สัญญาเลขที่ RM สวอ.นผ.3/2555
การศึกษาทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยอุณหภูมิต่ำโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม และการดูดกลืนในช่วงรังสีอินฟราเรด

รายงานในช่วงวันที่ 1 พฤษภาคม 2555 – 2 มกราคม 2556

1. การดำเนินงาน

การวิจัยในครั้งนี้ได้ เน้นการศึกษาทับทิมที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่ำ โดยใช้ กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) และการดูดกลืนในช่วงรังสีอินฟราเรด ซึ่งมีการวิเคราะห์เปรียบเทียบร่วมกับลักษณะทางกายภาพและมลทิน ผลการวิเคราะห์ทางเคมี และเครื่องมือขั้นสูงชนิดอื่นๆ เพื่อใช้เป็นฐานข้อมูลประกอบการตรวจสอบทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพโดยการเผาที่อุณหภูมิต่ำ

2.รายนามคณะผู้วิจัย

ผศ. ดร. พรสวาท วัฒนกูล หัวหน้าโครงการ
นางวิลาวัณย์ อติชาติ ที่ปรึกษาโครงการ
รศ. ดร. วิสุทธิ์ พิสุทธอานนท์ ที่ปรึกษาโครงการ
นายบุญทวี ศรีประเสริฐ ที่ปรึกษาโครงการ
ผศ.ดร. จักรพันธ์ สุทธิรัตน์ ที่ปรึกษาโครงการ
นายทนง ลีลาวัฒนสุข นักวิจัย
ดร. สมฤดี สาธิตคุณ นักวิจัย
นายณัฐพงศ์ โมนฤมิตร นักวิจัย
นายธนพงษ์ เหลืออัมพร นักวิจัย
นางสาว ชนิกานต์ สงวนพันธุ์ นักวิจัย
นางสาวอุมาพร ปลายระหาร นักวิจัย
นางสาวฐิตินันท์ จันทร์ตระกูล นักวิจัย
นางมนฤดี ไชยภักษา นักวิจัยและเลขานุการ
นางสาวเสริมรักษ์ อิงคะวณิช นักวิจัยและผู้ช่วยเลขานุการ

3. ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยประจำปี พ.ศ. 2555 จำนวนเงิน 1,000,000.00 บาท

4. ระยะเวลาทำการวิจัย 8 เดือน เริ่มทำการวิจัยเมื่อ 1 พฤษภาคม พ.ศ. 2555

5. รายละเอียดเกี่ยวกับผลงานความก้าวหน้าของงานวิจัย

5.1 วัตถุประสงค์ของโครงการ

เพื่อใช้เทคนิคขั้นสูงของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมและสมบัติทางสเปกโทรสโ กปี เป็นฐานข้อมูลประกอบการตรวจสอบทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพโดยการเผาที่อุณหภูมิต่ำ

5.2 ตารางแสดงเปรียบเทียบผลการดำเนินงานตามแผนการดำเนินงานวิจัยที่เสนอไว้

แผนการดำเนินงาน	กิจกรรม	ผลการดำเนินงาน
• รวบรวมข้อมูลเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง	• ค้นคว้าและรวบรวมข้อมูลเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย	• มีข้อมูลเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย ในด้านเครื่องมือวิจัย วิธีวิจัย และตัวอย่างอัญมณี
• เลือกและจัดหาตัวอย่างพลอยคอรันดัมจากแหล่งที่น่าสนใจอย่างน้อย 2 แหล่ง เพื่อทดลองเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ	• จัดหาตัวอย่างพลอยคอรันดัมอย่างน้อย 2 แหล่ง	• มีตัวอย่างพลอยคอรันดัม 2 แหล่ง ได้แก่ ทับทิมแหล่งมองซู และทับทิมแหล่งโมแซมบิค และมีตัวอย่างทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพในท้องตลาดโดยผู้ประกอบการเอกชน มาใช้เพื่อการวิเคราะห์เปรียบเทียบ
• ตรวจสอบสมบัติพื้นฐานของอัญมณี และจัดทำระเบียน	• นำตัวอย่างคอรันดัมตรวจสอบสมบัติพื้นฐาน และจัดทำระเบียน	• ตรวจสอบสมบัติพื้นฐาน และจัดทำระเบียนตัวอย่างที่ศึกษาวิจัย
• เตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาด้วยเครื่องมือขั้นสูง และ AFM	• เตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาด้วยเครื่องมือขั้นสูง และ AFM	• เตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาด้วยเครื่องมือขั้นสูง และ AFM โดยการตัดแบ่ง ขัด ล้าง ด้วยวิธีเฉพาะด้าน

● ศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพ ทางแสงโดยใช้เครื่องมือขั้นสูง เช่น Raman, FTIR, UV-Vis-NIR และทางเคมีเพื่อหาปริมาณธาตุร่องรอยในตัวอย่างพลอย โดย LA-ICP-MS และ/หรือ EDXRF	● ศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพ ทางแสงโดยใช้เครื่องมือขั้นสูง และทางเคมี	● มีผลการศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพ ทางแสงโดยใช้เครื่องมือขั้นสูง ได้แก่ FTIR, UV-Vis-NIR และทางเคมีโดยใช้ LA-ICPMS
● ศึกษาพื้นผิวของตัวอย่างก่อนทดลองปรับปรุงคุณภาพ ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM) ทดลองปรับปรุงคุณภาพ และศึกษาลักษณะปรากฏ	● วิเคราะห์พื้นผิวของตัวอย่างด้วยด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ทดลองปรับปรุงคุณภาพและศึกษาลักษณะปรากฏ	● มีผลการศึกษาพื้นผิวของตัวอย่างทับทิมจากทั้ง 2 แหล่ง ก่อนการปรับปรุงคุณภาพด้วยเครื่อง AFM ● ปรับปรุงคุณภาพตัวอย่างทับทิมธรรมชาติจากทั้ง 2 แหล่ง โดยการเผาในสภาวะที่ใช้ออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 800 $^{\circ}$C, 1200 $^{\circ}$C และ 1650 $^{\circ}$C โดยใช้ระยะเวลาการเผา 1 ชั่วโมง
● ศึกษาพื้นผิวของตัวอย่างหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพ ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM)	● วิเคราะห์พื้นผิวของตัวอย่างหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM)	● มีผลการศึกษาพื้นผิวของตัวอย่างหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพ ด้วยเครื่อง AFM ● มีผลการศึกษาพื้นผิวด้วยเครื่อง AFM ของตัวอย่างทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพในท้องตลาดโดยผู้ประกอบการเอกชน มาเพื่อใช้ในการวิเคราะห์เปรียบเทียบ
● วิเคราะห์ตัวอย่างภายหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพด้วยเครื่องมือขั้นสูง บางชนิด เช่น Raman, FTIR และ UV-Vis-NIR	● วิเคราะห์ตัวอย่างภายหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพด้วยเครื่องมือขั้นสูง บางชนิด เช่น Raman, FTIR และ UV-Vis-NIR	● มีผลวิเคราะห์ตัวอย่างภายหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพด้วยเครื่องมือขั้นสูง FTIR และ UV-Vis-NIR
● ศึกษาและวิเคราะห์เปรียบเทียบโดยใช้เครื่องมือขั้นสูงบางชนิดกับสถาบันต่าง ๆ ทั้งในและหรือต่างประเทศ	● มีผลการศึกษาและวิเคราะห์เปรียบเทียบโดยใช้เครื่องมือขั้นสูงบางชนิดกับสถาบันต่าง ๆ ทั้งในและหรือต่างประเทศ	● ศึกษาและวิเคราะห์เปรียบเทียบโดยใช้เครื่องมือขั้นสูงในประเทศ ได้แก่ จากมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ และสถาบันอัญมณีฯ เป็นต้น

● วิเคราะห์และประเมินผลการวิจัย	● วิเคราะห์และประเมินผลการวิจัย	● มีผลการวิเคราะห์ วิจัย
● สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัยและเขียนรายงานฉบับสมบูรณ์	● สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัยและเขียนรายงานฉบับสมบูรณ์	● สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัยและเขียนรายงานฉบับสมบูรณ์
● เผยแพร่ผลงานวิจัยในระดับนานาชาติ	● เผยแพร่ผลงานวิจัยในระดับนานาชาติ	● มีการเผยแพร่ผลงานวิจัยในระดับนานาชาติ ในรูปแบบบรรยาย 1 หัวข้อ

5.3 ผลการดำเนินงานวิจัยโดยสรุป

โครงการ การศึกษา ทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยอุณหภูมิต่ำโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมและการดูดกลืนในช่วงรังสีอินฟราเรด ในโครงการวิจัยนี้ คณะผู้วิจัยฯได้คัดเลือกตัวอย่างทับทิมจากแหล่ง Mong Hsu ประเทศ Myanmar และทับทิมจากแหล่ง Montepuez ประเทศ Mozambique เพื่อศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงของพื้นผิวและการดูดกลืนในช่วงรังสีอินฟราเรดของตัวอย่างภายหลังผ่านการปรับปรุงคุณภาพโดยการเผาในสภาวะที่มีออกซิเจน ที่อุณหภูมิต่ำ (800 และ 1200 °C) และที่อุณหภูมิสูง (1650 °C) โดยใช้ระยะเวลาการเผาอุณหภูมิละ 1 ชั่วโมง เพื่อใช้เป็นฐานข้อมูลในการจำแนกทับทิมที่ไม่ผ่านการเผา ออกจากทับทิมที่ผ่านการเผาในแต่ละอุณหภูมิได้

ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมของตัวอย่างทับทิมจากแหล่ง Mong Hsu และ Mozambique ซึ่งทดลองปรับปรุงคุณภาพโดยการเผาในสภาวะที่มีออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 800 °C, 1200 °C และ 1650 °C ระยะเวลาการเผา 1 ชั่วโมง พบว่าตัวอย่างจากทั้งสองแหล่งได้ผลการศึกษาตรงกันซึ่งพบว่าตัวอย่างหลังเผาจะมีค่าเฉลี่ยความสูงของ atomic step และค่าเฉลี่ย RMS roughness เพิ่มขึ้น อีกทั้งยังพบความคมชัดของขอบ step (step edges) ที่ชัดเจนมากขึ้นโดยจะเห็นชัดเมื่อผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงที่ 1650 °C จะพบว่าบางตัวอย่างจะมีลักษณะรูปแบบของ step (step pattern) ที่ชัดเจนมากขึ้นด้วย ทั้งนี้ค่าความสูงของ step และค่า RMS หากอยู่ในหน้าผลึกที่ต่างกันก็จะให้ค่าที่แตกต่างกันด้วย

นอกจากนี้ได้นำตัวอย่างทับทิมจากแหล่ง Montepuez, Mozambique ที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพในท้องตลาดโดยผู้ประกอบการเอกชน มาศึกษาสภาพพื้นผิวด้วยเครื่องมือ AFM ในเปรียบเทียบในสภาวะก่อนเผา และหลังเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C และ 1450 °C ระยะเวลาการเผา 12 ชั่วโมง พบว่าตัวอย่างที่ผ่านการเผามีค่าเฉลี่ยความสูงของ step มากกว่าตัวอย่างที่ไม่ผ่านการเผา ความคมชัดของขอบ step จะพบได้ชัดเจนในตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่ 1450 °C เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่

ไม่ผ่านการเผา และในตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่ 1450 °C บางตัวอย่างจะพบว่ามีรูปแบบของ atomic step ที่ชัดเจนมากขึ้นอีกด้วย

จากผลการวิเคราะห์สเปกตรัมการดูดกลืนในช่วงรังสีอินฟราเรดของตัวอย่างทับทิมจากแหล่ง Mong Hsu และแหล่ง Mozambique พบว่าสเปกตรัมจากทั้งสองแหล่งมีรูปแบบที่คล้ายคลึงกัน กล่าวคือจะพบการดูดกลืนของ boehmite (2130 cm^{-1}) และ diaspore (1996 cm^{-1}) อย่างชัดเจนในตัวอย่างทับทิมที่ไม่ผ่านการเผา จากนั้นเมื่อนำตัวอย่างมาเผาในสภาวะที่มีออกซิเจนที่อุณหภูมิ 800 °C, 1200 °C และ 1650 °C ตามลำดับ โดยใช้ระยะเวลาการเผาอุณหภูมิละ 1 ชั่วโมง พบว่า การดูดกลืนที่ตำแหน่งดังกล่าวนั้นค่อยๆลดลงที่อุณหภูมิ 800 °C และไม่ปรากฏหลังเผาที่อุณหภูมิ 1200 °C โดยที่อุณหภูมินี้มีการปรากฏของ –Ti-OH (3309 cm^{-1}) และ –V-OH (3237 cm^{-1}) อย่างเห็นได้ชัด จากนั้นเมื่อนำตัวอย่างไปเผาที่อุณหภูมิ 1650 °C พบว่า ความเข้มของการดูดกลืนของ –Ti-OH น้อยลง รวมทั้งไม่ปรากฏการดูดกลืนของ –V-OH อีกด้วย เนื่องจากความร้อนที่อุณหภูมิสูงได้เข้าทำลายพันธะระหว่าง –Ti-OH และ –V-OH บางส่วนไป ขณะที่การดูดกลืนของ –CH (2855 และ 2925 cm^{-1}) นั้นมีปรากฏอยู่เสมอไม่ว่าจะเผาด้วยอุณหภูมิใดก็ตาม สำหรับการดูดกลืนของ CO_2 (2345 cm^{-1}) นั้นพบว่าในตัวอย่างทับทิมที่ผ่านการเผาจะมีการดูดกลืนให้เห็นชัดเจนขึ้นเล็กน้อย เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างทับทิมที่ยังไม่ผ่านการเผา ทั้งนี้ได้ควบคุมทิศทางในการวิเคราะห์สเปกตรัม โดยวิเคราะห์ในทิศทางขนานกับแกน c เท่านั้น ส่วนสเปกตรัมการดูดกลืนในช่วงรังสีอินฟราเรดของทับทิมจากท้องตลาดที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพโดยผู้ประกอบการเอกชน พบว่า ตัวอย่างที่ไม่ผ่านการเผานั้นไม่พบการดูดกลืนของ boehmite และ diaspore และเมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C และ 1450 °C อุณหภูมิละ 12 ชั่วโมง ผลปรากฏว่าไม่พบ absorption peak ของ –Ti-OH ที่ตำแหน่ง 3309 cm^{-1} จึงสันนิษฐานได้ว่าการดูดกลืนที่ตำแหน่ง 3309 cm^{-1} น่าจะมีความสัมพันธ์กับแร่ boehmite และ diaspore ที่มีอยู่ในพลอยทับทิมที่ไม่ผ่านการเผานั่นเอง

จากผลการวิเคราะห์สเปกตรัมการดูดกลืนในช่วง UV-Vis-NIR ของตัวอย่างทับทิมธรรมชาติจากแหล่ง Mong Hsu และแหล่ง Mozambique พบว่า ทั้ง 2 แหล่งมีการดูดกลืนของ Cr^{3+} (405, 555 และ 693 nm) คล้ายคลึงกันไม่ว่าจะผ่านการเผา หรือไม่ก็ตาม แต่พบว่าขอบของการดูดกลืน (absorption edge) จะแคบลงในตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น อีกทั้งตัวอย่างยังมีความใสเพิ่มขึ้นอีกด้วยทั้งนี้เป็นผลมาจากการละลายของมลทินในเนื้อพลอยทับทิม อันเนื่องมาจากความร้อนสูงนั่นเอง

จากผลการศึกษาที่ได้ทั้งลักษณะพื้นผิวและการดูดกลืนในช่วงรังสีอินฟราเรด พบว่ามีความสอดคล้องกัน มีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกัน สามารถนำมาประยุกต์ใช้ร่วมกัน เพื่อใช้เป็น

ฐานข้อมูลในการจำแนกทับทิมที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่ำ (800 และ 1200 °C) ทับทิมที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง (1650 °C) และทับทิมที่ไม่ผ่านการเผาออกจากกันได้

5.4 การเผยแพร่ผลงานวิจัย

ได้ร่วมส่งผลงานในรูปแบบบรรยาย (oral presentation) เพื่อเสนอในการประชุมระดับนานาชาติ 34th International Geological Congress (IGC) AUSTRALIA 2012 ณ เมือง Brisbane ประเทศ Australia ระหว่างวันที่ 5-10 สิงหาคม 2555 ในหัวข้อ Indication of low temperature heating in Mozambique ruby samples by AFM and FTIR

5.5 คำชี้แจงเกี่ยวกับปัญหาและหรืออุปสรรค

- เครื่องมือทางสเปกโทรสโกปีของหน่วยวิจัยอยู่ในระหว่างการซ่อมบำรุง จึงทำให้ต้องไปใช้เครื่องมือในสถานที่อื่นส่งผลให้เกิดความล่าช้าในงานวิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรสวาท วัฒนกูล

หัวหน้าโครงการ

12 มีนาคม 2556