lou et al., 2010) ผลงานวิจัยก่อนหน้านี้ได้แสดงให้เห็นว่าเมื่อขนาดของโพลดเชิงไฟฟ้าเพิ่มขึ้นจะส่งผลทำให้เกิด ความล้าได้เร็วขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม งานวิจัยที่ทำการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อความล้ายังมี ไม่เพียงพอที่จะทำให้เข้าใจปรากฏการณ์เหล่านี้ได้ ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงสนใจศึกษาการเกิด ความล้าจากการเปลี่ยนขั้วของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิต่าง ๆ (อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้อง) สำหรับ

การวัดคุณสมบัติของวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นโดยทั่วไปแล้วสามารถพิจารณาได้จากลักษณะการเปลี่ยนแปลงของวงวนฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ค่าโพลาริเซชันคงค้าง (remanent polarization) และค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง (coercive field) ที่วัดได้จากเซรามิก PZT

1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย

- 1.2.1 ศึกษาพฤติกรรมความล้าเชิงไฟฟ้าของเซรามิก PZT โดยการวัดคุณสมบัติ เฟอร์โรอิเล็กทริกของชิ้นงานซึ่งสามารถพิจารณาได้จากวงวนฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ค่าโพลาริเซชันคงค้าง (remanent polarization) และค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง (coercive field)
- 1.2.2 เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ ที่มีผลกระทบต่อความล้าจากการเปลี่ยนขั้วในเซรามิก PZT เมื่อมีโหลดทางไฟฟ้า
- 1.2.3 วิเคราะห์หาสาเหตุความเป็นไปได้ของการเกิดความล้าทางไฟฟ้า โดยใช้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) เพื่อวิเคราะห์การจัดเรียงตัวของเฟอร์โรอิเล็กทริกโดเมน และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) เพื่อวิเคราะห์ความเสียหายทางกายภาพที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวอิเล็กโทรด

บทที่ 2

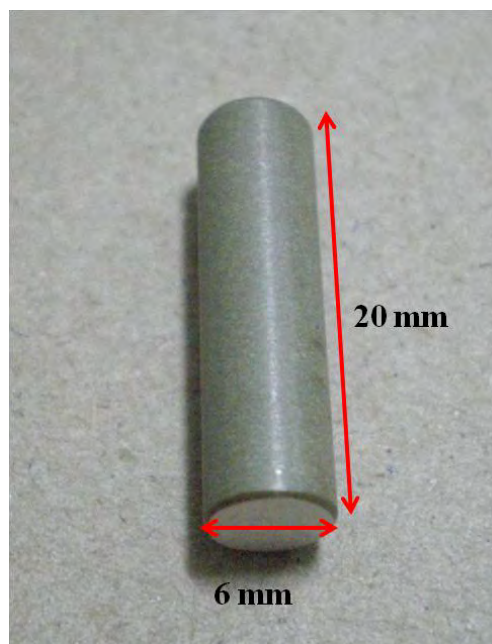
วิธีการทดลอง

บทนี้จะกล่าวถึงวิธีการทดลองการทดสอบความล้าเชิงไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ ของเซรามิก PZT โดยจะกล่าวถึงวิธีการเตรียมชิ้นงานตั้งแต่การตัด การขัดผิว การทำขั้ว และการให้ไหลจดทางไฟฟ้าภายใต้อุณหภูมิต่างๆ

2.1 การเตรียมชิ้นงานก่อนการทดสอบ

2.1.1 การตัดชิ้นวัสดุเซรามิก PZT สำหรับการทดสอบ

ชิ้นเซรามิก PZT ที่ใช้ในการทดลองได้มาจากบริษัท Thales ประเทศออสเตรเลีย มีรูปทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 6.2 mm สูง 20 mm (รูปที่ 2.1) เนื่องจากการทดสอบความล้าจะให้สนามไฟฟ้าที่มีค่ามากกว่าหรือเท่ากับค่าสนามไฟฟ้าลบถ่วง (Coercive field) ของเซรามิก PZT ซึ่งมีค่าประมาณ 1 kV/mm ดังนั้นเพื่อให้เกิดความปลอดภัยในการทดลอง และไม่ทำให้เครื่องจ่ายแรงดันไฟฟ้าทำงานเกินพิกัดแรงดัน ชิ้นงานตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบจึงถูกเตรียมให้มีความหนาเพียง 1 mm ซึ่งจะทำให้ใช้แรงดันไฟฟ้าเพียง 1 kV เพื่อทำให้เกิดการเปลี่ยนขั้วโพลาริเซชัน



รูปที่ 2.1 ชิ้นเซรามิก PZT ที่นำมาทดสอบ

ชิ้นงานตัวอย่างจะถูกตัดด้วยเครื่องตัดชิ้นงาน (Buehler, Isomet 1000, รูปที่ 2.2) โดยให้ความหนาประมาณ 1.5 มิลลิเมตร

หลังจากนั้นทำการขัดชิ้นเซรามิก PZT โดยชิ้นสารจะถูกนำไปวัดความหนาด้วยไมโครมิเตอร์ เพื่อตรวจสอบให้มีความหนาเท่ากันทุกชิ้นสำหรับการทดสอบ โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อป้องกันผลกระทบจากความหนาที่ไม่เท่ากัน ซึ่งทำให้สนามไฟฟ้าที่ป้อนให้กับชิ้นงานมีค่าไม่เท่ากัน และอาจนำไปสู่ค่าผลการทดลองที่ผิดเพี้ยนได้



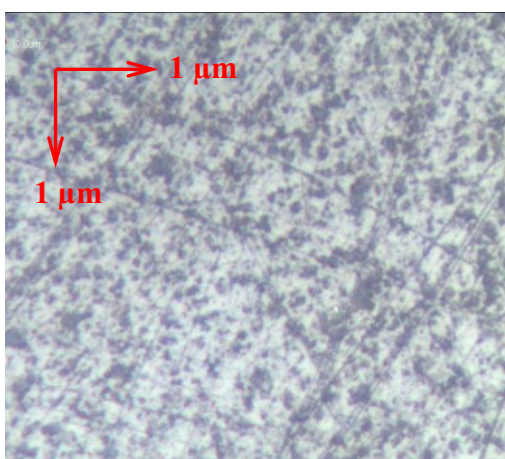
รูปที่ 2.2 เครื่องตัดชิ้นงาน (Precision-Saw)

2.1.2 การขัดชิ้นงาน (Grinding and Polishing)

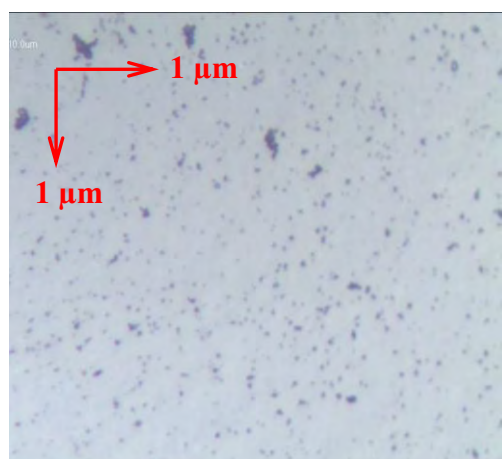
ชิ้นเซรามิก PZT ที่ถูกตัดจะนำมาขัดผิวหน้าให้เรียบเสมอกัน (เพื่อป้องกันความคลาดเคลื่อนที่เกิดจากความไม่สม่ำเสมอ รอยร้าว สิ่งปนเปื้อน และความพร่องอื่น ๆ ด้วยเครื่องขัดสาร (Buehler, Phoenix Beta, รูปที่ 2.3) ให้มีความหนา 1 มิลลิเมตร รูปเปรียบเทียบพื้นผิวของชิ้นงานก่อน และหลังขัดแสดงไว้ในรูป 2.4(a) และ 2.4(b) โดยใช้กระดาษทรายเบอร์ 800 1000 1500 และ 4000 ตามลำดับ โดยในระหว่างการขัดจะใช้ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (Isopropyl alcohol) เป็นตัวหล่อลื่นแทนการใช้น้ำเพราะสามารถระเหยได้ง่าย เมื่อซึมเข้าเนื้อวัสดุก็สามารถที่จะระเหยได้ง่ายกว่า และช่วยลดฝุ่นละอองที่เกิดจากการขัดชิ้นวัสดุ



รูปที่ 2.3 เครื่องขัดชิ้นงาน (Grinder-Polisher)



(a) ก่อนขัด



(b) หลังขัด

รูปที่ 2.4 พื้นผิววัสดุเซรามิก PZT (a) ก่อน และ (b)หลังการขัด

2.1.3 การทำขั้วนำไฟฟ้า (Electroding)

นำชิ้นเซรามิก PZT ที่ได้ทำการขัดผิวหน้า และผิวด้านข้างให้เรียบสม่ำเสมอโดยมีความหนา 1 mm ทำความสะอาดชิ้นงานด้วยอะซิโตน ทากาวเงิน (Silver paste) บนผิวหน้า ชิ้นงานทั้ง 2 ด้านเพื่อทำเป็นขั้วไฟฟ้าของชิ้นงาน และทำความสะอาดผิวด้านข้างชิ้นงานด้วยอะซิโตนอีกครั้ง จากนั้นอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 550 °C อบแช่ไว้ 120 นาที โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 °C/นาที และอัตราการเย็นตัว 5 °C/นาที เพื่อให้กาวเงินที่เป็นขั้วไฟฟ้าแห้งสนิทกับผิวหน้าทั้งสองด้านของชิ้นเซรามิก PZT นำชิ้นงานที่ได้หลังจากอบมาลบออกไซด์ที่ผิวหน้า ชิ้นงานออกโดยใช้ยางลบหมึกถูที่ผิวชิ้นงานจนขาวสะอาด และขัดผิวด้านข้างเพื่อลบอิมพีทริตที่ยังเหลืออยู่ด้วยกระดาษทรายอีกครั้งก่อนนำไปเหนี่ยวนำขั้วไฟฟ้าเพื่อป้องกันการลัดวงจร (รูปที่ 2.5)



รูปที่ 2.5 ชิ้นเซรามิก PZT หลังทำขั้วไฟฟ้าหรืออิเล็กโทรด

2.1.4 การทำขั้ว (Poling)

หลังจากการทำขั้วนำไฟฟ้าแล้วชิ้นงานจะถูกทำขั้วโดยการเหนี่ยวนำด้วยไฟฟ้าจากเครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงดันสูง (Matsusada, AU-30*40, รูปที่ 2.6) ซึ่งสามารถจ่ายแรงดันได้สูงสุดถึง 30 kV โดยจะนำชิ้นเซรามิก PZT ใส่ในแท่นใส่ตัวอย่างสำหรับการทำขั้ว โดยด้านบนของแท่นใส่ตัวอย่าง (เป็นเนื้อทองเหลือง) จะต่อเข้ากับขั้วบวก ส่วนด้านล่างจะต่อเข้ากับขั้วลบของสายไฟ จากนั้นนำไปใส่ในอ่างน้ำมันพืชที่จะใช้ในการเหนี่ยวนำขั้วไฟฟ้าซึ่งน้ำมันพืชจะทำหน้าที่เป็นตัวกลางเนื่องจากมีความเป็นฉนวนทางไฟฟ้าเพราะในขณะเหนี่ยวนำขั้วไฟฟ้าต้องใช้แรงดันไฟฟ้าที่สูง จากนั้นปรับอุณหภูมิไปที่ 120 °C เพื่อป้องกันอันตรายจากการลัดวงจรขณะทำการเหนี่ยวนำเครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงดันสูงได้ถูกตั้งค่าจำกัดกระแสไฟฟ้าไว้ที่ไม่เกิน 0.4 mA จากนั้นจ่ายแรงดันไฟฟ้ากระแสตรงแก่ชิ้นตัวอย่างโดยใช้แรงดันไฟฟ้า 1.7 kV ต่อความหนา 1 mm เมื่อปรับแรงดันไฟฟ้าได้ตามต้องการจับเวลา 30 นาที เพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวของโพลาริเซชันภายในชิ้นเซรามิก PZT ไปในทิศทางที่ใกล้เคียงกับทิศทางของสนามไฟฟ้ามากที่สุด เมื่อครบเวลาดังกล่าวจึงลดแรงดันไฟฟ้า และกระแสไฟฟ้าให้กับวัสดุตามลำดับ แล้วปิดชุดควบคุมอุณหภูมิ รอจนกระทั่งสนามไฟฟ้าตกค้างมีค่าเป็นศูนย์ก่อนแล้วจึงนำแท่นใส่ตัวอย่างออกจากอ่างน้ำมันแล้วล้างทำความสะอาดชิ้นงานด้วยอะซิโตนพร้อมทำเครื่องหมายขั้วไฟฟ้าลงบนผิววัสดุ



รูปที่ 2.6 เครื่องเหนี่ยวนำไฟฟ้า

2.1.5 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

การหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก

การหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ϵ_r ของชั้นเซรามิก PZT ได้จากการวัดค่าความจุของตัวเก็บประจุของชิ้นสารด้วยเครื่อง LCR Meter (HP precision, 4284A) ซึ่งในการวัดค่านั้นจะจ่ายแรงดันไฟฟ้า 1 V ที่วัสดุ และใช้ความถี่ 1 kHz จากนั้นนำมาคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริกได้จากความสัมพันธ์

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (2.1)$$

โดยที่ C คือ ค่าความจุของตัวเก็บประจุ (F)

d คือ ความหนาของสารไดอิเล็กทริก (m)

ϵ_0 คือ สภาพยอมทางไดอิเล็กทริกของสุญญากาศมีค่า 8.854×10^{-12} (F/m)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของแผ่นไดอิเล็กทริก (m^2)

การหาค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริก (d_{33})

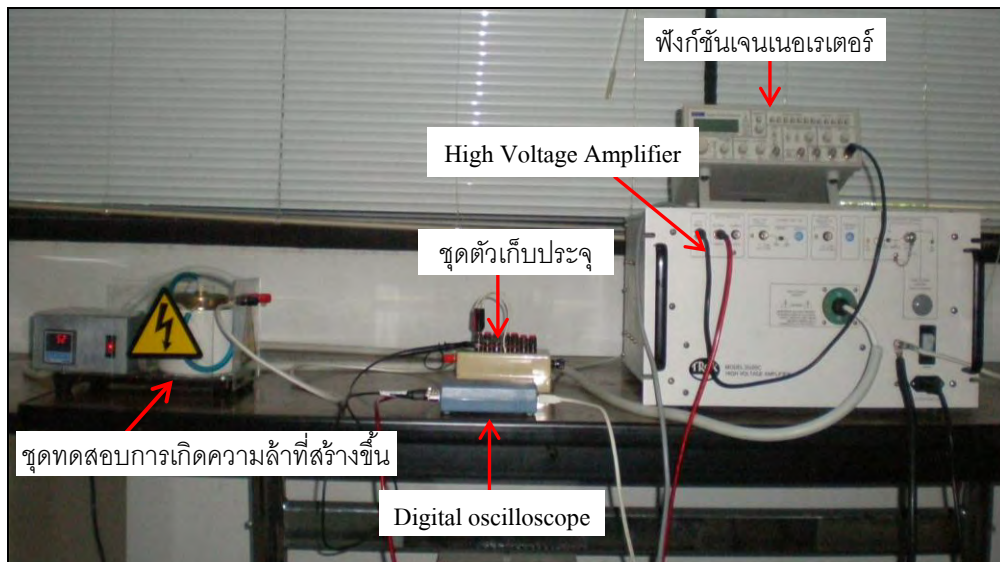
ตรวจสอบค่า d_{33} ของชั้นเซรามิก PZT โดยนำชั้นเซรามิก PZT ที่ทำแล้วแล้วปล่อยทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง จึงนำมาวัดค่า d_{33} ด้วยเครื่อง d_{33} Meter (International Ltd., APC 90-2030, รูปที่ 2.7)



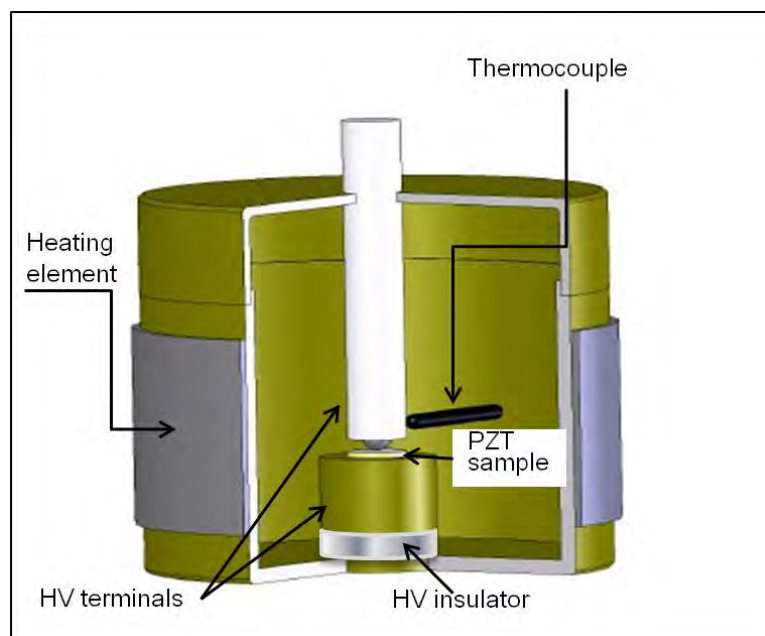
รูปที่ 2.7 เครื่องวัดค่า d_{33} (d_{33} Meter)

2.2 การทดสอบการความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิก PZT

ระบบทดสอบความล้าเฟร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ถูกสร้างขึ้น ณ ห้องปฏิบัติการ Smart Materials and Intelligent System, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี เพื่อป้อนสนามไฟฟ้าให้กับตัวอย่างชิ้นงาน และเก็บบันทึกค่าโพลาริเซชันในขณะที่ทำการให้สนามไฟฟ้า โดยระบบทดสอบความล้าดังแสดงในรูปที่ 2.8 มีส่วนประกอบคือ ภาชนะบรรจุชิ้นงานทดสอบ (Sample chamber) (รูปที่ 2.9) โดยมีชุดอิเล็กทรอนิกส์เชื่อมต่อกับระบบไฟฟ้าแรงสูง วงจรควบคุมอุณหภูมิของน้ำมันซิลิโคน ฟังก์ชันเจนเนอเรเตอร์ (Thurlby Thandar Instruments, TG 550) เครื่องขยายแรงดันไฟฟ้า (High Voltage Amplifier, Trek 20/20C, Trek, Inc., USA) วงจร Sawyer-Tower และดิจิตอลออสซิลโลสโคป (Picoscope, 2203)



รูปที่ 2.8 ระบบทดสอบความล้าเฟร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PZT



รูปที่ 2.9 ภาชนะบรรจุชิ้นงานทดสอบ (Sample chamber)

ระบบทดสอบความล้าทางไฟฟ้านี้ สามารถนำเก็บข้อมูลวงวนฮิสเทอรีซิสที่สนามไฟฟ้า ความถี่ และอุณหภูมิต่าง ๆ ดังนั้นจึงสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการศึกษาพฤติกรรมความล้าทางไฟฟ้าของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิต่างๆในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 200 °C ได้ ในการทดสอบชิ้นงาน PZT จะถูกวางไว้ระหว่างขั้วไฟฟ้าในภาชนะบรรจุชิ้นงานทดสอบซึ่งเป็นอิเล็กโทรดปลายแหลม-

ระนาบแบน โดยภายในภาชนะจะใส่น้ำมันซิลิโคนให้ท่วมชิ้นเซรามิก PZT เพื่อป้องกันการเกิดดีสชาร์จบนพื้นผิวของภาชนะ และในอากาศอันเป็นสาเหตุให้เกิดความคลาดเคลื่อนจากการทดสอบ อุณหภูมิภายในภาชนะบรรจุชิ้นวัสดุจะถูกตั้งค่า และรักษาให้คงที่สำหรับในแต่ละการทดสอบ ชิ้นเซรามิก PZT จะถูกทดสอบภายใต้สนามไฟฟ้ากระแสสลับ โดยรูปคลื่นความถี่ และขนาดของโวลตาทไฟฟ้าจะถูกกำหนดโดยฟังก์ชันเจนเนอเรเตอร์ จากนั้นจะถูกขยายแรงดันโดยเครื่องขยายแรงดันไฟฟ้าในช่วงแรงดันเพื่อให้ได้สนามไฟฟ้าตกคร่อมชิ้นงานที่ 1.50 kV/mm ความถี่ 10 Hz โดยสามารถเขียนขั้นตอนการทดสอบได้ดังนี้

1. วางเซรามิก PZT ระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้ง 2
2. บ้อนสนามไฟฟ้าให้กับเซรามิก PZT จนกระทั่งได้สนามไฟฟ้าที่ต้องการโดยค่าของสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ 1.5 kV/mm ตามลำดับ ที่อุณหภูมิห้อง
3. ปรับความถี่ของสนามไฟฟ้าให้กับเซรามิก PZT จนถึงค่าความถี่ที่ใช้ในการทดสอบ 10 Hz
4. ปรับอุณหภูมิให้กับเซรามิก PZT จนกระทั่งได้อุณหภูมิที่ต้องการโดยค่าของอุณหภูมิที่ทำการทดสอบอยู่ที่ห้อง 50 °C 100 °C 150 °C และ 200 °C ตามลำดับ
5. บันทึกกวนวนฮีสเทอรีซิส
6. คำนวณค่าสนามไฟฟ้า และโพลาริเซชันที่สภาวะโวลตต่าง ๆ ทางไฟฟ้า

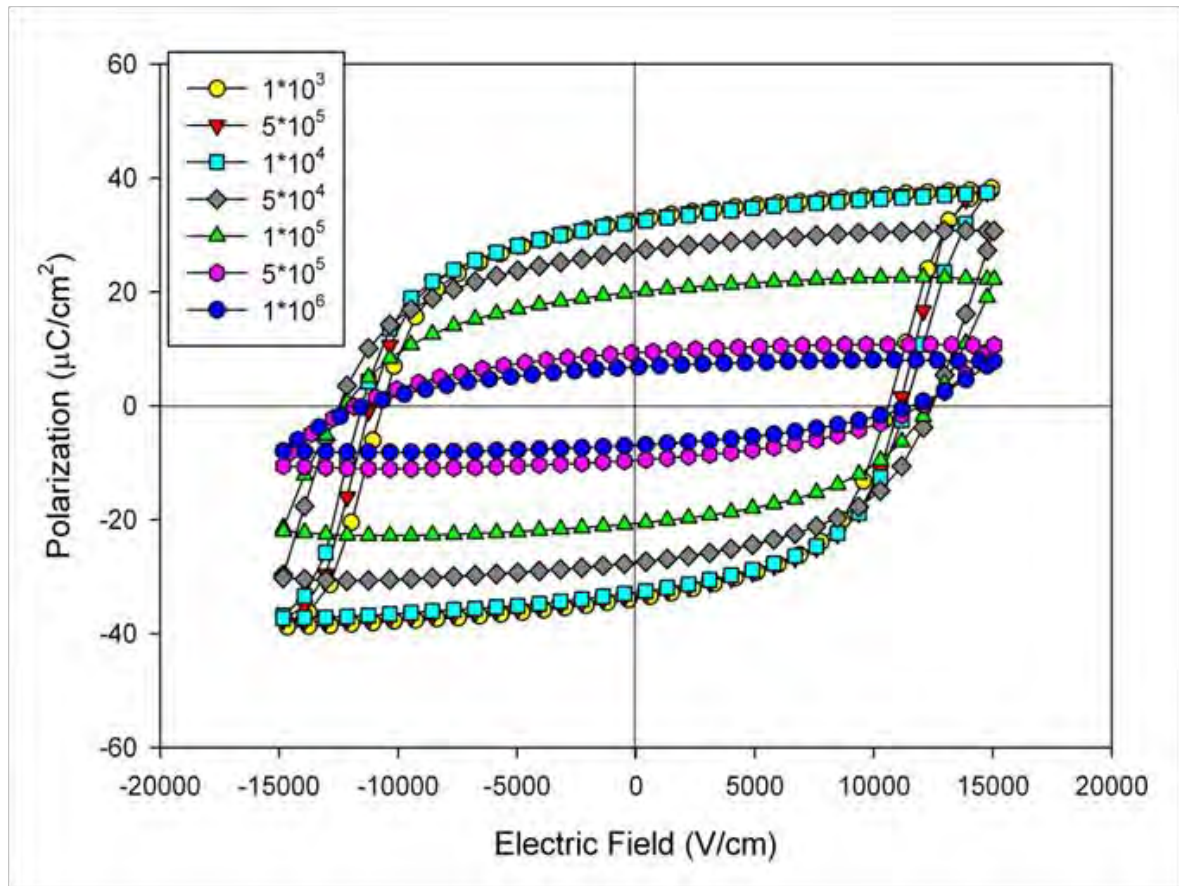
บทที่ 3

ผลการทดลอง

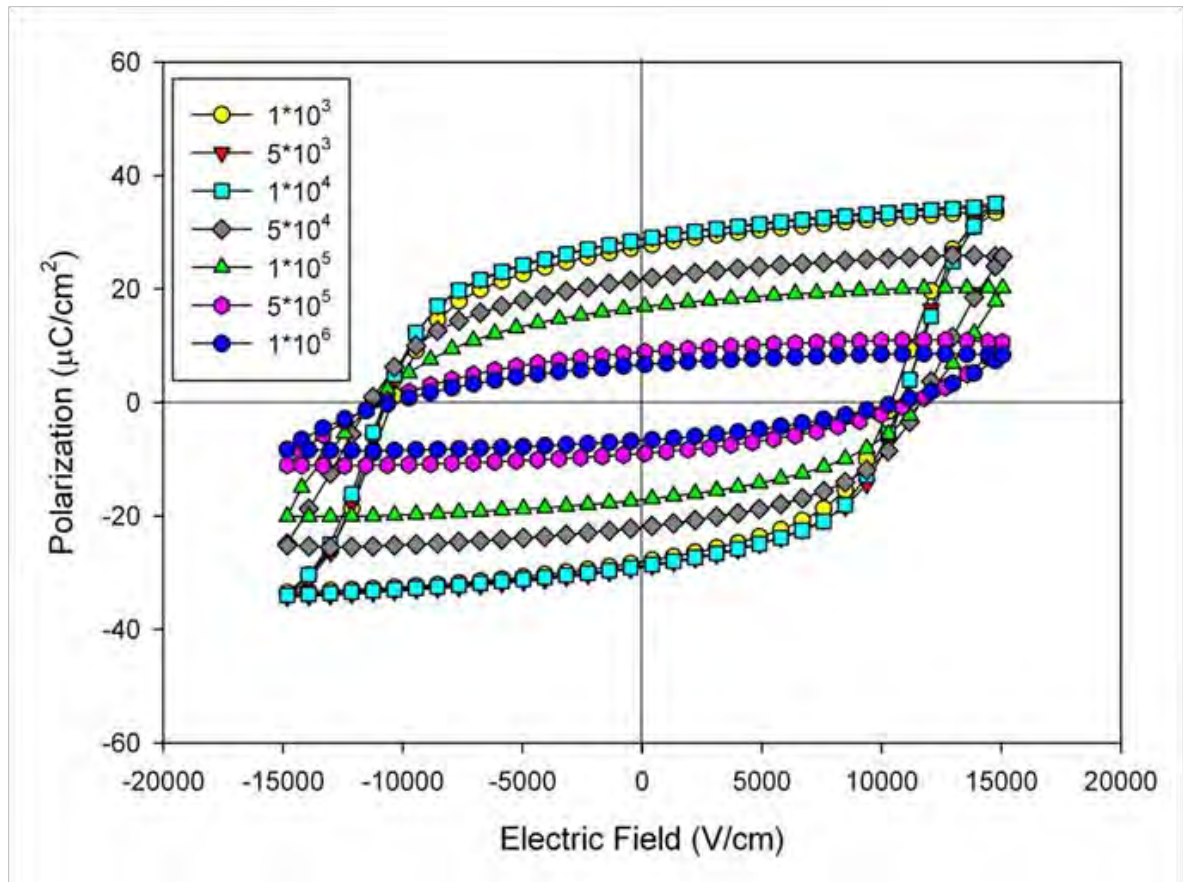
เนื้อหาภายในบทนี้จะกล่าวถึงการวิเคราะห์ และสรุปผลการทดสอบการเกิดความล้าจากการเปลี่ยนขั้วของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิต่าง ๆ คือ อุณหภูมิห้อง 50°C 100°C 150°C และ 200°C ที่สนามไฟฟ้า 1.50 kV/mm ความถี่ 10 Hz โดยสามารถวิเคราะห์ได้จากการศึกษาขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิส ค่าโพลาไรเซชันคงค้าง (remanent polarization) ค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง (coercive field) ของวงวนฮิสเทอรีซิสที่เปลี่ยนแปลงไป จากผลการทดลองพบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นอัตราการเกิดความล้าจะมีค่าลดลง ซึ่งการเกิดความล้าของค่าโพลาไรเซชันมีความเป็นไปได้ที่จะมาจากสาเหตุ 2 ประการคือ (1) ผลจากการตรึงของผนังโดเมน (Domain pinning effect) ซึ่งอาจสามารถวิเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) (2) เกิดจากความเสียหายบนผิวอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งอาจสามารถบ่งบอกได้จากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 ผลของอุณหภูมิต่อขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิสของเซรามิก PZT

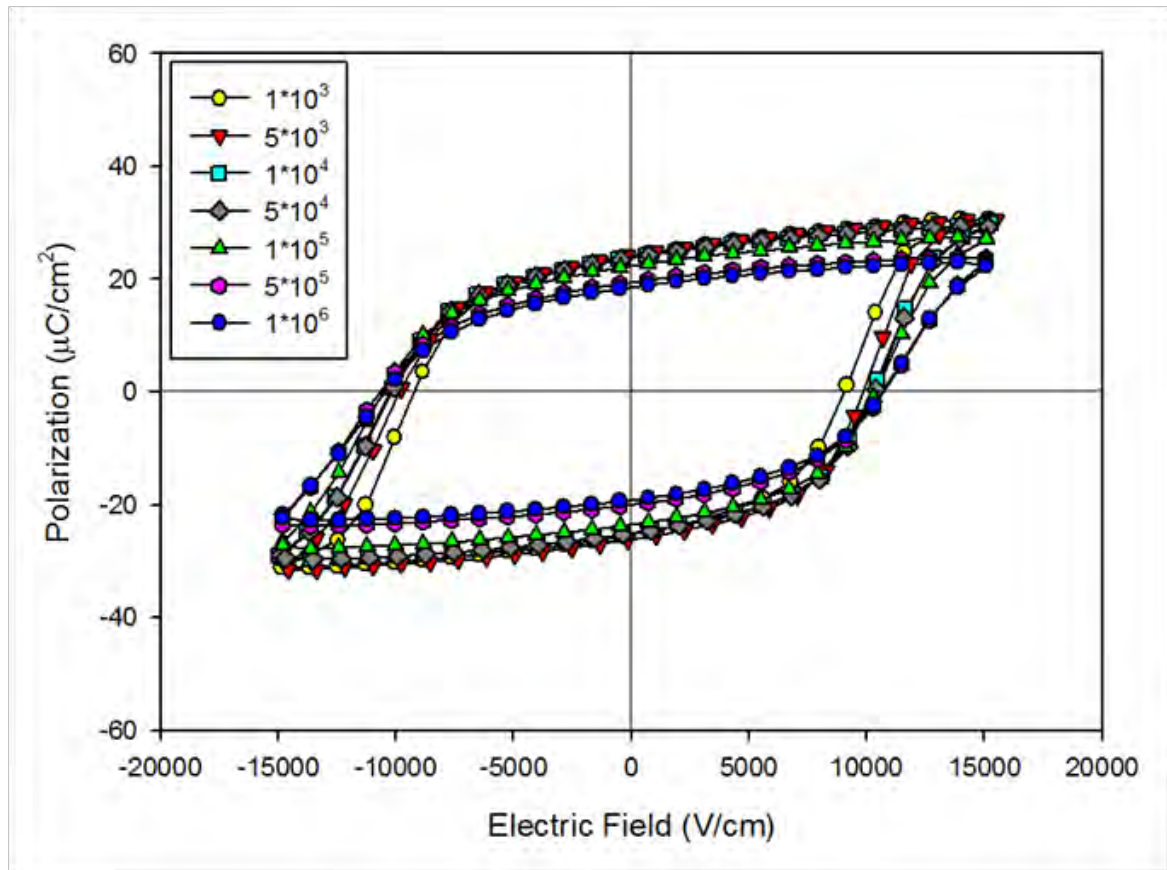
รูปที่ 3.1 (a) 3.1(b) 3.1(c) 3.1(d) และ 3.1(e) เป็นรูปของวงวนฮิสเทอรีซิสเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ที่ถูกป้อนสนามไฟฟ้ากระแสสลับจนถึง $1,000,000\text{ cycles}$ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ คือ อุณหภูมิห้อง 50°C 100°C 150°C และ 200°C ตามลำดับ โดยการใช้สนามไฟฟ้า 1.50 kV/mm ความถี่ 10 Hz พบว่า ที่อุณหภูมิห้อง และ 50°C ขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิสจะมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อยในช่วงแรกคือที่ $1,000$ ถึง $10,000\text{ cycles}$ และจะมีการลดลงมากขึ้นในช่วงที่ $10,000$ ถึง $500,000\text{ cycles}$ ต่อมาขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิสจะมีค่าลดลงอย่างช้า ๆ อีกครั้งในช่วง $500,000$ ถึง $1,000,000\text{ cycles}$ โดยที่อุณหภูมิ 50°C ขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิสจะมีค่าลดลงน้อยกว่าที่อุณหภูมิห้อง ส่วนที่อุณหภูมิ 100°C ขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิสจะมีการลดลงน้อยมาก โดยในช่วง $1,000$ ถึง $100,000\text{ cycles}$ ขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิสจะมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อย ต่อมาจะเริ่มลดลงมากขึ้นในช่วง $100,000$ ถึง $500,000\text{ cycles}$ ในช่วง $500,000$ ถึง $1,000,000\text{ cycles}$ ขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิสจะมีค่าลดลงน้อยมากจนเกือบจะคงที่ ณ อุณหภูมิ 150°C และ 200°C ขนาดของวงวนฮิสเทอรีซิสแทบจะไม่ลดลง ในแต่ละช่วงของการทดสอบ



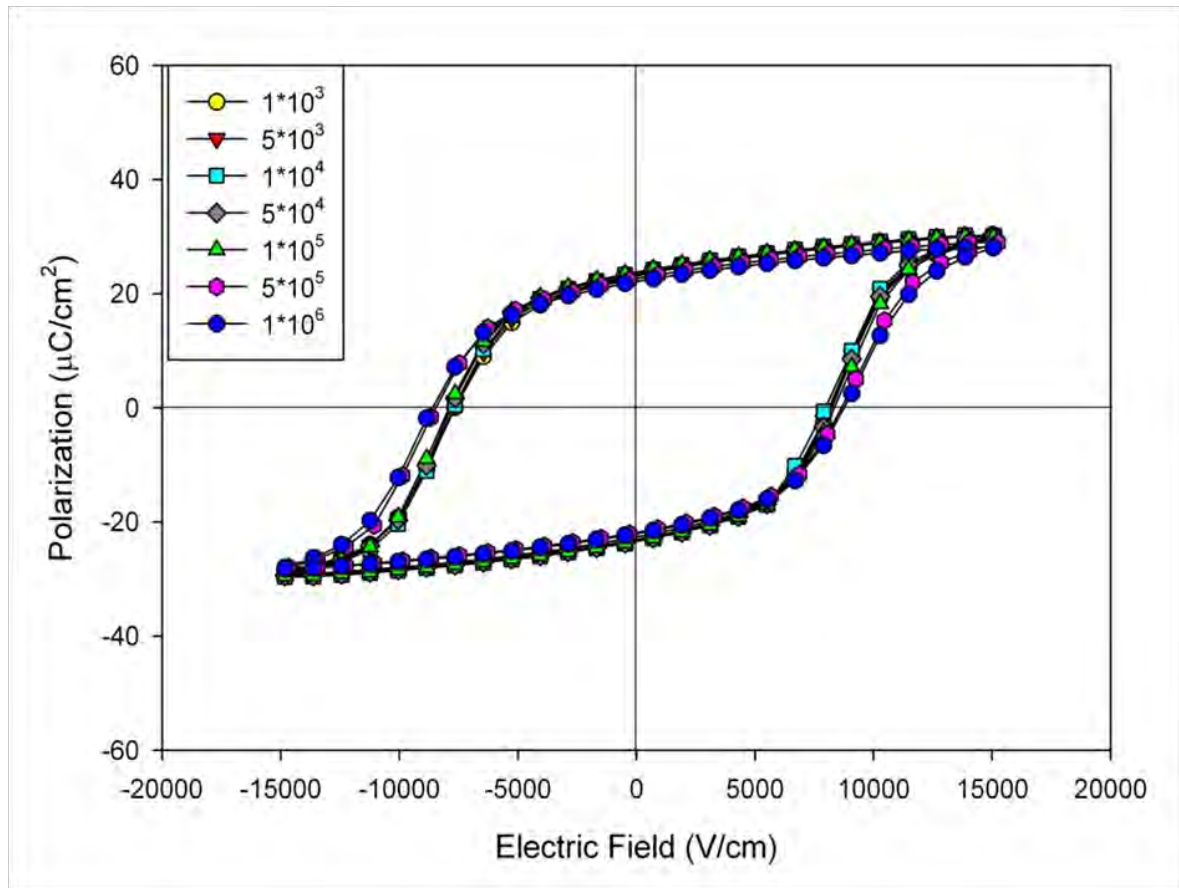
(a) วรณฮีสเทอร์ซิสที่อุณหภูมิห้อง



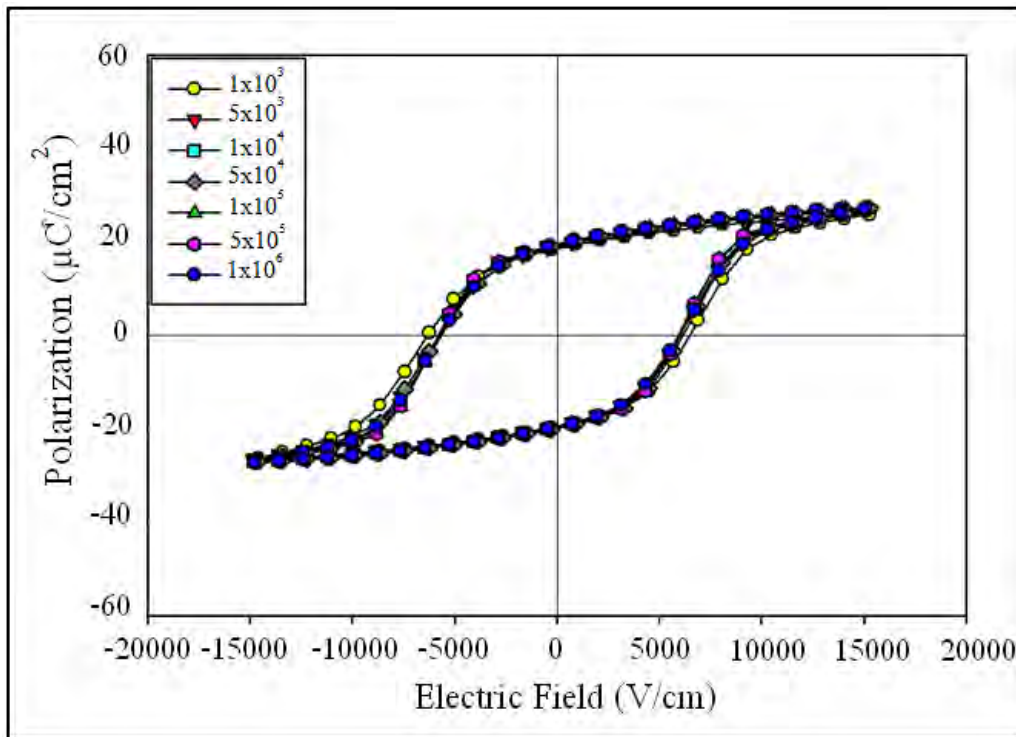
(b) ววนอีสเทอร์ซี่สที่อุณหภูมิ 50°C



(c) วรณฮีสเทอรีซิสที่อุณหภูมิ 100 °C



(d) ววนฮีสเทอรีซิสที่อุณหภูมิ 150°C



(e) วงวนฮีสเทอรีซิสที่อุณหภูมิ 200 °C

รูปที่ 3.1 ผลของจำนวนรอบสนามไฟฟ้าที่ป้อนต่อลักษณะของวงวนฮีสเทอรีซิสภายใต้ อุณหภูมิต่าง ๆ

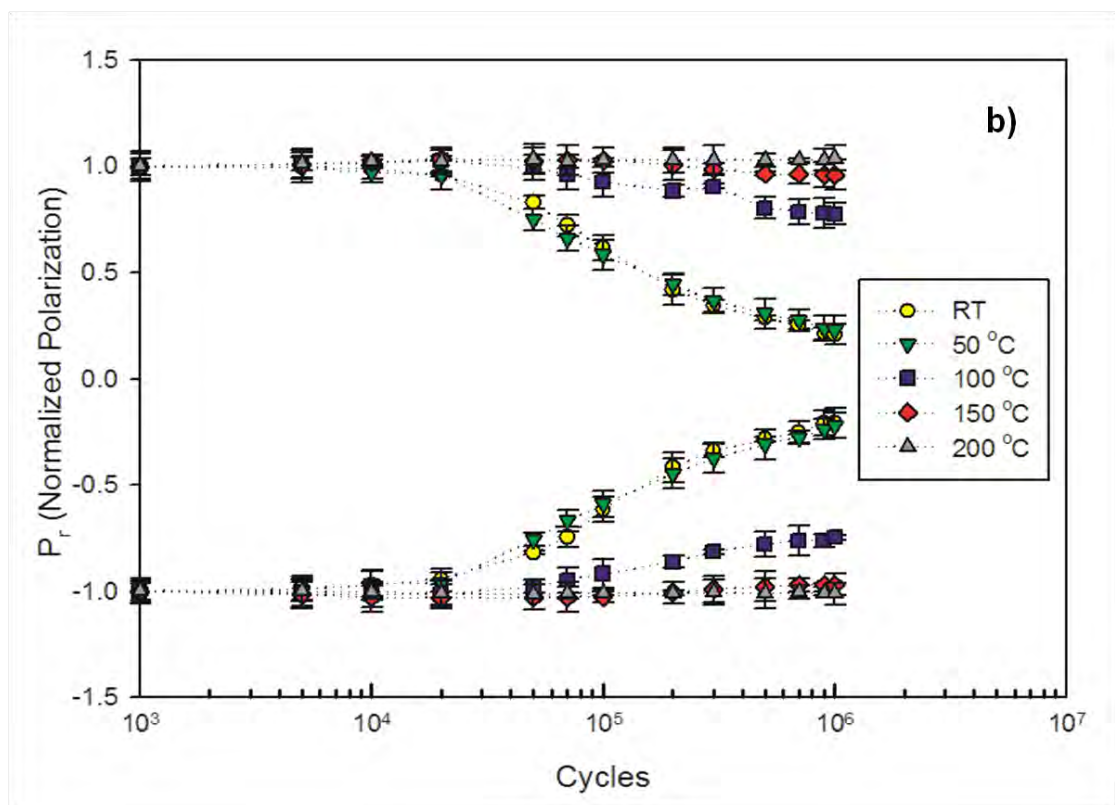
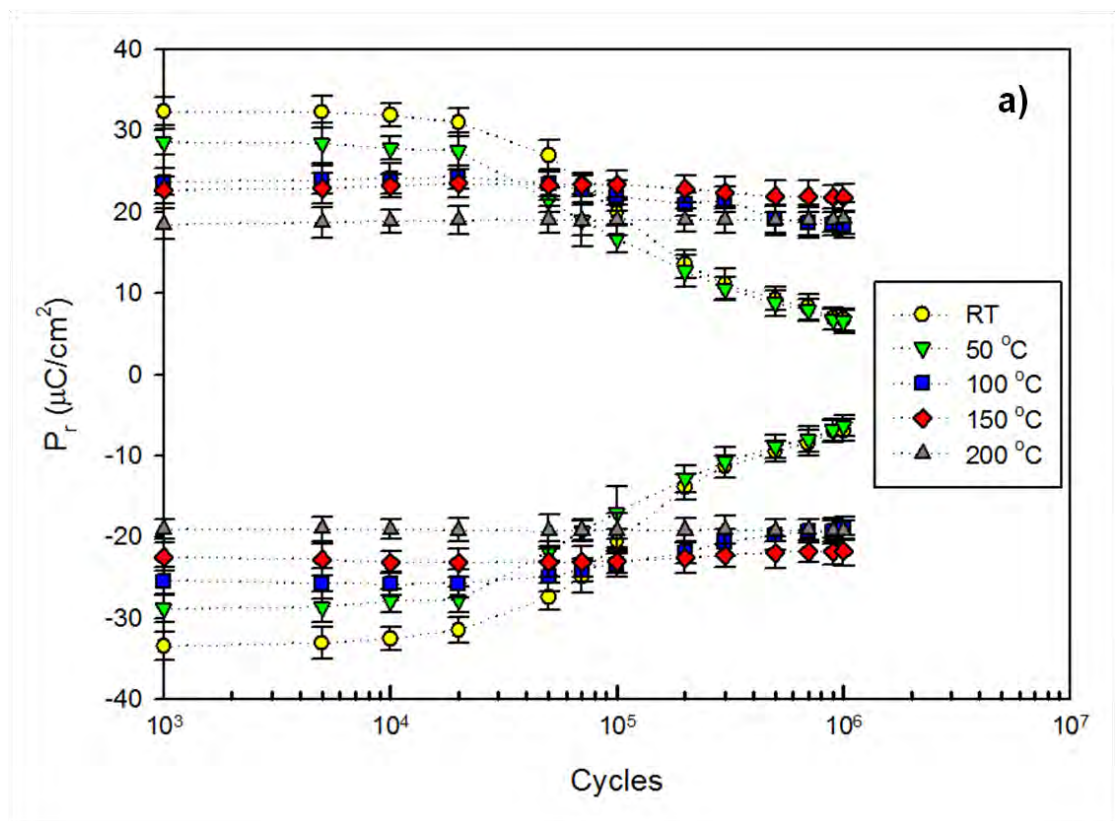
3.2 ผลของอุณหภูมิต่อค่าโพลาริเซชันคงค้าง และค่าสนามไฟฟ้าลบล้าง ของ เซรามิก PZT

ตารางที่ 3.1 แสดงให้เห็นถึงการเกิดโพลาริเซชันคงค้างที่อุณหภูมิต่าง ๆ ตามลำดับ พบว่าเมื่อจำนวนรอบเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิห้อง และ 50 °C โพลาริเซชันคงค้างมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว ส่วนที่อุณหภูมิ 100 °C โพลาริเซชันคงค้างมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อย ส่วนอุณหภูมิ 150 °C และ 200 °C ค่าโพลาริเซชันคงค้างมีการลดลงน้อยมากจนเกือบจะคงที่ โดยโพลาริเซชันคงค้างที่อุณหภูมิห้อง และ 50 °C จะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อเทียบกับอุณหภูมิ 100 °C 150 °C และ 200 °C ที่ลดลงน้อยมากจนเกือบคงที่ โดยที่อุณหภูมิห้อง และ 50 °C โพลาริเซชันคงค้างจะมีค่าลดลงจากค่าเริ่มต้น 79.06 % และ 75.78 % ตามลำดับ ส่วนที่อุณหภูมิ 100 °C โพลาริเซชันคงค้างจะมีค่าลดลงน้อยกว่าอุณหภูมิห้อง และ 50 °C คือ 13.24 % ส่วนที่อุณหภูมิ 150 °C และ 200 °C โพลาริเซชันคงค้างจะมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อยจนเกือบจะคงที่คือ 2.51 % และ 1.48 % ตามลำดับ โดยจากรูปที่ 3.2(a) และ 3.2(b) แสดงให้เห็นถึงโพลาริเซชันคงค้าง และโพลาริเซชันคงค้างแบบสัณพัทธ์ (Normalized Polarization) ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ตามลำดับ จะเห็นว่าที่อุณหภูมิห้อง และ 50 °C ในช่วงแรกคือช่วง 1,000 ถึง 20,000 cycles ค่าโพลาริเซชัน

ชั้นคงค้างจะมีการลดลงเพียงเล็กน้อย ต่อมาเมื่อจำนวนมากขึ้นคือช่วง 20,000 ถึง 200,000 cycles ค่าโพลาริเซชันคงค้างจะมีการลดลงอย่างรวดเร็ว แต่เมื่อมาถึงจุด ๆ หนึ่งคือช่วงที่ 200,000 ถึง 1,000,000 cycles การลดลงของโพลาริเซชันคงค้างจะมีการลดลงอย่างช้า ๆ จนเกือบคงที่ ส่วนที่อุณหภูมิ 100 °C 150 °C และ 200 °C ในช่วงแรกนั้นโพลาริเซชันคงค้างมีค่าน้อยกว่าที่อุณหภูมิห้อง และ 50 °C ซึ่งอาจมีผลมาจากการลบล้างโพลาริเซชันเนื่องจากความร้อน (Thermal depolarization) ต่อมาเมื่อจำนวนรอบมากขึ้นโพลาริเซชันคงค้างจะมีค่าลดลงน้อยมาก โดยที่อุณหภูมิ 200 °C อัตราการลดลงของค่าโพลาริเซชันคงค้างจะมีการลดลงน้อยมาก

ตารางที่ 3.1 ผลของอุณหภูมิต่อโพลาริเซชันคงค้างจากการทดสอบความล้า

จำนวนรอบ แรงดัน	$\pm Pr$ ($\mu C/cm^2$)									
	อุณหภูมิห้อง		50 °C		100 °C		150 °C		200 °C	
	+Pr	-Pr	+Pr	-Pr	+Pr	-Pr	+Pr	-Pr	+Pr	-Pr
1000	32	-33	28	-28	24	-25	23	-23	19	-19
5000	32	-33	28	-28	24	-25	23	-23	19	-19
10000	31	-32	27	-27	23	-25	23	-23	19	-19
50000	26	-27	21	-21	23	-24	23	-23	19	-19
100000	19	-20	16	-16	21	-23	23	-22	19	-19
500000	8	-8	8	-8	19	-19	21	-21	19	-19
1000000	6	-6	6	-6	18	-18	21	-21	19	-19

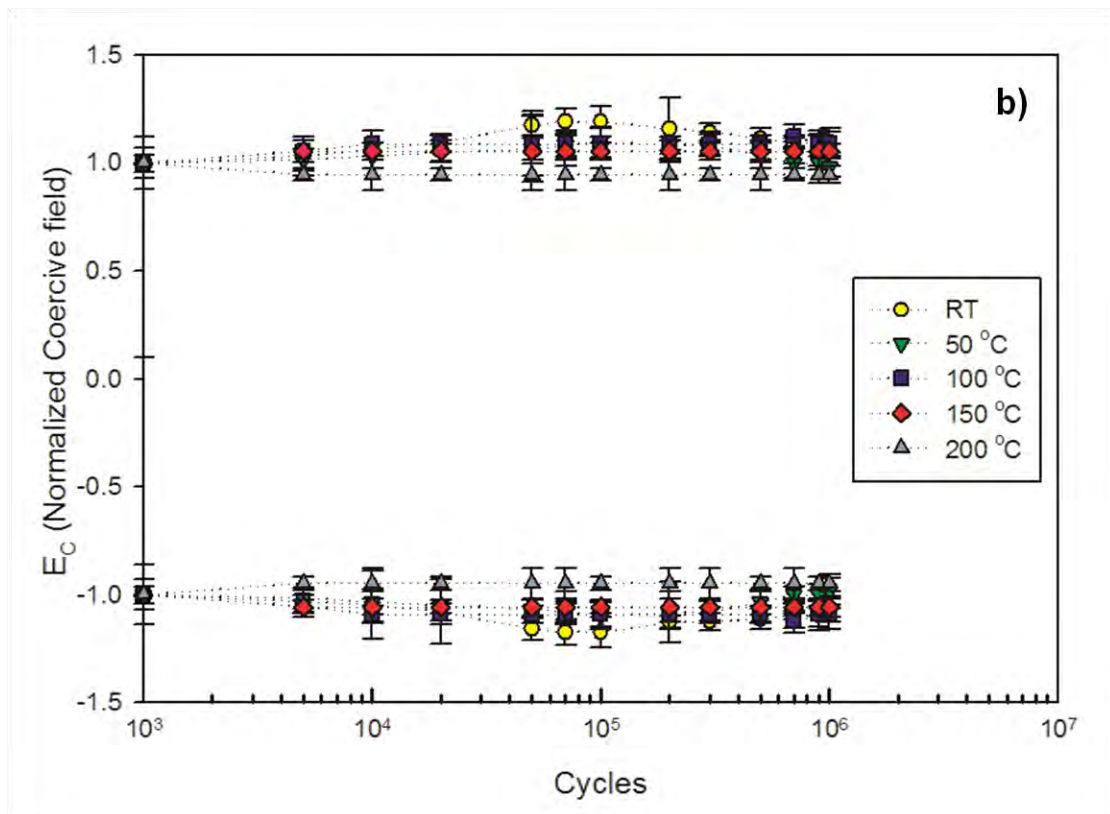
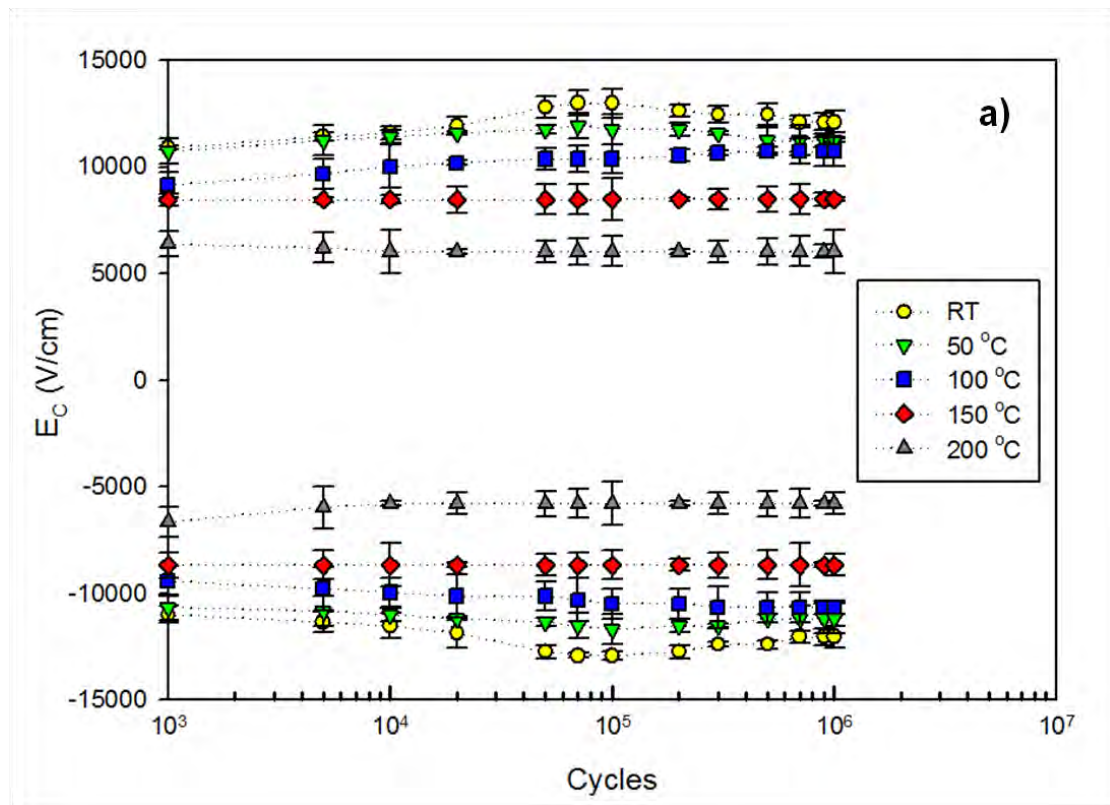


รูปที่ 3.2 (a) ผลของอุณหภูมิต่อโพลาริเซชันคงค้าง (b) โพลาริเซชันคงค้างแบบสัมพัทธ์ โดยเส้นประคำนวณมาจากสมการที่ 3.1

ตารางที่ 3.2 แสดงให้เห็นถึงค่าสนามไฟฟ้าลบไล่งที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นค่าสนามไฟฟ้าลบไล่ง ที่ใช้ในการกลับทิศจะมีค่าน้อยลง โดยจากรูปที่ 3.2(a) และ 3.2(b) แสดงให้เห็นถึงค่าสนามไฟฟ้าลบไล่ง และค่าสนามไฟฟ้าลบไล่งแบบสัณพัทธ์ (Normalized Coercive field) พบว่าที่อุณหภูมิห้อง และ 50 °C ค่าสนามไฟฟ้าลบไล่ง จะมีเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ โดยจะสามารถเห็นได้อย่างชัดเจนในช่วง 1,000 ถึง 100,000 cycles ต่อมาเมื่อจำนวนรอบมากขึ้นค่าสนามไฟฟ้าลบไล่ง ที่ช่วง 100,000 ถึง 1,000,000 cycles ค่าสนามไฟฟ้าลบไล่ง จะมีการลดลงในเวลาต่อมา ที่อุณหภูมิ 100 °C ค่าสนามไฟฟ้าลบไล่ง มีการเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย และคงที่เมื่อจำนวนรอบมากขึ้น ส่วนที่อุณหภูมิ 150 °C และ 200 °C ค่าสนามไฟฟ้าลบไล่ง มีการเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย และคงที่ในเวลาต่อมา

ตารางที่ 3.2 ผลของอุณหภูมิต่อค่าสนามไฟฟ้าลบไล่งเมื่อทดสอบความล้า

จำนวน รอบ แรงดัน	±Pr (μC/cm ²)									
	อุณหภูมิห้อง		50 °C		100 °C		150 °C		200 °C	
	+Ec	- Ec	+Ec	- Ec	+Ec	- Ec	+Ec	- Ec	+Ec	- Ec
1000	10678	-10936	10578	-10637	9257	-9474	8387	-7848	6395	-5856
5000	11176	-11235	10977	-10936	9746	-9826	8387	-7848	6395	-5856
10000	11694	-11594	11395	-11235	9685	-9836	8374	-7792	6096	-5856
50000	12670	-12729	12037	-11534	10248	-10377	8188	-7948	6096	-5856
100000	13069	-13227	12073	-11833	10610	-10620	8487	-8091	6096	-5856
500000	12670	-12430	11774	-11235	10861	-10787	8686	-8745	6096	-5856
1000000	12371	-12131	10877	-10637	10877	-10530	8686	-8745	6096	-5856

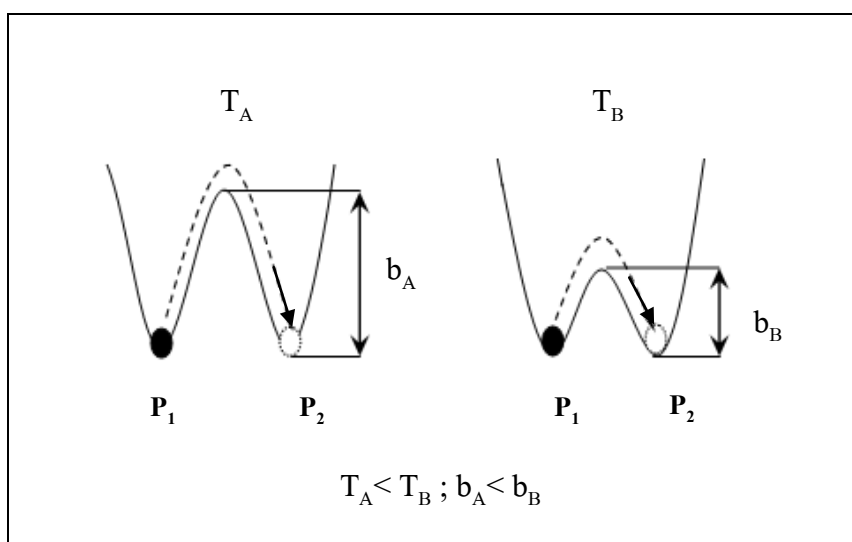


รูปที่ 3.3 ผลของอุณหภูมิต่อ (a) สนามไฟฟ้าลบล้าง (b) ค่าสนามไฟฟ้าลบล้างแบบสัณพัทธ์

จากผลการทดลองการเกิดความล้าของค่าโพลาริเซชันมีความเป็นไปได้ที่จะมาจากสาเหตุ 2 ประการคือ (1) เกิดจากการตรึงของผนังโดเมนซึ่งอาจสามารถวิเคราะห์ได้จากผลของเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) (2) เกิดจากความเสียหายบนผิวอิเล็กโทรดซึ่งอาจสามารถบ่งบอกได้จากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

สำหรับในกรณีแรกจะศึกษาถึงผลจากการตรึงของผนังโดเมนต่อการเปลี่ยนแปลงค่าโพลาริเซชันคงค้าง และค่า Coercive field โดยจะเห็นว่าในการให้สนามไฟฟ้าในช่วงต้นที่รอบน้อยกว่า 10000 รอบนั้นที่อุณหภูมิห้อง และ 50°C โพลาริเซชันคงค้างจะมีค่ามากกว่าที่อุณหภูมิ 100°C 150°C และ 200°C ทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิห้อง และ 50°C พลังงานที่ใช้ในการเปลี่ยนสถานะ (potential barrier energy) หรือทิศทางของโดเมนภายใต้สนามไฟฟ้าจะมีค่าสูง พลังงานดังกล่าวนี้สะท้อนให้เห็นได้จากค่า Coercive field ดังนั้นที่อุณหภูมิต่ำค่า Coercive field จึงมีค่าสูงกว่าที่อุณหภูมิ 100°C 150°C และ 200°C และเนื่องจากที่อุณหภูมิต่ำนี้สถานะของโพลาริเซชันมีความเสถียรมากกว่า ดังนั้นเมื่อค่าสนามไฟฟ้ามีค่าลดลงจนเป็นศูนย์ โพลาริเซชันส่วนมากยังคงเรียงตัวในทิศทางของสนามไฟฟ้าที่ได้ป้อนไปแล้ว จึงทำให้ค่าโพลาริเซชันคงค้างมีค่าสูงกว่าที่อุณหภูมิสูง ในขณะที่อุณหภูมิ 100°C 150°C และ 200°C พลังงานที่ใช้ในการจัดเรียงตัวของโดเมนจะมีค่าน้อยดังนั้นโดเมนสามารถเปลี่ยนทิศทางได้ง่ายกว่าทำให้ค่า Coercive field ต่ำ และโดเมนสามารถกลับกลับคืนสู่สภาวะการเรียงตัวแบบสุ่มได้ง่าย ณ ค่าสนามไฟฟ้าที่เท่ากันเมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่ต่ำกว่าเนื่องจากมีความเสถียรน้อยกว่า ซึ่งสามารถแสดงให้เห็นได้จากแบบจำลองกำแพงศักย์ (Potential barrier well) ดังแสดงในรูปที่ 3.4 นอกจากนั้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นมีผลทำให้เกิดการลบล้างโพลาริเซชันเนื่องจากความร้อน (Thermal depolarization) ณ ที่ค่าสนามไฟฟ้าเป็นศูนย์ ดังนั้นจึงทำให้ค่าโพลาริเซชันคงค้างที่อุณหภูมิต่ำกว่าโพลาริเซชันคงค้างที่อุณหภูมิต่ำ แต่เมื่อจำนวนรอบมากขึ้นที่อุณหภูมิห้อง และ 50°C โพลาริเซชันคงค้างกลับมีค่าลดลง ทั้งนี้เนื่องมาจากโดเมนบางส่วนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ซึ่งอาจเกิดเนื่องมาจากถูกตรึงด้วยมลทินที่มีประจุ (Charged defects) หรือ ช่องว่างออกซิเจน (Oxygen vacancy) ซึ่งปรากฏการณ์นี้เรียกว่า ผลการตรึงของโดเมน (Domain pinning effect) ส่งผลทำให้โพลาริเซชัน หรือ โดเมนภายในเซรามิก PZT ไม่สามารถเปลี่ยนทิศทางได้ตามทิศทางของสนามไฟฟ้า และทำให้ผนังของโดเมนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ดี (Park et al., 1997 ; Brennan et al., 1998) จึงทำให้โพลาริเซชันคงค้างมีค่าลดลง รูปที่ 3.5 แสดงให้เห็นถึงแบบจำลองการลดลงของจำนวนโดเมนที่สามารถกลับทิศทางได้ตามสนามไฟฟ้า จะเห็นว่าในช่วงแรกคือช่วง 1,000 ถึง 5,000 cycles โดเมนยังคงเคลื่อนที่ได้ดีเนื่องจากผลของการตรึงของผนังโดเมนมีน้อย โดยเมื่อจำนวนรอบมากขึ้นจนถึงช่วง 50,000 ถึง 200,000 cycles โดเมนบางส่วนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ส่งผลให้ค่าโพลาริเซชันคงค้างมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว ส่วนค่า Coercive field ซึ่งสะท้อนให้เห็นถึงพลังงานที่ระบบใช้ในการกลับทิศของโดเมนจะมีค่ามากขึ้นซึ่งอาจเกิดได้จากอัตราการเพิ่มขึ้นของโดเมนที่ถูกตรึงมีค่ามากขึ้น แต่เมื่อมาถึงจุด ๆ หนึ่งคือ

ช่วงที่ 200,000 ถึง 1,000,000 cycles การลดลงของโพลาริเซชันคงค้างจะมีการลดลงอย่างช้า ๆ จนเกือบจะคงที่เนื่องจากจำนวนโดเมนที่สามารถกลับทิศได้มีค่าลดลง จากแบบจำลองในรูปที่ 3.3 จะเห็นว่าอัตราการเพิ่มขึ้นของโดเมนที่ถูกตรึงมีค่าลดลงซึ่งอาจส่งผลทำให้ค่า Coercive field มีการลดลงอย่างช้า ๆ จนเกือบจะคงที่ด้วย ในขณะที่อุณหภูมิ 100 °C 150 °C และ 200 °C เมื่อจำนวนรอบมากขึ้นการตรึงของผนังโดเมนเกิดได้น้อย (เกิดยาก) โดเมนสามารถกลับทิศไปตามทิศของสนามไฟฟ้าได้ง่ายส่งผลให้อัตราการลดลงของค่าโพลาริเซชันคงค้างมีการลดลงอย่างมาก ค่า Coercive field ที่ใช้ในการเปลี่ยนทิศจึงมีค่าน้อย รูปที่ 3.6 แสดงให้เห็นถึงแบบจำลองการลดลงของจำนวนโดเมนที่สามารถกลับทิศได้ตามทิศของสนามไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 100 °C 150 °C และ 200 °C จะเห็นว่าในทุกช่วงของการทดสอบอัตราการเพิ่มขึ้นของโดเมนที่ถูกตรึงมีค่าน้อยมาก การเกิดการตรึงของโดเมนทำให้ความสามารถในการสลับเปลี่ยนทิศทางของโดเมนนั้นลดลงซึ่งสังเกตจากลักษณะสเปกตรัมของ XRD ที่เปลี่ยนไป ซึ่งรายละเอียดจะกล่าวในเนื้อหาต่อไป



รูปที่ 3.4 แบบจำลองกำแพงศักย์ (Potential barrier well) ในการเปลี่ยนสถานะหรือทิศทางของโดเมนที่อุณหภูมิต่างกัน ณ สนามไฟฟ้า และความถี่เดียวกัน

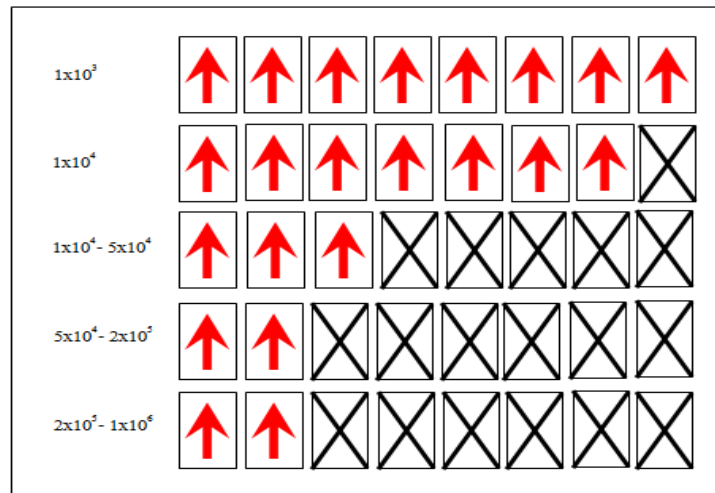
P_1 แทนสถานะ หรือ ทิศทางการเรียงตัวของโดเมนก่อนให้สนามไฟฟ้า

P_2 แทนสถานะ หรือ ทิศทางการเรียงตัวของโดเมนหลังให้สนามไฟฟ้า

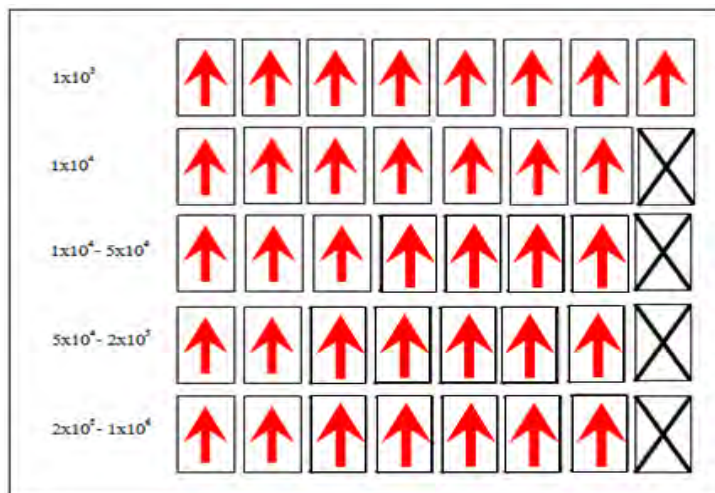
b_A และ b_B เป็นขนาดของพลังงานที่ต้องใช้ในการเปลี่ยนสถานะของโดเมนจาก P_1 เป็น P_2

ภายใต้อุณหภูมิ T_A, T_B ตามลำดับ

T_A, T_B อุณหภูมิในขณะที่ให้สนามไฟฟ้า โดย $T_A < T_B$ และ T_A, T_B มีค่าต่ำกว่าอุณหภูมิ T_C



รูปที่ 3.5 แบบจำลองสัดส่วนของโดเมนที่สามารถกลับทิศทางได้ (แทนด้วย ) และโดเมนที่ไม่สามารถกลับทิศได้เนื่องจากผลของการตรึงของโดเมน (Domain pinning effect) (แทนด้วย ) ที่อุณหภูมิห้อง และ 50 °C ลูกศรที่แสดงในตารางเป็นค่าที่สมมติขึ้นเพื่ออธิบายให้เห็นถึงอัตราการถูกตรึงของผนังโดเมน



รูปที่ 3.6 แบบจำลองสัดส่วนของโดเมนที่สามารถกลับทิศทางได้ (แทนด้วย ) และโดเมนที่ไม่สามารถกลับทิศได้เนื่องจากผลของการตรึงของโดเมน (Domain pinning effect) (แทนด้วย ) ที่อุณหภูมิ 100 °C 150 °C และ 200 °C โดยลูกศรที่แสดงในตารางเป็นค่าที่สมมติขึ้นเพื่ออธิบายให้เห็นถึงอัตราการถูกตรึงของผนังโดเมน

การลดลงของโพลาริเซชันคงค้างเนื่องจากความล้าทางไฟฟ้า สามารถคำนวณได้จากสมการลอการิทึม (Logarithmic fatigue) ซึ่งเขียนได้ดังนี้

$$P_N = P_o - \frac{A}{K} \ln(N + B) \quad [\text{ดัดแปลงมาจาก (Brennan et al., 1998)}] \quad (3.1)$$

โดย A, B คือ ค่าพารามิเตอร์ของสมการที่อุณหภูมิต่าง ๆ

P_o คือ โพลาริเซชันตั้งต้น

N คือ จำนวนรอบของสนามไฟฟ้า

K คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบ (K)

ซึ่งค่าพารามิเตอร์ A และ B ที่อุณหภูมิห้องต่าง ๆ สามารถแสดงได้ในตารางที่ 3.3 เมื่อใช้สมการดังกล่าวสร้างกราฟ จะพบว่ากราฟที่ได้จากการคำนวณมีแนวโน้มเดียวกับข้อมูลที่ได้จากการทดลองเป็นอย่างดี (รูปที่ 3.2)

ตารางที่ 3.3 ผลของอุณหภูมิต่อค่าพารามิเตอร์การลดลงของโพลาริเซชันคงค้าง

อุณหภูมิ (°C)	P_o		A		B	
อุณหภูมิห้อง	110.08	-110.13	2240.72	-2237.76	20381.16	18516.50
50	75.60	-78.07	1621.46	-1621.46	7627.62	8585.54
100	48.44	-54.21	794.49	-947.42	20381.16	49209.88
150	23.84	-23.60	16.92	-16.92	500	500
200	20.26	-20.24	12.29	-12.29	-1000	-997.20

3.3 ผลการศึกษาการเปลี่ยนทิศทางของโดเมนด้วยเทคนิค XRD

การตรวจสอบการเปลี่ยนสถานะ หรือ ทิศทางของโดเมนภายในเซรามิก PZT ก่อนและหลังการทดสอบความล้าสามารถสะท้อนให้เห็นถึงสัดส่วนของโดเมนที่ถูกตรึง ซึ่งมีผลต่อความสามารถในการจัดเรียงตัวของโดเมนตามแนวสนามไฟฟ้า และจะส่งผลทำให้เกิดความเสื่อมสภาพของวัสดุเนื่องจากความล้าในที่สุด การวิเคราะห์สัดส่วนของโดเมนที่ถูกตรึงดังกล่าวสามารถทำได้ทางอ้อมคือการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD)

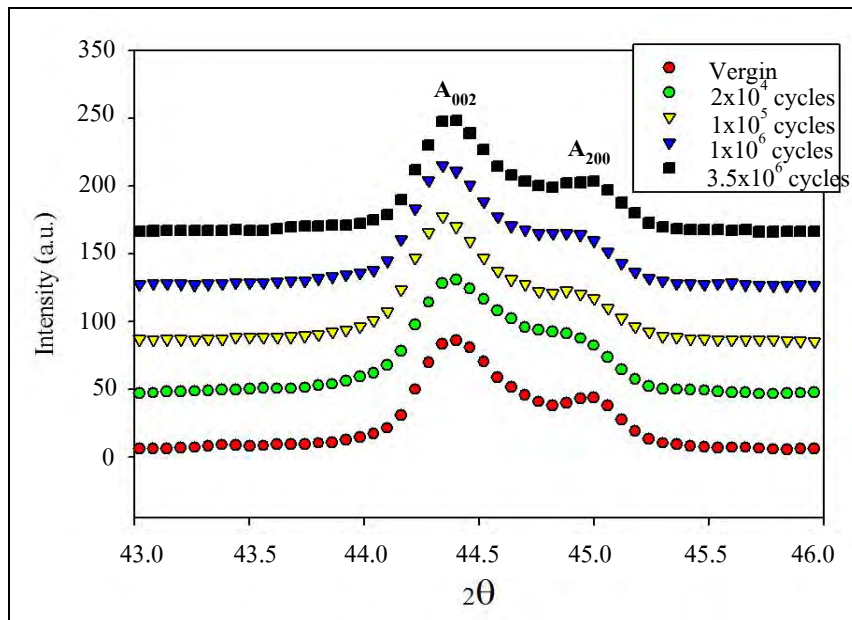
ค่าความหนาแน่นของขั้วโพลาริเซชัน (Pole density) เป็นค่าตัวเลขเชิงปริมาณที่ใช้ในการบ่งบอกสัดส่วนของโดเมน ที่มีทิศของโพลาริเซชันเรียงตัวไปในแนวเดียวกับสนามไฟฟ้า ค่า Pole density มีหน่วยเรียกว่า multiple of a random distribution (m.r.d) สามารถคำนวณได้จากสูตรดังต่อไปนี้ (Jones et al., 2005)

$$\text{Pole density} = \frac{3 \left(\frac{A_{002}}{A_{002}^R} \right)}{\left(\frac{A_{002}}{A_{002}^R} \right) + 2 \left(\frac{A_{200}}{A_{200}^R} \right)} \quad \text{m.r.d} \quad (3.2)$$

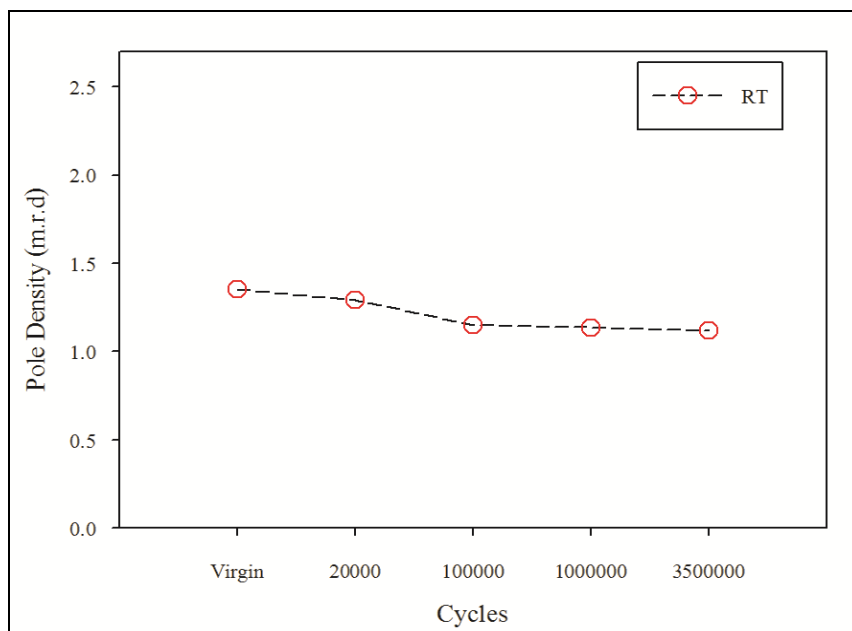
โดย A_{002} และ A_{200} คือ พื้นที่ใต้กราฟที่มีจุดยอดมุม $2\theta \cong 44.4$ และ 45.1 (สำหรับเซรามิก PZT ที่ใช้ในการทดลองนี้)

A_{002}^R และ A_{200}^R คือ พื้นที่ใต้กราฟของเซรามิก PZT ที่มีการจัดเรียงตัวของโดเมนแบบสุ่ม (หรือเซรามิก PZT ที่ใช้ในการทดลองนี้) ทำให้ค่าโพลาไรเซชันมีค่าเป็นศูนย์

จากรูปที่ 3.7 และ 3.8 แสดงให้เห็นถึงสเปกตรัมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PZT และ Pole density ที่เกิดขึ้นในแนวตั้งฉากกับพื้นผิวอิเล็กโทรดที่อุณหภูมิห้อง ตามลำดับ จะเห็นว่าในช่วงก่อนการทดสอบจนถึงช่วง 20,000 cycles Pole density จะมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อยซึ่งในช่วงนี้โดเมนยังคงมีการเปลี่ยนสถานะหรือทิศทางได้ดี เนื่องจากผลการตรึงของผนังโดเมนมีค่าน้อย ต่อมาเมื่อทำการทดสอบต่อไปจนถึงช่วง 100,000 cycles Pole density จะมีการลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อเทียบกับช่วงแรก ซึ่งผลดังกล่าวแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงทิศทางของโดเมนมีค่าลดลง เนื่องจากผลการตรึงของผนังโดเมนเริ่มมีค่ามากขึ้น เมื่อทดสอบต่อไปเรื่อย ๆ Pole density จะไม่มีการเปลี่ยนแปลงแต่อย่างใด แต่ในความเป็นจริงความล้าจะยังคงดำเนินต่อไปเรื่อย ๆ ซึ่งสามารถแสดงให้เห็นจากผลการทดสอบในรูปที่ 3.2(a) ซึ่งความล้าในช่วงนี้อาจมีผลส่วนใหญ่มาจากความเสียหายที่เกิดขึ้น ณ บริเวณพื้นผิวอิเล็กโทรด โดยส่วนนี้จะแสดงให้เห็นได้โดยใช้วิธีการภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ซึ่งจะกล่าวต่อไปในหัวข้อที่ 3.4



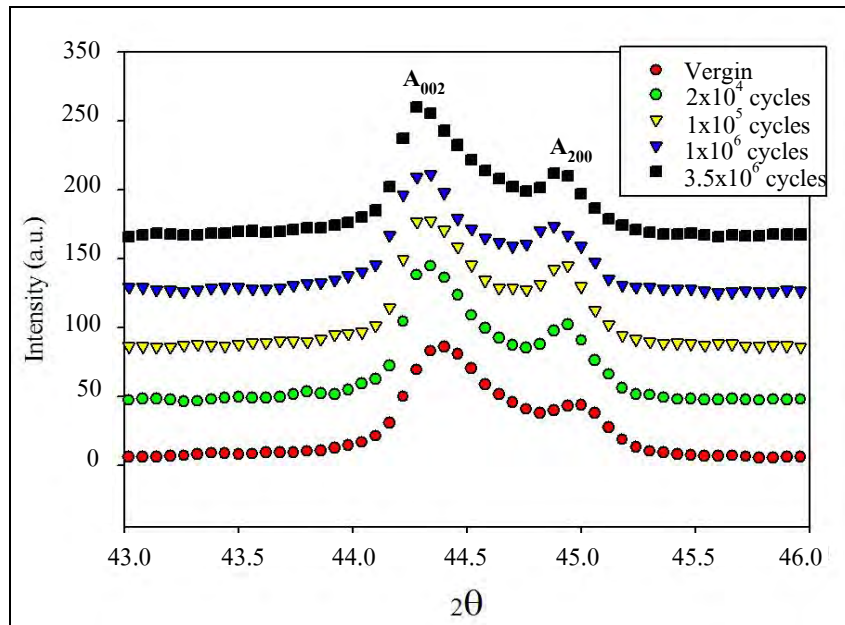
รูปที่ 3.7 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิห้อง



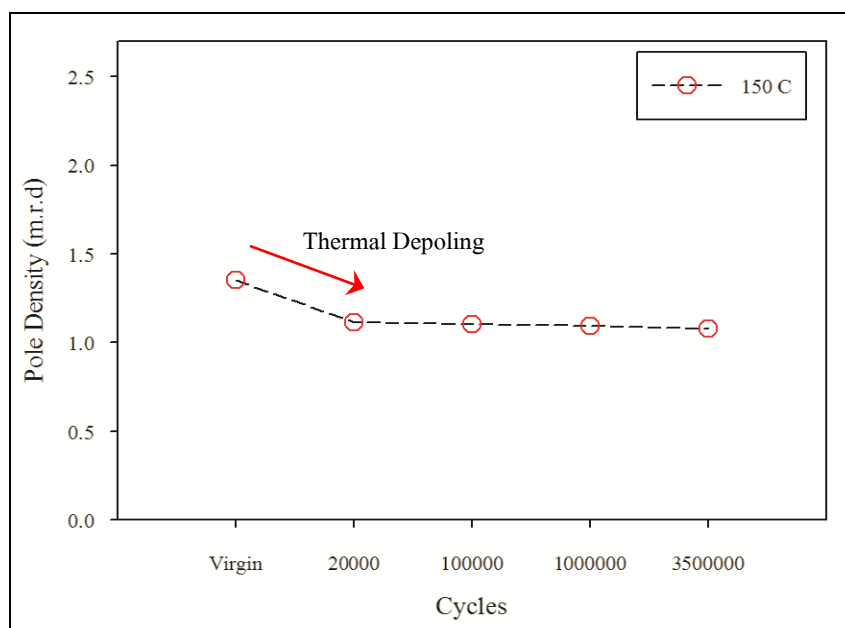
รูปที่ 3.8 Pole density ที่เกิดขึ้นในแนวตั้งฉากกับพื้นผิวอิเล็กโทรดที่อุณหภูมิห้อง

จากรูปที่ 3.9 และ 3.10 แสดงให้เห็นถึงสเปกตรัมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PZT และ Pole density เกิดขึ้นในแนวตั้งฉากกับพื้นผิวอิเล็กโทรดที่อุณหภูมิ 150 °C ตามลำดับ จะเห็นว่าในช่วงก่อนการทดสอบจนถึงช่วง 20,000 cycles Pole density จะมีค่าลดลง ทั้งนี้ เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นมีผลทำให้เกิดการลบล้างโพลาไรเซชันเนื่องจากความร้อน (Thermal depolarization) ดังนั้นจึงทำให้ Pole density มีการลดลง ต่อมาในช่วง 20,000 ถึง

3,500,000 cycles จะเห็นว่า Pole density มีการลดลงน้อยมากเมื่อเทียบกับอุณหภูมิห้อง ทั้งนี้ เนื่องจากการตรึงของผนังโดเมนเกิดได้น้อย (เกิดยาก) โดเมนสามารถกลับทิศไปตามทิศของ สนามไฟฟ้าได้ง่าย ส่งผลให้อัตราการเกิดความล้ามีค่าน้อยกว่าที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งสามารถแสดงให้เห็นจากผลการทดสอบในรูปที่ 3.2(b)

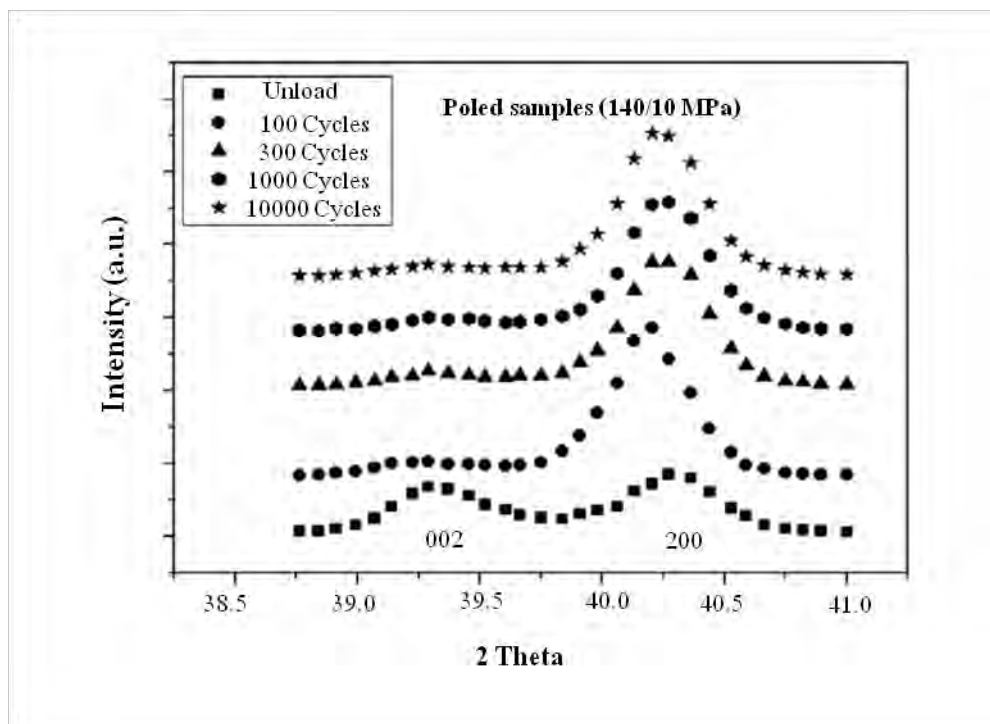


รูปที่ 3.9 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิ 150 °C



รูปที่ 3.10 Pole density ที่เกิดขึ้นในแนวตั้งฉากกับพื้นผิวอิเล็กโทรดที่อุณหภูมิ 150 °C

จากผลการศึกษาการดักล่าวจะให้ผลที่สอดคล้องกับงานวิจัยของ Pojprapai และคณะ (Pojprapai et al, 2007) โดยในการทดสอบจะใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของนิวตรอน(Neutron diffraction) เพื่อศึกษาการสลับเปลี่ยนทิศทางของโดเมนภายใต้แรงเชิงกล



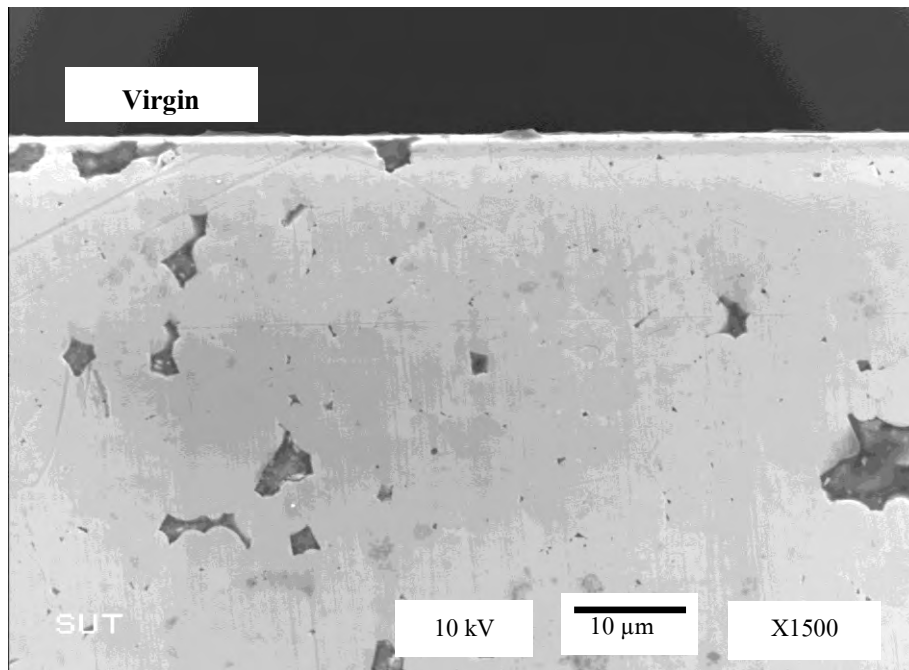
รูปที่ 3.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนของนิวตรอนภายใต้ความเครียดเชิงกล (Pojprapai et al, 2007)

3.4 ผลการศึกษาโครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT

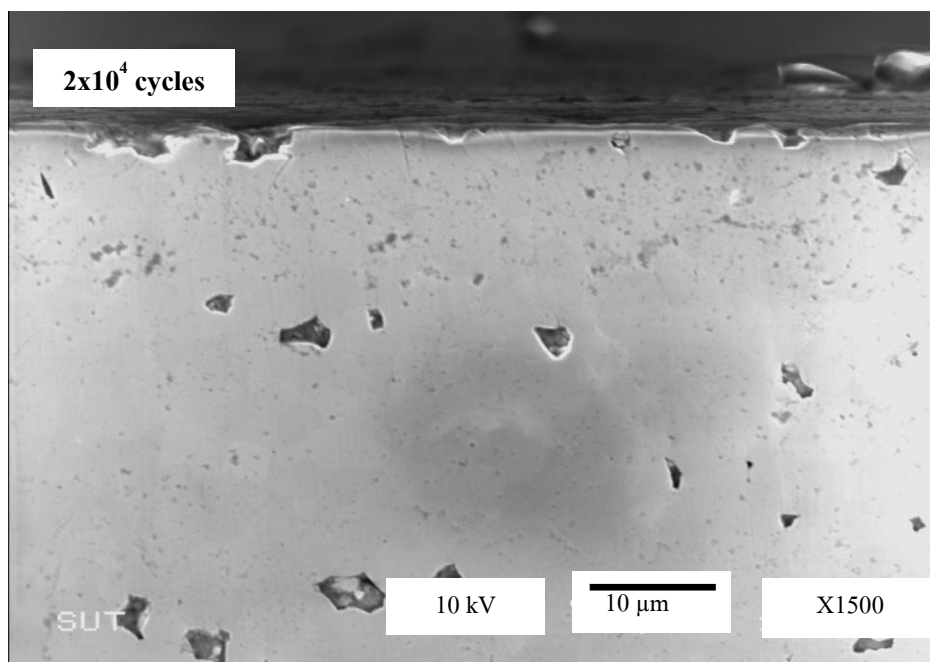
นอกจากการตรึงของโดเมนแล้วความเสียหายที่เกิดบนพื้นผิวอิเล็กทรอนิกส์ทรานซิสเตอร์อาจมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าโพลาไรเซชันคงค้าง และค่า Coercive field ซึ่งความเสียหายดังกล่าวอาจมีผลทำให้สนามไฟฟ้ามีผลต่อการเปลี่ยนทิศของโดเมนลดลง ปรากฏการณ์ดังกล่าวนี้ได้ถูกนำเสนอโดยงานวิจัยของ Balke และคณะ (Balke, 2007) การตรวจสอบโครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT เป็นการพิสูจน์ และยืนยันถึงการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT ที่เกิดความล้าทางไฟฟ้า การตรวจสอบโครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT หลังการทดสอบความล้าทางไฟฟ้าจะใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) เพื่อตรวจสอบโครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT ที่มีการเสื่อมสภาพจากการทดสอบความล้าทางไฟฟ้าที่อุณหภูมิห้อง และ 150 °C ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแสดงดังรูปที่ 3.12 รูปที่ 3.13 ตามลำดับ

จากรูปที่ 3.12 แสดงให้เห็นถึงโครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิห้อง พบว่าในช่วง 20,000 cycles จะไม่ปรากฏถึงความเสียหายบนพื้นผิวของเซรามิก PZT เนื่องจากในช่วงนี้โดเมนยังคงเคลื่อนที่ได้ดีเนื่องจากผลการตรึงของผนังโดเมนมีน้อย

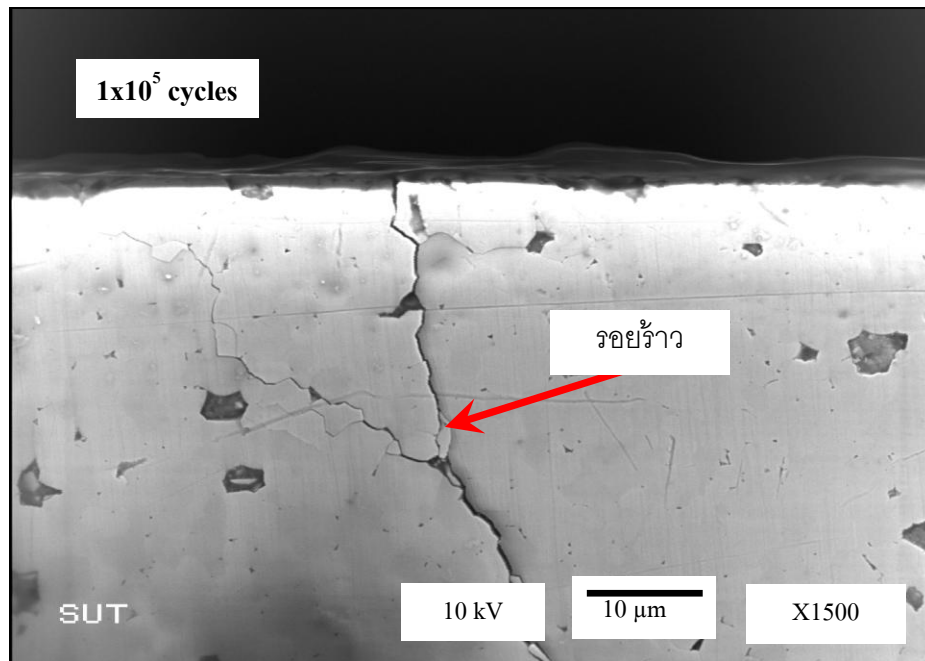
ความเครียดที่เกิดขึ้นจึงมีค่าน้อย ต่อมาที่ช่วง 100,000 cycles เริ่มเกิดรอยร้าวขึ้นที่ผิวของเซรามิก PZT ส่งผลให้ช่วงนี้โพลาริเซชันมีการลดลงอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้เนื่องจากในช่วงนี้โดเมนบางส่วนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ทำให้เกิดความเครียดสะสมมากขึ้นที่บริเวณดังกล่าวจนทำให้เซรามิก PZT เกิดรอยแตกขึ้น ต่อมาเมื่อมีรอยแตกร้าวเกิดขึ้นที่บริเวณดังกล่าวจะมีความเค้นสะสมเกิดขึ้นมากทำให้วัสดุถูกทำลายได้ง่ายโดยจะมีการขยายตัวของรอยร้าวกลายเป็นรอยแตกซึ่งจะเห็นได้ในช่วง 1,000,000 cycles ในช่วงนี้เซรามิก PZT ไม่มีคุณสมบัติความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก โดยสังเกตได้จากวงวนฮิสเทอรีซิสที่มีรูปร่างคล้ายกับวงรี โดยในช่วงนี้ค่า Coercive field ไม่สามารถวัดได้เนื่องจากสนามไฟฟ้าไม่สามารถทำให้โดเมนในเซรามิก PZT สามารถกลับทิศได้ จากนั้นเมื่อทำการทดสอบความล้าต่อไปเรื่อย ๆ จนถึงช่วง 3,500,000 cycles ความเครียดสะสมเนื่องจากผลการตรึงของโดเมนมีมากขึ้นจึงทำให้รอยร้าวแพร่ขยายตัวได้เร็วและมากขึ้น ส่งผลให้พื้นผิวของเซรามิก PZT เสียหายเพิ่มขึ้น และทำให้ค่าโพลาริเซชันที่วัดได้มีค่าลดลงอย่างเห็นได้ชัด โดยสามารถอธิบายได้ในรูปที่ 3.14(b) จากรูปพบว่าความเสียหายที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวอิเล็กโทรดทั้งสองด้านจะส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกรวมของเซรามิก PZT ลดลง ค่าโพลาริเซชันจึงมีการลดลงตามไปด้วย ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อมีรอยแตกหรือรอยร้าวเกิดขึ้น ซึ่งส่งผลให้เซรามิก PZT เกิดช่องว่างอากาศ รวมไปถึงมลทินซึ่งในที่นี้คือน้ำมันซิลิโคนที่ไปแทรกตัวอยู่บริเวณรอยแตกร้าวที่เกิดขึ้นบนผิวของเซรามิก PZT ส่งผลให้สภาพยอมสัมพัทธ์รวมมีค่าลดลง ซึ่งแปรผันตรงกับค่าโพลาริเซชันส่งผลทำให้ค่าโพลาริเซชันมีค่าลดลง อัตราการเกิดความล้าจึงมีค่ามาก



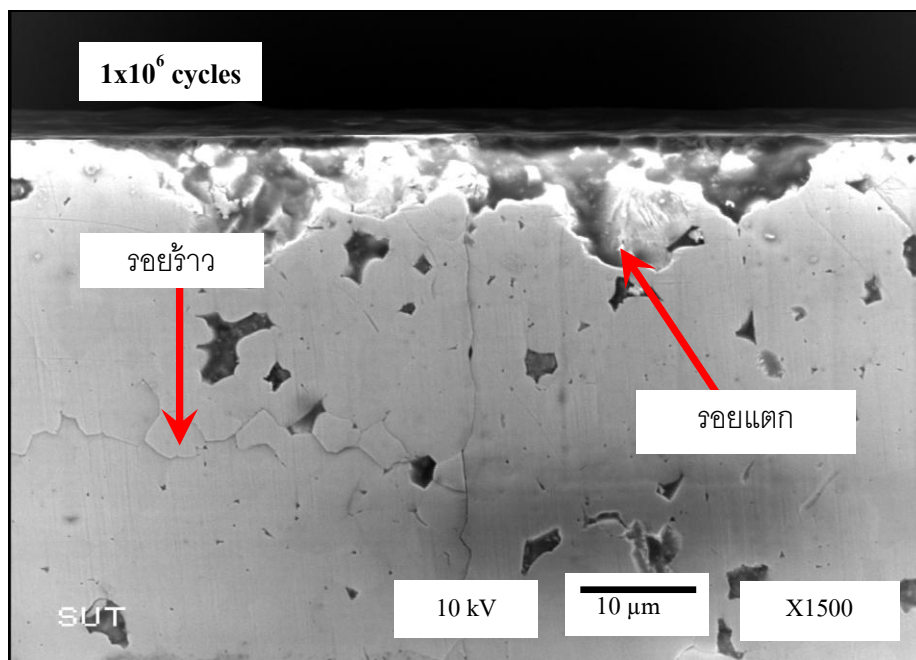
(a) พื้นผิวของเซรามิก PZT ก่อนการทดสอบความล้า



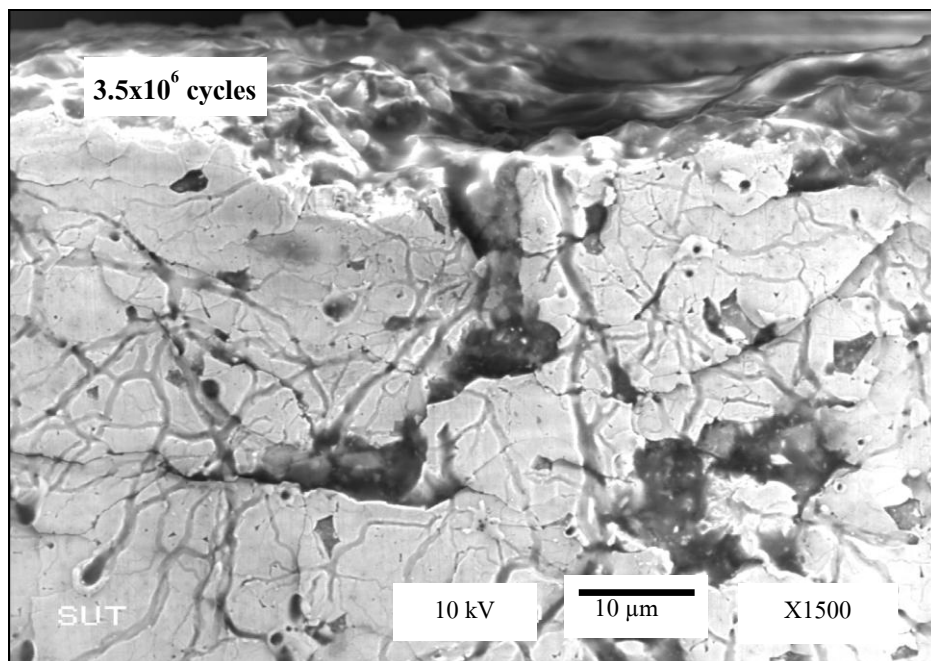
(b) พื้นผิวของเซรามิก PZT เมื่อทดสอบความล้าที่จำนวน 20, 000 cycles



(c) พื้นผิวของเซรามิก PZT เมื่อทดสอบความล้าที่จำนวน 100,000 cycles



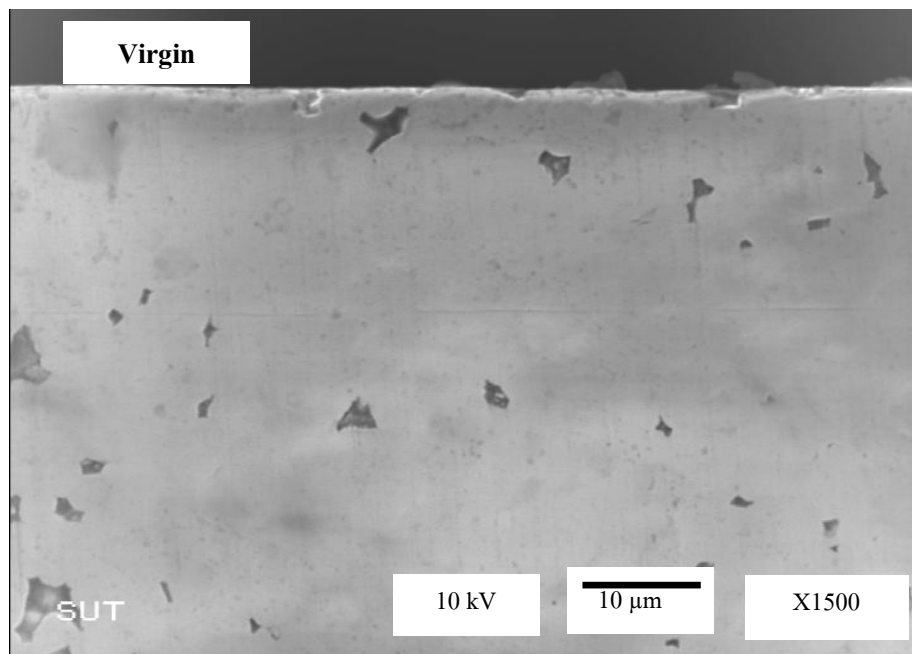
(d) พื้นผิวของเซรามิก PZT เมื่อทดสอบความล้าที่จำนวน 1,000,000 cycles



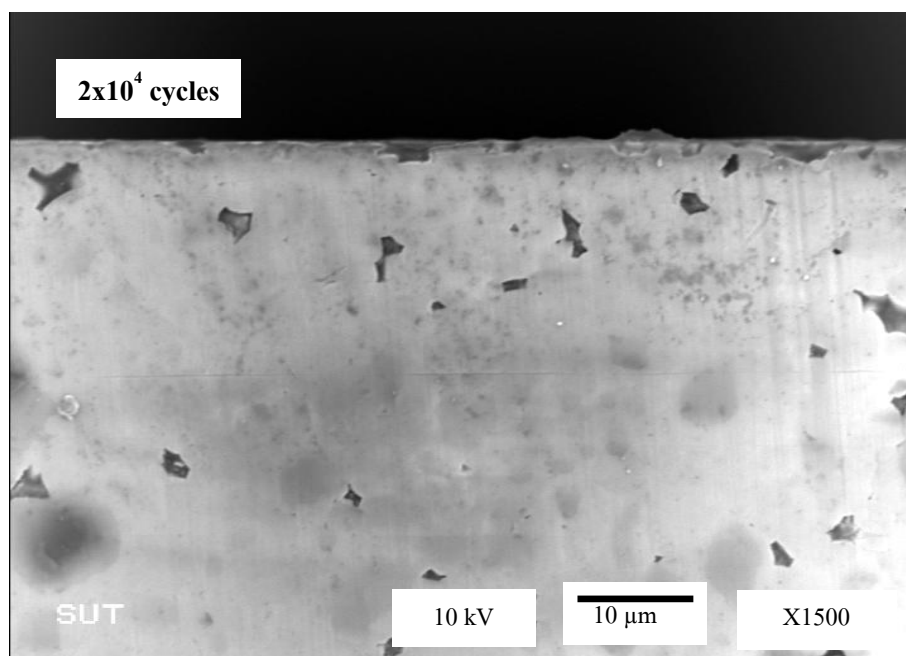
(e) พื้นผิวของเซรามิก PZT เมื่อทดสอบความล้าที่จำนวน 3,500,000 cycles

รูปที่ 5.12 (a) – (e) โครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิห้องหลังการทดสอบ

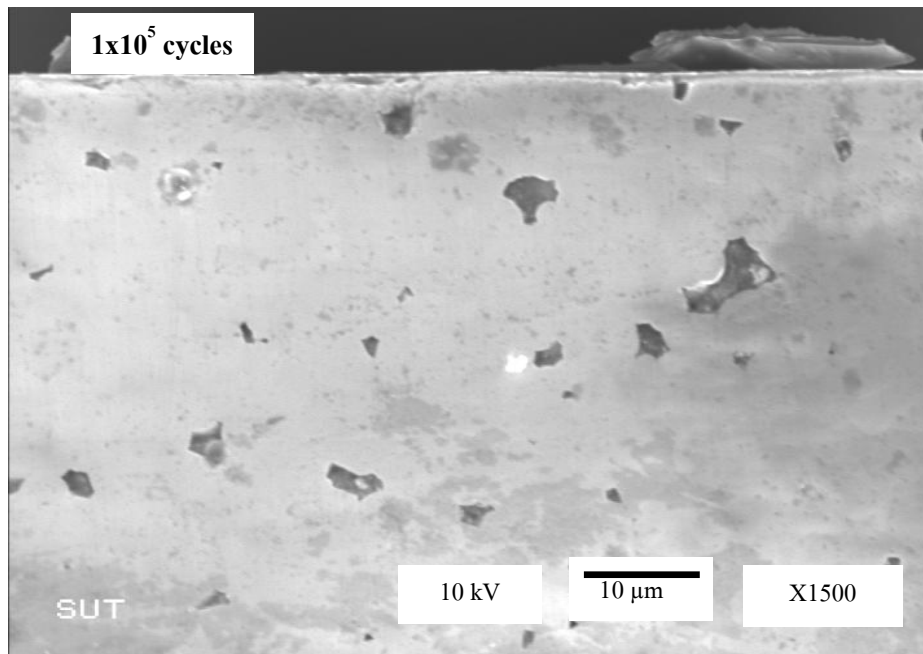
จากรูปที่ 5.13 จะสังเกตได้ว่าโครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิ 150 °C จะไม่ปรากฏความเสียหายบนเซรามิก PZT ตลอดช่วงของการทดสอบคือ 1,000 ถึง 3,500,000 cycles ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นโดเมนเปลี่ยนทิศได้ง่ายกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่ต่ำกว่า เนื่องจากพลังงานที่ใช้ในการจัดเรียงตัวมีค่าต่ำ ส่งผลให้การตรึงของผนังโดเมนจะมีค่าลดลง (เกิดยาก) ความเครียดที่เกิดขึ้นในเซรามิก PZT จึงมีค่าลดลง ทำให้เกิดรอยร้าวหรือรอยแตกของพื้นผิวได้น้อย ส่งผลให้อัตราการลดลงของโพลาริเซชันคงค้างมีค่าน้อย ส่วนค่า Coercive field มีค่าค่อนข้างคงที่ โดยสามารถอธิบายได้ในรูปที่ 3.14(c) จากรูป เมื่อทดสอบความล้าที่จำนวน 3,500,000 cycles จะเห็นว่าแทบไม่พบความเสียหายที่เกิดขึ้นบนรอยต่อวัสดุกับอิเล็กโทรดเลย ส่งผลให้สภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZT ค่อนข้างที่จะคงที่ เนื่องจากเกิดช่องว่างอากาศ และมลทินต่าง ๆ ที่น้อยมากเมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิห้อง ส่งผลให้สภาพยอมสัมพัทธ์รวมของเซรามิก PZT หลังการทดสอบมีค่าลดลงน้อยมากซึ่งใกล้เคียงกับค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZT ก่อนการทดสอบ ส่งผลให้ค่าโพลาริเซชันที่เกิดขึ้นมีค่าลดลงน้อยมาก อัตราการเกิดความล้าจึงมีค่าลดลง



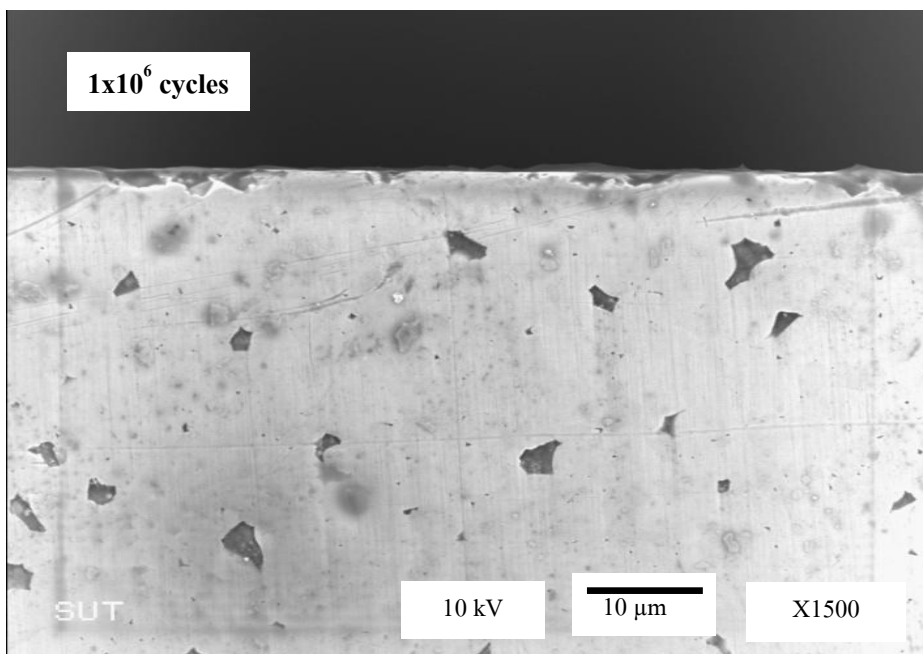
(a) พื้นผิวของเซรามิก PZT ก่อนการทดสอบความล้า



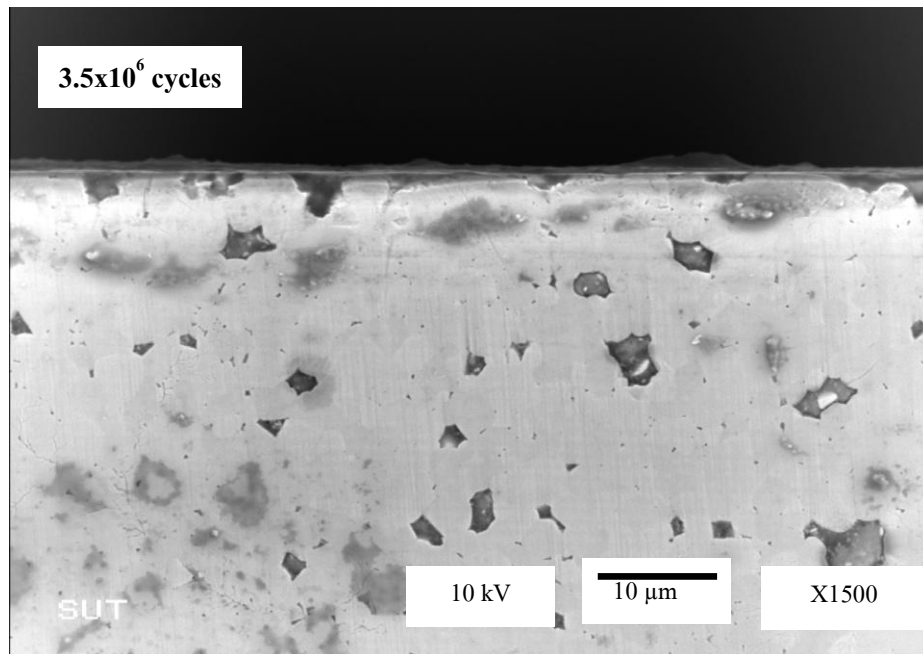
(b) พื้นผิวของเซรามิก PZT เมื่อทดสอบความล้าที่จำนวน 20,000 cycles



(c) พื้นผิวของเซรามิก PZT เมื่อทดสอบความล้าที่จำนวน 100,000 cycles



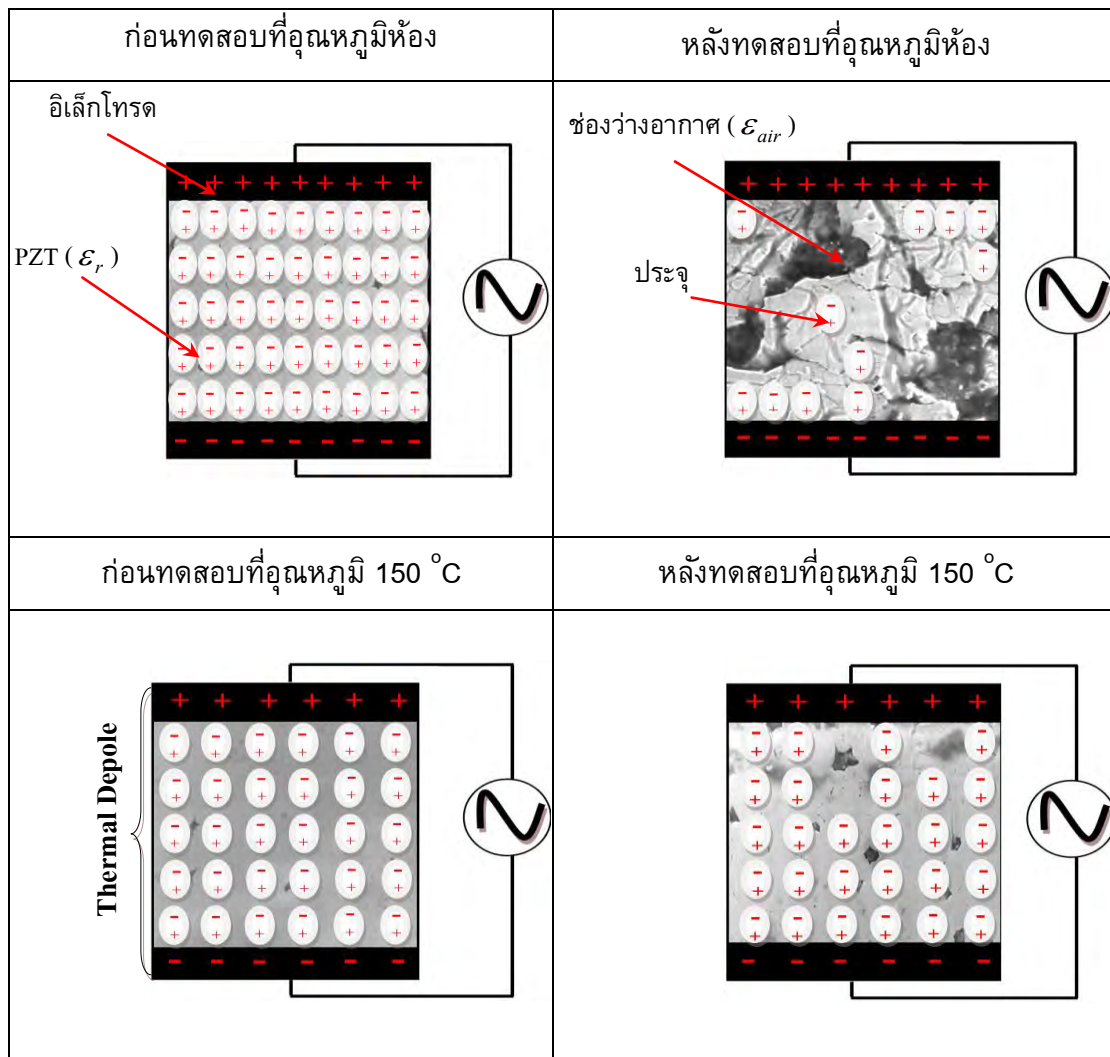
(d) พื้นผิวของเซรามิก PZT เมื่อทดสอบความล้าที่จำนวน 1,000, 000 cycles



(e) พื้นผิวของเซรามิก PZT เมื่อทดสอบความล้าที่จำนวน 3,500,000 cycles

รูปที่ 3.13(a) – (e) โครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิ 150 °C หลังการทดสอบ

ภาพแบบจำลองความเสียหายที่เกิดบนพื้นผิวอิเล็กโทรดก่อน และหลังการทดสอบที่อุณหภูมิห้อง และ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$



รูปที่ 3.14 แบบจำลองความเสียหายที่เกิดบนพื้นผิวอิเล็กโทรดก่อน และหลังการทดสอบที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$

รูปที่ 3.14 เป็นแบบจำลองความเสียหายที่เกิดบนพื้นผิวอิเล็กโทรดก่อน และหลังการทดสอบที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ แสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิห้องก่อนการทดสอบนั้น ประจุบนพื้นผิวของเซรามิก PZT นั้นมีค่ามากกว่าที่อุณหภูมิ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะเกิดการ Thermal depolarization ส่งผลให้ประจุที่พื้นผิวของเซรามิก PZT มีค่าลดลง แต่หลังการทดสอบพบว่าความเสียหายที่เกิดบนพื้นผิวอิเล็กโทรดที่อุณหภูมิห้องนั้นจะมีรอยแตกหรือรอยร้าวเกิดขึ้นเนื่องจากการทดสอบความล้า ซึ่งส่งผลให้เซรามิก PZT เกิดช่องว่างอากาศ (ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของอากาศ, $\epsilon_{air} = 1.0006$) รวมไปถึงมลทินซึ่งในที่นี่คือน้ำมัน

ซิลิคอน (ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของน้ำมันซิลิคอน, $\epsilon_{silicon} = 2.5$) ที่ไปแทรกตัวอยู่บริเวณรอยแตกร้าวที่เกิดขึ้นบนผิวของเซรามิก PZT (ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZT, $\epsilon_{PZT} = 2103$) ส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ทริกรวมมีค่าลดลงเทียบกับอุณหภูมิ 150 °C

ค่าโพลาริเซชันเป็นค่าความหนาแน่นของไดโพลโมเมนต์ในหนึ่งหน่วยปริมาตร หรือค่าของประจุต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ โดยมีค่าเท่ากับค่า D ซึ่งเป็นค่าความหนาแน่นของประจุบนพื้นผิวโดยค่า D ยังมีค่าเท่ากับ $D = \epsilon_0 \epsilon_r E$ (D คือ ความหนาแน่นของประจุบนพื้นผิวต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ ϵ_0 คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ (8.854×10^{-12} F/m) ϵ_r คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZT E คือ สนามไฟฟ้าที่ป้อนให้กับเซรามิก PZT) ดังนั้นเมื่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริกลดลง ความหนาแน่นของประจุต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่จึงมีค่าลดลงด้วย ความหนาแน่นของประจุต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ที่อุณหภูมิห้องจึงมีค่าน้อยกว่าที่อุณหภูมิ 150 °C ส่งผลให้ค่าโพลาริเซชันที่อุณหภูมิห้องมีค่าน้อยกว่าที่อุณหภูมิ 150 °C อัตราการเกิดความล้าที่อุณหภูมิห้องจึงมีค่ามากกว่าที่อุณหภูมิ 150 °C ด้วยโดยสามารถแสดงได้ดังสมการต่อไปนี้

$$P = \frac{Qd}{V} = \frac{Q}{A} \quad (3.3)$$

$$D = \frac{Q}{A} = \epsilon_0 \epsilon_r E \quad (3.4)$$

จะได้

$$\therefore P = \epsilon_0 \epsilon_r E \quad (3.5)$$

โดย Q คือ ค่าไดโพลเมนต์ หรือ ประจุบนผิวเซรามิก PZT

P คือ ค่าโพลาริเซชัน

d คือ ความหนาของเซรามิก PZT

A คือ พื้นที่ของเซรามิก PZT

V คือ ปริมาตรของเซรามิก PZT

3.5 ผลการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก PZT

สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก PZT นั้นจะทำการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (ϵ_r) และค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็ก

ตริก (d_{33}) ของเซรามิก PZT ก่อน และหลังการทดสอบความล้าทางไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่าง ๆ ซึ่งจะแสดงไว้ในตารางที่ 3.5

จากตารางที่ 3.5 เป็นการวัดสมบัติทางไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่าง ๆ จะเห็นว่าเมื่ออุณหภูมิมากขึ้นสมบัติทางไฟฟ้าจะมีอัตราการลดลงน้อยที่สุด เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิมากขึ้นจะเกิดช่องว่างอากาศ และมลทินต่าง ๆ ได้น้อยมากเมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิห้อง ส่งผลค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ค่าการเก็บประจุ รวมทั้งค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริกหลังการทดสอบมีการลดลงน้อยมาก โดยเมื่อทำการทดสอบพบว่าที่อุณหภูมิ 200 °C ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) จะมีค่า 2090 ค่าตัวเก็บประจุ (C) 570 pF และ ค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริก (d_{33}) จะมีค่า 409×10^{-12} C/N ตามลำดับ

ตารางที่ 3.5 ผลของอุณหภูมิต่อสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก PZT ก่อน และหลังการทดสอบ ความล้าทางไฟฟ้า 1,000,000 cycles

อุณหภูมิ	อุณหภูมิห้อง		50 °C		100 °C		150 °C		200 °C	
	ก่อนทดสอบ	1x10 ⁶ รอบ	ก่อนทดสอบ	1x10 ⁶ รอบ	ก่อนทดสอบ	1x10 ⁶ รอบ	ก่อนทดสอบ	1x10 ⁶ รอบ	ก่อนทดสอบ	1x10 ⁶ รอบ
ϵ_r	2103	222	2023	942	2231	1559	2114	1853	2200	2090
C(pF)	572	60	550	256	607	427	602	504	600	570
d_{33} (pC/N)	583	20	572	50	588	234	587	383	590	450

3.6 สรุป

การเสื่อมสภาพของเซรามิก PZT ที่เกิดจากการทดสอบการเกิดความล้าจากการเปลี่ยนขั้วของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิต่าง ๆ คือ อุณหภูมิห้อง 50 °C 100 °C 150 °C และ 200 °C ที่สนามไฟฟ้า 1.50 kV/mm ความถี่ 10 Hz สามารถวิเคราะห์ได้จากการศึกษาขนาดของวงวนฮีสเทอรีซิส ค่าโพลาริเซชันคงค้าง ค่า Coercive field ของวงวนฮีสเทอรีซิสที่เปลี่ยนแปลงไป การเกิดความล้าของค่าโพลาริเซชันมีความเป็นไปได้ที่จะมาจากสาเหตุ 2 ประการคือ (1) เกิดจากการตรึงของผนังโดเมนซึ่งอาจสามารถวิเคราะห์ได้จากผลของเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (2) เกิดจากความเสียหายบนผิวอิเล็กโทรดซึ่งอาจสามารถบ่งบอกได้จากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด จากผลการทดสอบพบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นอัตราการเกิดความล้าจะมีค่าลดลง โดยเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นการตรึงของผนังโดเมนเกิดได้น้อย (เกิดยาก) โดเมนสามารถกลับทิศไปตามทิศของสนามไฟฟ้าได้ง่ายส่งผลให้อัตราการลดลงของค่าโพลาริเซชันมีการลดลงน้อยมาก และไม่พบความเสียหายที่เกิดขึ้นบนรอยต่อวัสดุกับอิเล็กโทรด เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความเครียดเชิงกลบนพื้นผิวอิเล็กโทรดและตัวเซรามิก PZT มีค่าน้อย (เนื่องจากความร้อน) ดังนั้นการเกิดรอยร้าวหรือรอยแตกของพื้นผิวจึงมีน้อย ชิ้นงานเซรามิกจึงอยู่ในสภาพที่ไม่เสียหายเชิงกายภาพส่งผลให้สภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZT ก่อนข้างที่จะคงที่ เนื่องจากเกิดช่องว่างอากาศ และมลทินต่าง ๆ น้อยมากเมื่อ

เทียบกับที่อุณหภูมิห้อง ส่งผลให้ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์รวมของเซรามิก PZT หลังการทดสอบมีค่าลดลงน้อยมากซึ่งใกล้เคียงกับค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของเซรามิก PZT ก่อนการทดสอบ ส่งผลให้ค่าโพลาริเซชันที่เกิดขึ้นมีค่าลดลงน้อยมาก อัตราการเกิดความล้าจึงมีค่าลดลง ซึ่งผลดังกล่าวนี้ตรงกันข้ามกับผลการเกิดความเสื่อมสภาพและความล้าที่อุณหภูมิห้อง

บทที่ 4

สรุป

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมความล้าจากการเปลี่ยนขั้วทางไฟฟ้าของเซรามิก PZT ด้วยวิธีการให้โหลดสนามไฟฟ้ากระแสสลับแก่เซรามิก PZT โดยเริ่มจากการสร้างระบบทดสอบการเกิดความล้าของเซรามิก PZT จากนั้นทำการศึกษาพฤติกรรมความล้าของเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ในการทดสอบความล้าจากการเปลี่ยนขั้วของเซรามิก PZT เนื่องจากสนามไฟฟ้า ที่อุณหภูมิห้อง 50°C 100°C 150°C และ 200°C ที่สนามไฟฟ้า 1.50 kV/mm ความถี่ 10 Hz ที่จำนวน $1,000,000\text{ cycles}$ พบว่าผลการทดสอบสามารถตอบโจทย์สมมติฐานที่ว่าความล้าทางไฟฟ้าอาจเกิดมาจากสาเหตุหลัก 2 สาเหตุคือ ผลการตรึงของผนังโดเมน (domain pinning effect) และ ความเสียหายบนผิวอิเล็กโทรด (electrode damage surfaces) ซึ่งสามารถสรุปได้ดังต่อไปนี้

ความล้าจากการถูกตรึงของโดเมนจะส่งผลให้โดเมนบางส่วนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้เนื่องจากถูกตรึงด้วยมลทินที่มีประจุ หรือ ช่องว่างออกซิเจน ซึ่งปรากฏการณ์นี้เรียกว่า ผลการตรึงของโดเมน ส่งผลทำให้โพลาริเซชัน หรือ โดเมนภายในเซรามิก PZT ไม่สามารถเปลี่ยนทิศทางได้ตามทิศทางของสนามไฟฟ้า โดยการลดลงนี้สามารถคำนวณได้จากสมการลอการิทึม ดังแสดงในสมการที่ 3.1 การศึกษาผลของการตรึงของโดเมนต่อการเกิดความล้าทางไฟฟ้าสามารถพิจารณาได้จากลักษณะสเปกตรัมของ XRD ที่เปลี่ยนไป โดยที่ค่า Pole density ที่ได้จากการคำนวณ สะท้อนให้เห็นถึงการลดลงของความสามารถในการเปลี่ยนทิศของโดเมน การตรวจสอบความสามารถในการสลับเปลี่ยนของโดเมนในเซรามิก PZT ที่อุณหภูมิห้อง และ 150°C พบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น Pole density มีค่าค่อนข้างคงที่ในขณะที่ ค่าดังกล่าวลดลงเมื่อ PZT ถูกให้สนามไฟฟ้า ณ อุณหภูมิห้อง ทั้งนี้เนื่องจากอุณหภูมิสูงการตรึงของผนังโดเมนเกิดได้น้อย โดเมนสามารถกลับทิศไปตามทิศของสนามไฟฟ้าได้ง่าย ส่งผลให้ PZT ที่ถูกทดสอบที่อุณหภูมิสูงเกิดความล้าได้ช้ากว่าที่อุณหภูมิต่ำ

นอกจากกรณีข้างต้นแล้วความล้าทางไฟฟ้าเกิดจากความเสียหายที่เกิดบนพื้นผิวอิเล็กโทรด ส่งผลให้สนามไฟฟ้าที่ตกคร่อมเซรามิก PZT มีค่าลดลงเนื่องจากบริเวณพื้นผิวที่เสียหายทำตัวเป็นฉนวนไฟฟ้า โพลาริเซชันที่เกิดจากสนามไฟฟ้างดังกล่าวจึงมีค่าลดลงตามไปด้วย การตรวจสอบโครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดเป็นการยืนยันถึงความเสียหายที่เกิดบนพื้นผิวเซรามิก PZT ที่เกิดความล้าทางไฟฟ้า ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางกายภาพของเซรามิก PZT พบว่าที่อุณหภูมิต่ำมีความเสียหายของตัวชิ้นงานมากกว่าที่อุณหภูมิสูงทั้งนี้มีความเป็นไปได้ว่าในกรณีของเซรามิก PZT ที่ทำการทดสอบที่อุณหภูมิต่ำ เมื่อจำนวนรอบสนามไฟฟ้ามากขึ้นโดเมนบางส่วนไม่สามารถ

เคลื่อนที่ได้เนื่องจากการตรึงของโดเมนทำให้เกิดความเครียดเชิงกลสะสมที่บริเวณดังกล่าวซึ่งเป็นผลให้เกิดความเค้นในบริเวณนั้นมากจนในที่สุดทำให้เกิดรอยแตกขึ้นบริเวณอิเล็กโตรดของเซรามิก PZT ความเค้นสะสมดังกล่าวมีผลต่อการแพร่ขยายตัวของรอยร้าวจนในที่สุดส่งผลให้พื้นผิวของวัสดุเซรามิก PZT เสียหาย และทำให้ค่าโพลาไรเซชันที่วัดได้มีค่าลดลงอย่างเห็นได้ชัด ความเสียหายที่เกิดบนพื้นผิวอิเล็กโตรดทั้งสองด้านจะส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ลดลง ค่าโพลาไรเซชันจึงมีการลดลงตามไปด้วย ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อมีรอยแตกหรือรอยร้าวเกิดขึ้นเนื่องจากการทดสอบความล้า จะส่งผลให้ในเนื้อสารเกิดช่องว่างอากาศ และมลทินต่าง ๆ มีมากขึ้น ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในเนื้อสารเซรามิกมีค่าลดลง โดยค่าไดอิเล็กทริกจะแปรผันตรงกับค่าโพลาไรเซชันซึ่งจะส่งผลทำให้ค่าโพลาไรเซชันมีค่าลดลงด้วย (ดูสมการที่ 3.5 ประกอบ) ในขณะที่อุณหภูมิสูงโดเมนเปลี่ยนทิศได้ง่ายกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิต่ำเนื่องจากพลังงานที่ใช้ในการจัดเรียงตัวมีค่าน้อย ส่งผลให้การตรึงของผนังโดเมนจะมีค่าลดลง ความเครียดที่เกิดขึ้นในวัสดุเซรามิก PZT จึงมีน้อย ทำให้เกิดรอยร้าวหรือรอยแตกของพื้นผิวได้น้อย ส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT ก่อนข้างที่จะคงที่ เนื่องจากเกิดช่องว่างอากาศ และมลทินต่าง ๆ ที่น้อยมากเมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิห้อง ส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเซรามิก PZT หลังการทดสอบมีการลดลงน้อยมาก ค่าโพลาไรเซชันที่เกิดขึ้นจึงเปลี่ยนแปลงน้อยมาก ส่งผลทำให้ความล้าทางไฟฟ้าของ เซรามิก PZT ที่ทดสอบที่อุณหภูมิสูงมีค่าน้อยกว่าที่อุณหภูมิห้อง

อ้างอิง

- Brennan, C. (1998). Model of ferroelectric fatigue due to defect/domain interaction. **Ferroelectrics**. 150: 199-208
- Balke, N., Kungl, H., Granzow, T., and Lupascu, D.C. (2007). Bipolar fatigue caused by field screening in $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**. 90(12): 3869-3874
- Haertling, G.H. (1999). Ferroelectric ceramics history and technology. **Journal of the American Ceramic Society**. 82: 797 – 818
- Jones J. L., Slamovich E. B., and Bowman K. J. (2005). domain texture distributions in tetragonal lead zirconate titanate by x-ray and neutron diffraction. **Journal of Applied Physics**. 97, 034113-1 – 034113-6
- Lou, X.J., and Wang, J. (2010). Bipolar and unipolar electrical fatigue in ferroelectric lead zirconate titanate thin films: An experimental comparison study. **Physical Review**. 24: 104-108
- Pojprapai, S., Russell, J., Daniels, J. E., and Hoffman, M. (2009). Frequency effects on fatigue crack growth and growth-tip domain switching behavior in a lead zirconate titanate ceramic. **Acta Materialia**. 57(13): 3932-3940
- Pojprapai, S., Simons, H., Studer, A., Luo, Z., and Hoffman, M. (2011). Dependence on Domain Switching Behavior in Lead Zirconate Titanate Under Electrical Load via In Situ Neutron Diffraction. **Journal of the American Ceramic Society**. 94(10): 3202-3205
- Wang, Y., Wong, K.H., and Choy, C.L. (2002) . Fatigue problems in ferroelectric thin films. **Physical Review**. 191 (2): 482-488

ภาคผนวก

งานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ (ที่มี impact factor สูงในสาขาวิศวกรรมวัสดุศาสตร์ และวิศวกรรมเซรามิก) จากทุนวิจัยนี้มี 3 ผลงานซึ่งมากกว่าเป้าหมายที่ระบุไว้ในข้อเสนอโครงการ (จากที่ระบุไว้ 2 ผลงาน)

1. **Soodkhet Pojprapai**, Hugh Simons, Andrew J. Studer, Zhenhua Luo, and Mark Hoffman, *Temperature Dependence on Domain Switching Behavior in Lead Zirconate Titanate Under Electrical Load Via In Situ Neutron Diffraction*, The Journal of American Ceramic Society, **2011**; 94[10]: p. 1-4
(Impact factor = 2.272)
2. Zhenhua Luo, **Soodkhet Pojprapai**, Julia Glaum, and Mark Hoffman, *Electrical Fatigue-Induced Cracking in Lead Zirconate Titanate Piezoelectric Ceramic and Its Influence Quantitatively Analyzed by Refatigue Method*, The Journal of American Ceramic Society, **2012**.
(Impact factor = 2.272)
3. **Soodkhet Pojprapai**, Julia Glaum, *The Effect of Temperature On Bipolar Electrical Fatiguebehavior Of Lead Zirconate Titanate Ceramics*, Functional Materials Letter, **2012**; 5[3]: p. 1250027-31
(Impact factor = 2.671)

Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ (ที่มี impact factor สูงในสาขาวิศวกรรมวัสดุศาสตร์ และวิศวกรรมเซรามิก) จากทุนวิจัยนี้มี 3 ผลงานซึ่งมากกว่าเป้าหมายที่ระบุไว้ในข้อเสนอโครงการ (จากที่ระบุไว้ 2 ผลงาน)

1. **Soodkhet Pojprapai**, Hugh Simons, Andrew J. Studer, Zhenhua Luo, and Mark Hoffman, *Temperature Dependence on Domain Switching Behavior in Lead Zirconate Titanate Under Electrical Load Via In Situ Neutron Diffraction*, The Journal of American Ceramic Society, **2011**; 94[10]: p. 1-4
(Impact factor = 2.272)
2. Zhenhua Luo, **Soodkhet Pojprapai**, Julia Glaum, and Mark Hoffman, *Electrical Fatigue-Induced Cracking in Lead Zirconate Titanate Piezoelectric Ceramic and Its Influence Quantitatively Analyzed by Refatigue Method*, The Journal of American Ceramic Society, **2012**.
(Impact factor = 2.272)
3. **Soodkhet Pojprapai**, Julia Glaum, *The Effect of Temperature On Bipolar Electrical Fatiguebehavior Of Lead Zirconate Titanate Ceramics*, Functional Materials Letter, **2012**; 5[3]: p. 1250027-31
(Impact factor = 2.671)