

บทที่ 3

การทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวเป็น 3 ส่วน ส่วนแรกจะเป็นรายละเอียดของกระบวนการเตรียมสารละลายตั้งต้นของโซล-เจลสำหรับฟิล์มบาง PCT ทั้งโดยวิธีไดออลและไทรออล ในส่วนที่สองเป็นรายละเอียดของการขึ้นรูปเป็นฟิล์มบางโดยวิธีการ Spin coating และส่วนสุดท้ายอธิบายเทคนิคการวิเคราะห์ทดสอบสมบัติของสารและฟิล์ม เช่นการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของสารเริ่มต้น สารที่ได้จากปฏิกิริยา และผลพลอยได้ที่เกิดจากปฏิกิริยา การศึกษาสมบัติทางกายภาพเช่น ลักษณะทั่วไปของฟิล์ม โครงสร้างจุลภาค ขนาดเกรน ความหนาของฟิล์ม ควรเกิด Crystallization สมบัติทางไฟฟ้าเช่น เฟอร์โรอิเล็กทริก เป็นต้น

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เลดอะซีเตตไตรไฮเดรต ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0, Kanto Chemical Co., Ltd.
2. แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5, Kanto Chemical Co., Ltd.
3. ไททานเนียม ไดไอโซโพรพอกไซด์ บิส 2,4 เพนเทนไดไอโอเนต ในสารละลาย 2-โพรพานอล [$\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_2(\text{CH}_3\text{COCHCOCH}_3)_2$, (TIAA)] ความบริสุทธิ์ร้อยละ 75.0, Acros organics Co., Ltd.
4. 1,3 โพรเพนไดออล ($\text{HO}(\text{CH}_2)_3\text{OH}$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 97.0, Wako Co., Ltd.
5. 1,1,1 ทริสไฮดรอกซีเมทิลโพรเพน ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_3$) Kanto Chemical Co., Ltd.
6. กรดอะซีติก (CH_3COOH) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 100, Merck Co., Ltd.
7. เมทานอล (CH_3OH) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9, Carlo Erba Reagenti Co., Ltd.

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เตา Electromantle MA, Solid state stirrer
2. เทอร์โมมิเตอร์, เซ็มซีดยา
3. ขวดก้นกลม 3 คอ
4. Glove Box
5. ชุดการรีฟลักซ์

6. ชุดกลั่น
7. เตา hot plate พร้อมชุดควบคุมความร้อน
8. แผ่นรอง (substrate) จาก Wafer Net, INC.

WN.Part4P(100)BE43335 Resistivity Max 0.02 Ω .cm ความหนา 500-550 μ m

Epi thickness 18-22 μ m Backside Oxide

9. เครื่องทำฟิล์มบาง (spin coating) ของ CHEMAT TECHNOLOGY , Spin-Coater KW-4A ความเร็วสูงสุด 8,000 rpm
10. เครื่องวัดความเร็วรอบ
11. เตาเผาอุณหภูมิสูง Tube Furnace
12. เครื่อง X-ray diffractometer (XRD), Shimadzu Corporation รุ่น XRD-6000
13. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR, Booker Vector 33 FTIR
14. กล้อง Optical Microscope (Inverted Microscope 40S Axiovert)
15. เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope , FESEM , JOEL JSM-6304F
16. เครื่องวัด Polarization field (P-E) , RT 6000 HV

3.3 การเตรียมสารละลายโซล

3.3.1 การเตรียมโดยวิธีไดออล (Diol route)

ก่อนการเตรียมสารละลายโซลของ Pb, Ca, TiO₃ จะดำเนินการสอบเทียบปริมาณ TiO₂ ของ Titanium diisopropoxide bisacetylacetonate, (Ti(OC₃H₇)₂(CH₃COCHCOCH₃)₂ สัญลักษณ์ TIAA เป็นสารเริ่มต้น (75% ในโพรพานอล) หาปริมาณโดยการชั่งสารเริ่มต้นอย่างถูกต้องด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่งประมาณ 5 กรัมในถ้วยแพลตินัม ทำการชั่งในกล่องควบคุมบรรยากาศ (glove box) นำมาหยดด้วยสารแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 15% ที่ละลาย เพื่อทำการไฮโดรไลซ์สารเริ่มต้น จากนั้นวางถ้วยแพลตินัมในเตาอบ 90 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง ได้ผงเจลแห้ง เมาแคลไซน์ด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง นำโลหะออกไซด์ไปชั่งใน glove box ชั่งและคำนวณปริมาณของ TiO₂ ที่ได้

การหาปริมาณสารเริ่มต้น Lead acetate trihydrate, Pb(CH₃COO)₂·3H₂O หาปริมาณของ PbO โดยชั่งน้ำหนักสารเริ่มต้นมาประมาณ 5 กรัมอย่างถูกต้องในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร 3 บีกเกอร์ แต่ละบีกเกอร์ถูกละลายด้วยน้ำ 150 มิลลิลิตร ทำให้เป็นกรดด้วยกรดอะซีติกเจือจาง ขณะที่ให้ความร้อนแก่สารละลายจนเดือดเติมสารละลาย Potassium-chromate, K₂CrO₄ 4% ที่ละลาย ปล่อยให้เดือดเบา ๆ ประมาณ 10 นาที จนกระทั่งสารตก

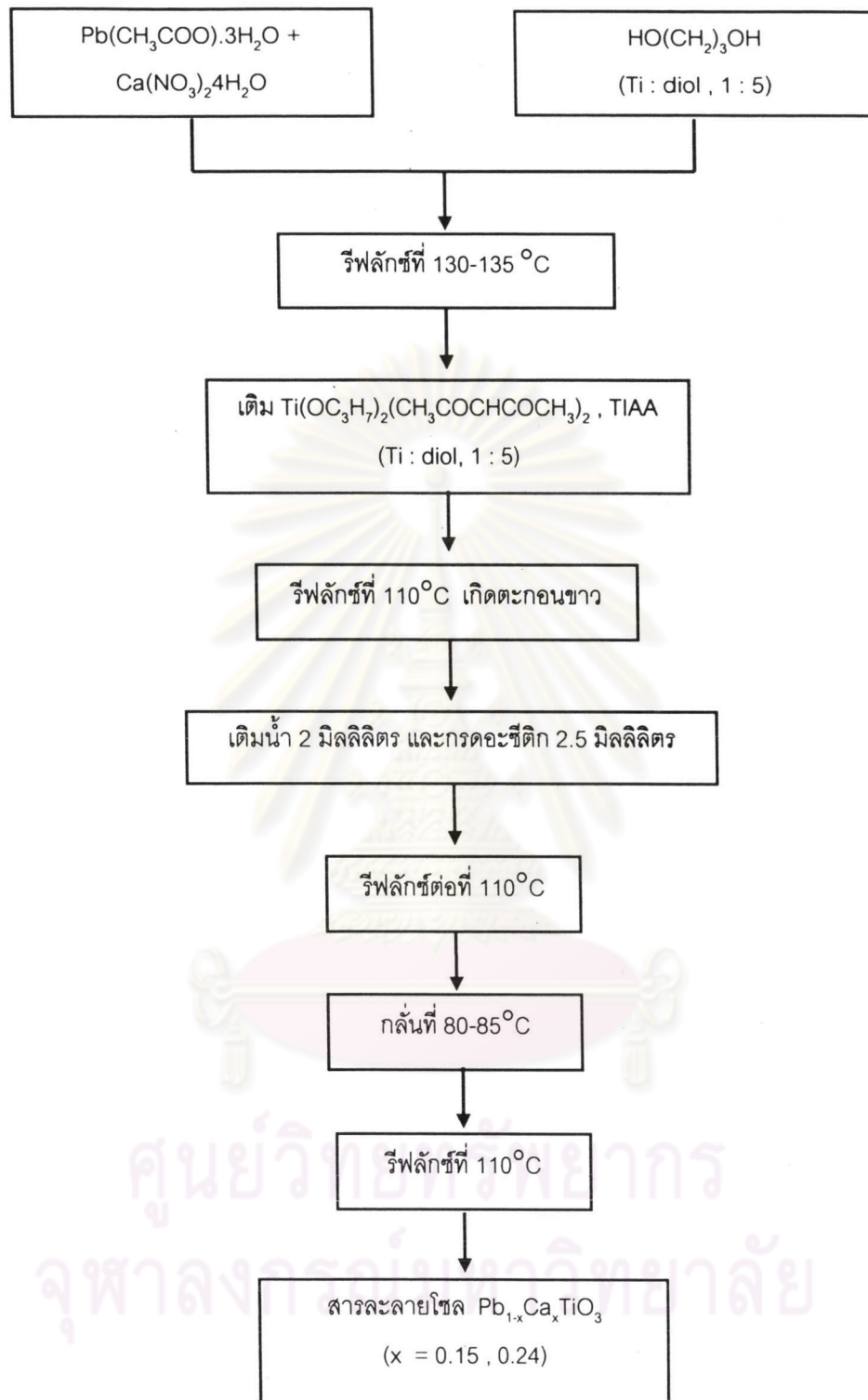
ตะกอนสมบูรณ์ กรองตะกอนที่ได้ด้วย Gooch sinter glass ล้างด้วยน้ำกลั่นที่เดือดประมาณ 100 องศาเซลเซียส นำตะกอนอบแห้งที่ 120 องศาเซลเซียส ในเตาอบจนกระทั่งน้ำหนักคงที่ ซึ่งตะกอนของ $PbCrO_4$ และหาปริมาณ PbO จากผลิตภัณฑ์ได้

การหาปริมาณ CaO ของสารเริ่มต้น calcium nitrate tetrahydrate $[Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O]$ หาได้โดยการชั่งเกลือของแคลเซียมปริมาณ 5 กรัม อย่างถูกต้องด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่งในถ้วยแพลตินัม 3 ตัวอย่าง แล้วนำไปเผาแคลไซไนในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง ผลลัพธ์ได้สารแคลเซียมออกไซด์ซึ่งเป็นสารที่ไวต่อความชื้น (hygroscopic) และไวต่อ CO_2 ดังนั้นควรชั่งน้ำหนักสารที่ได้ใน glove box การหาปริมาณอาจผิดพลาดได้เนื่องจากการ hydration ระหว่างการรอให้เย็นและการเคลื่อนย้ายไปชั่งใน glove box

การเตรียมสารละลาย Pb, Ca, TiO_3 ดำเนินการตามขั้นตอนที่รายงานโดย S. Chewasatn⁽⁴⁸⁾ (รูปที่ 3.1)

การเตรียมสารเริ่มต้นโซลของเลดแคลเซียมไททานेट โดยวิธีไดออล เตรียมโดยชั่งสารด้วยความละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่งดังนี้ สารเลดอะซีเตตไตรไฮเดรต 9.7699 กรัม สารแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต 1.0788 กรัม สาร TIAA 14.5720 กรัม และสาร 1,3 โพรเพนไดออล 11.7664 กรัม การชั่งสารเริ่มต้นทั้งหมดเป็นการเตรียมสัดส่วนทางเคมีของสาร $Pb_{0.85}Ca_{0.15}TiO_3$ การเตรียมสารสูตรอื่นจะเป็นดังในตารางที่ 3.1

สารเลดอะซีเตตไตรไฮเดรตและสารแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต ถูกชั่งไปในขวดก้นกลม 3 คอ ตามสัดส่วนโมลที่ถูกต้อง จะถูกทำละลายด้วยสาร 1,3 โพรเพนไดออลในอัตราส่วน 1 ต่อ 5 ของไทเทเนียมต่อไดออล ให้ความร้อนสารภายใต้ภาวะรีฟลักซ์ที่ประมาณ 130 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นที่ 80 องศาเซลเซียสเพื่อเติมสาร TIAA และรีฟลักซ์ต่อที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชม. แต่ขณะรีฟลักซ์เกิดการตกตะกอนขาว ทำให้สารละลายขุ่น ทำการเติมน้ำ 2 มิลลิลิตร และกรดอะซีติก 2.5 มิลลิลิตร แล้วทำการรีฟลักซ์ต่อจนครบ 3 ชั่วโมง กลั่นสารที่ได้เนื่องจากปฏิกิริยา (by product) ออกที่อุณหภูมิ $80-85^\circ C$ รีฟลักซ์อีกครั้งเป็นเวลา 30 นาทีเพื่อให้มีความสม่ำเสมอของเนื้อสารมากขึ้น



รูปที่ 3.1 การสังเคราะห์สารละลายโซลของเลดแคลเซียมไททาเนตโดยวิธีการ
โซลเจลด้วยไดออล

ตารางที่ 3.1 สัดส่วนทางเคมีของการเตรียมสารเริ่มต้น $Pb_{1-x}Ca_xTiO_3$

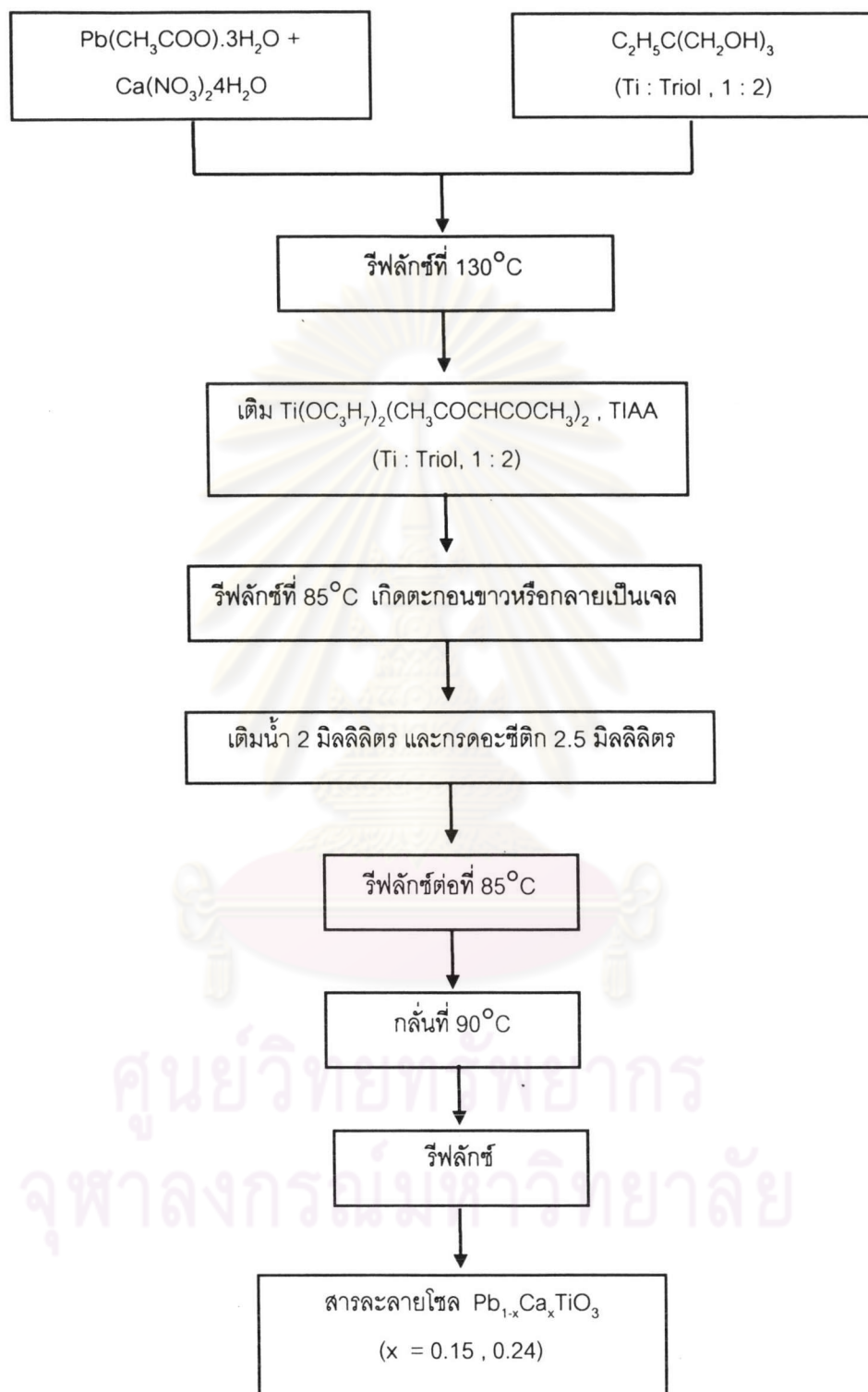
สูตรสารประกอบ	น้ำหนัก (กรัม) ต่อ 1 โมล	จำนวน โมลที่ เตรียม	น้ำหนักสารที่ใช้ (กรัม)					น้ำหนักรวม (กรัม)
			$Pb(CH_3COO)_3 \cdot 3H_2O$ น้ำหนักโมเลกุล 379.34 ความบริสุทธิ์ 99%	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ น้ำหนักโมเลกุล 236.15 ความบริสุทธิ์ 98.5%	$Ti(OC_2H_5)_2(CH_3COCHCOCH_3)_2$ น้ำหนักโมเลกุล 364.3 ความบริสุทธิ์ 75%	$HO(CH_2)_3OH$ น้ำหนักโมเลกุล 76.09 ความบริสุทธิ์ 97%	$CH_3CH_2C(CH_2OH)_3$ น้ำหนักโมเลกุล 134.18 ความบริสุทธิ์	
$Pb_{0.85}Ca_{0.15}TiO_3$	278.032	0.03	9.7699	1.0788	14.5720	11.7664	-	37.1871
$Pb_{0.76}Ca_{0.24}TiO_3$	262.992	0.03	8.7363	1.7262	14.5720	11.7664	-	36.8009
$Pb_{0.85}Ca_{0.15}TiO_3$	278.032	0.03	9.7699	1.0788	14.5720	-	8.0508	33.4715
$Pb_{0.76}Ca_{0.24}TiO_3$	262.992	0.03	8.7363	1.7262	14.5720	-	8.0508	33.0853

3.3.2 การเตรียมโดยวิธีไตรออล (Triol route)

ในการศึกษานี้การเตรียมสารโดยวิธีไตรออลได้ดัดแปลงการเตรียมจากวิธีของ Sriprang⁽⁷⁾ ดังแสดงในรูปที่ 2.11 สำหรับกระบวนการเตรียมโซลของ PCT โดยวิธีไตรออลในงานวิจัยครั้งนี้ สารตั้งต้นที่ใช้ได้มีการสอบเทียบปริมาณเช่นเดียวกับวิธีการไดออล และซังสารในสัดส่วนที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.1

สารเลดอะซีเตตไตรไฮเดรต สารแคลเซียมเตตระไฮเดรตและ 1,1,1-ทริสไฮดรอกซี-เมทิลโพรเพน ถูกชั่งในขวดก้นกลม 3 คอ ตามสัดส่วนโดยโมล อัตราส่วนโมลของสารไตรออลต่อโทเทเนียมเป็น 2 : 1 ให้ความร้อนภายใต้สภาวะรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 130°C นาน 1 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นลง 80 องศาเซลเซียส เติมน้ำ TIAA รีฟลักซ์สารทั้งหมดต่อที่อุณหภูมิ 85°C เกิดตะกอนขาวหรือสารหนืดข้นจับตัวแข็ง จึงเติมน้ำ 2 มิลลิลิตร และกรดอะซีติก 2.5 มิลลิลิตร ทำการรีฟลักซ์ต่อจนครบ 3 ชม. กลับสารที่ได้เนื่องจากปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ทำการรีฟลักซ์อีกครั้งเพื่อให้เกิดความสม่ำเสมอของเนื้อสารจนได้สารละลายตั้งต้นที่ต้องการ ดังแสดงในรูป 3.2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.2 การสังเคราะห์สารละลายโซลของเลดแคลเซียมไททาเนตโดยวิธีการโซลเจลด้วยไทรออล

3.4 การเตรียมฟิล์มบาง

ขั้นตอนการผลิตฟิล์มบางแสดงในรูป 3.4 สารตั้งต้นของฟิล์มจะถูกเคลือบบนแผ่นรองชนิดซิลิกอน 100-oriented ($\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Ti}/\text{Pt}_{(111)}$) wafers บริษัท WaferNet, Inc.) โดยใช้เครื่อง Spin coater ลักษณะของแผ่นรองมีความหนา 0.5 มิลลิเมตร ชั้นของ Ti มีความหนา 5 นาโนเมตร และชั้นของ Pt หนา 100 นาโนเมตร สำหรับการใช้งานแผ่นรองมีขนาด 1 ตารางเซนติเมตร ได้จากการขีดแผ่นรองที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 เซนติเมตรให้เป็นรอยด้วย diamond cutter แล้วหักให้มีขนาดตามต้องการ ฟิล์มที่ได้จะถูกเคลือบอยู่บนชั้นของ Pt ที่เคลือบบนแผ่นรอง

ก่อนการเคลือบ (Spin-coating) จะต้องมีการทำความสะอาดแผ่นรองตามลำดับขั้นดังนี้ แผ่นรองขนาด 1 ตร.ซม. จะถูกวางในลักษณะแนวตั้งด้วยตะแกรงแล้วทำความสะอาดโดยจุ่มในสารละลาย Trichloroethylene ด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที และล้างด้วย Acetoneเกรด HPLC เป็นเวลา 15 นาที ทำซ้ำ 3 ครั้ง จากนั้นขั้นตอนสุดท้ายล้างอัลตราโซนิกด้วยเมทานอลเกรด HPLC เช่นกัน และชะด้วยสารเมทานอลที่กรองฝุ่นด้วยเมมเบรนขนาด 0.2 ไมครอน สปินให้สารละลายออกให้หมดด้วยเครื่อง Spin coater แล้วทำให้แห้งบน hot plate ที่ประมาณ 100 องศาเซลเซียส แผ่นรองที่สะอาดจะถูกเคลือบทันทีด้วยสารละลายซิล โดยบรรจุสารในหลอดฉีดยาที่กรองด้วยเมมเบรนขนาด 0.2 ไมครอนบริเวณปลายหลอด และสปินด้วยความเร็วรอบ 1500- 5000 รอบต่อนาทีจนกระทั่งได้ความหนาของฟิล์มที่ดี โดยการสังเกตสีที่มีความสม่ำเสมอทั่วทั้งแผ่น ให้ความร้อนกับฟิล์มด้วย hot plate ที่อุณหภูมิ 80-400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที การเกิด defect ระดับมาโครและรอยแตกใด ๆ สามารถพบได้โดยใช้กล้อง Optical microscope

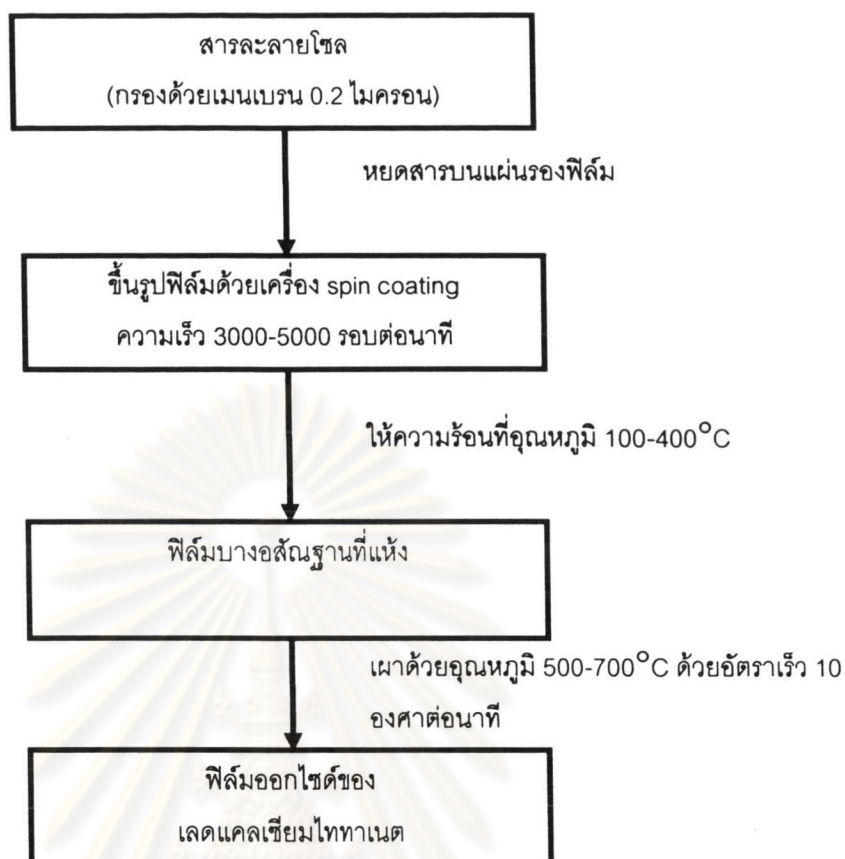
ฟิล์มจะถูกเผาที่อุณหภูมิ 400-700 องศาเซลเซียสโดยให้อัตราความร้อน 10 องศาต่ออนาที ในเตาเผาชนิดท่อควบคุมเวลาที่ใช้ในการเผา และทำในบรรยากาศปรกติโดยวางตัวอย่างในถ้วยอะลูมินา

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.3 เครื่องสำหรับทำฟิล์มบาง (Spin coater)



รูปที่ 3.4 กระบวนการทำฟิล์มบาง

3.5 การศึกษาสมบัติทางเคมี ทางกายภาพและทางไฟฟ้าของวัสดุ

3.5.1 หมู่ฟังก์ชันของสารโดยใช้เทคนิค FTIR

หมู่ฟังก์ชันของสาร สามารถจะดูดกลืนแสงในช่วงของอินฟราเรด (IR) โดยโมเลกุลของสารจะถูกกระตุ้นให้มีพลังงานสูงเพียงพอที่จะทำให้โมเลกุลเกิดการสั่น หรือหมุนเท่านั้น การดูดกลืนแสง IR ของโมเลกุลไม่เท่ากัน เมื่อแสง IR มีพลังงานพอดีทำให้เกิดการทรานซิชัน และโมเมนต์ขั้วคู่ของโมเลกุลนั้นเปลี่ยนไป แสดงว่าโมเลกุลของสารดังกล่าวมีลักษณะ IR active หากไม่มีการเปลี่ยนโมเมนต์ขั้วคู่แสดงว่าเป็น IR inactive

การตรวจวัดการดูดกลืนแสง IR ของแต่ละหมู่ฟังก์ชันทำโดยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR) รุ่น Brooker 33 FT-IR ซึ่งสามารถวัดที่ความถี่ต่าง ๆ อย่างต่อเนื่องและพลังงานแสงสูง ยังช่วยให้การวิเคราะห์มีความละเอียดและถูกต้องดีขึ้น

ในการตรวจวัดตัวอย่างของเหลวจะหยดบนเซลล์ window ชนิด ZnSe ซึ่งใช้งานได้ในช่วงเลขคลื่น (Wave number) มากกว่า $4000-600\text{ cm}^{-1}$ แล้วใช้ window อีกแผ่นประกบ นำไปใส่ใน

ช่องใส่เซลล์ และเดินเครื่อง เครื่องจะแสดงผลการวิเคราะห์เป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มแสงกับความยาวคลื่น

ส่วนตัวอย่างที่เป็นผง จะถูกนำไปใส่ในหลุม Diffuse refractant ที่มีขนาดเล็ก แล้วใช้แผ่นกระจกกดสารให้แน่นและเรียบ แล้วนำไปใส่ในที่ใส่เซลล์ ทำการวัดเครื่องแสดงผลรูปภาพเช่นกัน

สำหรับตัวอย่างซิลที่มีการเปลี่ยนแปลงทางเคมีที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส และ 300 องศาเซลเซียส เตรียมสารซิลตั้งต้นป้ายหรือเคลือบบนเซลล์ ZnSe และให้อุณหภูมิ 100 และ 300 องศาเซลเซียส เป่าด้วยลมร้อนตามอุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลา 1 นาที ก่อนนำเซลล์ไปใส่ในช่องเพื่อวิเคราะห์ ในการสอบเทียบผลของความเข้มของ IR ที่เกิดจากเซลล์ ZnSe จะนำไปหักล้างก่อนดำเนินการวิเคราะห์ ผลข้างต้นที่ได้และผล IR ที่ได้จากการวิเคราะห์แปรผลโดยการเทียบความถี่หรือ/และความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดกับหมู่ฟังก์ชันนอลมาตรฐาน⁽⁴⁸⁾

3.5.2 การศึกษาลักษณะกายภาพทั่วไปของฟิล์ม

ลักษณะพื้นผิวและความบกพร่องของฟิล์มหลังจากการทำให้แห้งที่อุณหภูมิต่ำ สามารถตรวจสอบด้วยกล้อง Optical microscope (Inverted Microscope 405 Axiovert) เพื่อดูความแตกต่างของความหนา รอยแตก การเกิดรูพรุน

3.5.3 การศึกษาลักษณะของเฟส

เฟสของสารเลดแคลเซียมไททาเนต ที่เป็นฟิล์มบางและผงจะถูกตรวจสอบโดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (Shimadzu Corporation รุ่น XRD-6000) ตัวอย่างผงถูกอัดลงในช่องของแผ่นกระจกแล้วปาดผิวหน้าให้เรียบ ส่วนฟิล์มบางจะถูกเคลือบบนแผ่นรองชนิด Si (100) และเผาที่อุณหภูมิ 400-700 องศาเซลเซียส นำมาติดบนกระจกโดยทำให้แผ่นรองขนานกับกระจก การวิเคราะห์เฟสใช้ Cu-K α radiation โดยมีค่า $\lambda = 1.5405$ อังสตรอม ความต่างศักย์ 20 kV และกระแส 30 mA ทำการตรวจสอบมุม 2θ ที่ 20 ถึง 80 องศา และนำผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบกับคาร์ดมาตรฐาน JCPDS ของสารแต่ละชนิดคาร์ดมาตรฐาน JCPDS ที่ใช้ในการวิจัยรวบรวมไว้ในภาคผนวก

เนื่องจาก Pb,CaTiO_3 มีองค์ประกอบโครงสร้างเป็นโครงสร้างเตตระโกนอล การคำนวณหาแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างเตตระโกนอลดังสมการดังนี้

$$\frac{1}{[d_{(h,k,l)}]^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

ขณะที่ $d(h,k,l)$ คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของระนาบ h,k,l

a, c คือ แลตทิซพารามิเตอร์

แลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างเตตระโกนอลคำนวณจากพีคที่ได้ของระนาบ (002) และ (200)

3.5.4 อิทธิพลความร้อนต่อการเปลี่ยนแปลงของเจล

เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ ทำให้เจลของสารเลดแคลเซียมไททานีตมีการเปลี่ยนแปลงคุณลักษณะโดยเครื่อง TGA (NETZSCH STA 409 C)

โซลถูกอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส 15 ชั่วโมงจนกลายเป็นเจล และเจลถูกนำไปตรวจสอบสมบัติโดยการให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องจนถึง 800 องศาเซลเซียสอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาต่ออนาที การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักถูกบันทึกในรูปแบบกราฟ

3.5.5 การศึกษาลักษณะของโครงสร้างจุลภาค

โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานถูกตรวจสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM) ของบริษัท JEOL รุ่น JSM-6304F SEM

ตัวอย่างฟิล์มบางที่ผ่านการเผาแล้วถูกนำไปติดบนแท่นอะลูมิเนียมสำหรับติดตัวอย่าง (stud) ด้วยเทปคาร์บอนเพื่อเป็นสื่อนำไฟฟ้า และเคลือบทองโดยวิธี Sputtering เพื่อป้องกันการเกิดประจุไฟฟ้าภายในกล้อง ลักษณะจุลโครงสร้างของพื้นผิวและความหนาของฟิล์มบางจะใช้กำลังขยายในช่วงระหว่าง 2,000-50,000 เท่า

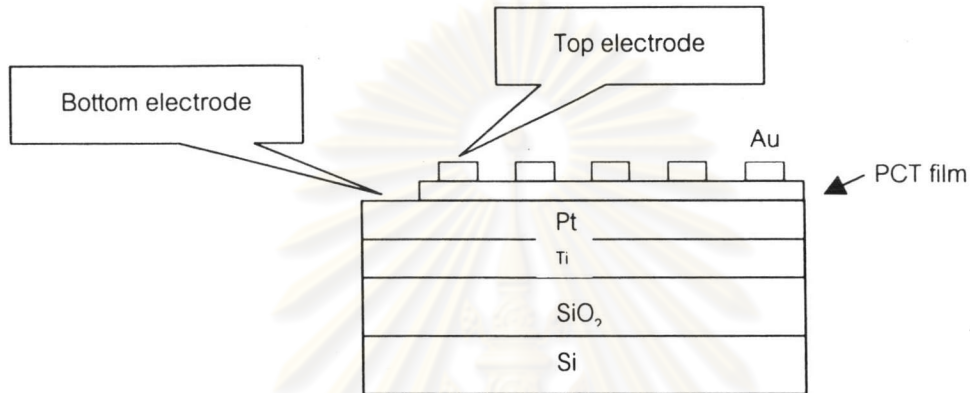
3.5.6 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุ

การวัดค่าทางไฟฟ้าของฟิล์มบางที่เคลือบบนชั้น Pt ของแผ่นรอง แพลตินัมจะทำหน้าที่เป็นขั้วอิเล็กโทรดชั้นล่าง และเป็นชั้นป้องกันการทำปฏิกิริยาระหว่างชั้นฟิล์มและแผ่นรองขั้วอิเล็กโทรดชั้นบนได้จากการ sputtering ทองบนผิวของฟิล์มที่วางด้วย mask จะให้ขนาดของจุดทองเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.4 มม. ผลลัพธ์สุทธิจะได้ชุดคาปาซิเตอร์เซรามิกฟิล์มบางของ Pt-ceramic-Au

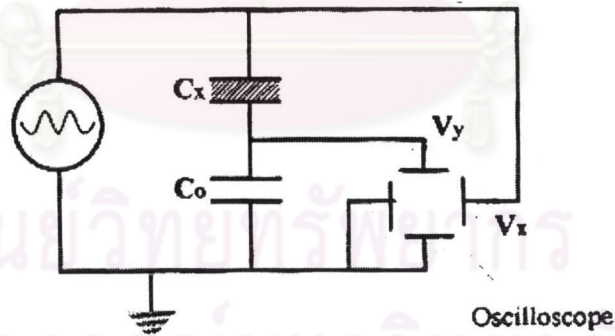
การสัมผัสขั้วอิเล็กโทรดชั้นล่างทำโดยการกัดมุมฟิล์มออกไซด์ออกโดยใช้กรด HF 10 เปอร์เซ็นต์ จนถึงชั้นแพลตินัม

การวัดค่าทางไฟฟ้าของสารเฟอร์โรอิเล็กทริก จะวัดการตอบสนองของ Polarization electric field (P-E) โดยเครื่อง RT6000 HVS, Radiant Technologies, Albuquerque, NM 87106 ด้วยระบบการวัดแบบ Sawyer Tower ที่ความถี่ 60 Hz ชิ้นตัวอย่างจะเป็นตัวเก็บประจุ (C_x) ซึ่งขั้วอิเล็กโทรดจะต่อเชื่อมกับตัวเก็บประจุมาตรฐาน (C_0) เมื่อให้กระแสไฟฟ้าสลับแก่ชิ้นตัวอย่าง V

ค่าความต่างศักย์ที่วัดคร่อมตัวเก็บประจุทั้ง C_x และ C_o (C_o หรืออาจเรียกว่า capacitance) จะลดลง ความต่างศักย์ลดลงเมื่อผ่านตัวเก็บประจุทั้งคู่ จะเชื่อมต่อกับ x-plate ของออสซิลโลสโคป และความต่างศักย์ที่วัดคร่อม C_o เป็นค่าการเก็บประจุของชิ้นงานตัวอย่าง ซึ่งแสดงใน y-plate เมื่อ $V_y = q / C_o$ ขณะที่ q คือประจุของตัวอย่าง ผลจากออสซิลโลสโคปแสดงความสัมพันธ์ระหว่างประจุที่ให้จากตัวอย่าง (แกน y) และความต่างศักย์ที่ให้แกตัวอย่าง (แกน x) อย่างไรก็ตาม การวัดด้วยระบบนี้จะไม่ใช้ความต่างศักย์ที่สูง



รูปที่ 3.5 ภาพตัดขวางของชิ้นงานที่จะทดสอบค่าทางไฟฟ้า



รูปที่ 3.6 วงจร Sawyer-Tower