การเปลี่ยนแปลงมลทินระดับไมโคร-นาโนเมตร ภายหลังการเผาในพลอยคอรันดัม
รายงานสรุปผลการดำเนินงานของโครงการ

รายงานในช่วงวันที่ เดือนกุมภาพันธ์ พ.ศ. 2552 ถึง เดือนกุมภาพันธ์ พ.ศ. 2553

1. การดำเนินงาน

การศึกษาการเปลี่ยนแปลงมลทินระดับไมโคร-นาโนเมตร ภายหลังการเผาในพลอยคอรันดัม ในครั้งนี้ ได้คัดเลือกตัวอย่างคอรันดัมจากแหล่งต่างๆ ได้แก่ ทับทิม แหล่ง Mong Hsu จากประเทศ Myanmar ทับทิม แหล่ง Luc Yen จากประเทศ เวียดนาม ทับทิม แหล่ง Guinea และ แซปไฟร์ จากประเทศศรีลังกา มาศึกษามลทินในระดับไมโคร-นาโน เมตร ที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงสีในตัวอย่างภายหลังการเผา ทั้งนี้ มีการทดลองเผาในอุณหภูมิ และเวลาที่ต่างกัน มีการศึกษาสมบัติทางกายภาพ ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือขั้นสูงด้าน spectroscopy ประกอบการวิจัยในครั้งนี้

2.รายนามคณะผู้วิจัย

ผศ. ดร. พรสวาท วัฒนกูล หัวหน้าโครงการ
นาง วิลาวัณย์ อติชาติ ที่ปรึกษาโครงการ
รศ. ดร. วิสุทธิ์ พิสุทธอานนท์ ที่ปรึกษาโครงการ
นายบุญทวี ศรีประเสริฐ ที่ปรึกษาโครงการ
ผศ.ดร. จักรพันธ์ สุทธิรัตน์ ที่ปรึกษาโครงการ
นาย ทนง ลีลาวัฒนสุข นักวิจัย
ดร. พงศกร จันทร์รัตน์ นักวิจัย
พ.ท. ดร. พิศุทธิ์ ดารารัตน์ นักวิจัย
อาจารย์ สรพงศ์ พงศ์กระพันธุ์ นักวิจัย
นายณัฐพงศ์ โมนฤมิตร นักวิจัย
นางสาวขนิษฐา ใจจ้อง นักวิจัยสมทบ
นางสาวประจุพร มณีรัตนสาร นักวิจัยสมทบ
นางสาวมนฤดี ถาวรมงคลกิจ นักวิจัยและเลขานุการ
นางสาวเสริมรักษ์ อิงคะวณิช นักวิจัยและผู้ช่วยเลขานุการ

3. ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยประจำปี พ.ศ. 2552 จำนวนเงิน 1,840,000.00 บาท

4. ระยะเวลาทำการวิจัย 9 เดือน เริ่มทำการวิจัยเมื่อ กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2552

5. รายละเอียดเกี่ยวกับผลงานความก้าวหน้าของงานวิจัย

5.1 วัตถุประสงค์ของโครงการ

เพื่อให้มีองค์ความรู้ใหม่ในระดับลึกที่สามารถบ่งชี้ถึงลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างและมลทินแร่ในขนาดที่เล็กมาก ระดับไมโครถึงนาโนเมตร ในโครงสร้างของพลอยคอรันดัม ที่สามารถนำมาอธิบายลักษณะปรากฏ และกระบวนการที่เกิดขึ้นหลังจากการเผาของพลอยคอรันดัมแหล่งต่างๆ ได้

5.2 ตารางแสดงเปรียบเทียบผลการดำเนินงานตามแผนการดำเนินงานวิจัยที่เสนอไว้

กิจกรรมตามแผน	**ผลที่คาดว่าจะได้รับ (ตามแผน)**	**ผลการดำเนินงาน**
● รวบรวมข้อมูลเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง	● มีข้อมูลเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย	● มีข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย ในรูปแบบเอกสารเชิงวิชาการ
● เลือกและจัดหาตัวอย่างพลอยคอรันดัมจากแหล่งที่น่าสนใจเพิ่มเติม อย่างน้อย 2 แหล่ง	● มีตัวอย่างพลอยคอรันดัมอย่างน้อย 2 แหล่ง	● มีตัวอย่างพลอยคอรันดัมจากแหล่ง Mong Hsu จากประเทศ Myanmar ทับทิม แหล่ง Luc Yen จากประเทศเวียดนาม ทับทิม แหล่ง Guinea และ แซปไฟร์ จากประเทศศรีลังกา
● ตรวจสอบสมบัติพื้นฐานของอัญมณี เตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาด้วยเครื่องมือขั้นสูง	● นำตัวอย่างคอรันดัมตรวจสอบสมบัติพื้นฐาน และเตรียมตัวอย่าง	● ตรวจสอบสมบัติพื้นฐานและจัดทำระเบียนตัวอย่าง มีการวางแผนเตรียมตัวอย่าง ตัดและขัด เพื่อเตรียมวิจัย
● เตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาด้วยเครื่องมือขั้นสูง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ SEM และ TEM	● เตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาด้วยเครื่องมือขั้นสูง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ SEM และ TEM	● มีการเตรียมตัวอย่าง ขัดตัวอย่างขนาดบางประมาณ 20-30 μm เพื่อศึกษาด้วย TEM และ ขัดตัวอย่าง และ coat ตัวอย่าง เพื่อศึกษา SEM, EPMA

• ศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพทางแสงโดยใช้เครื่องมือขั้นสูง เช่น FTIR, UV-Vis-NIR และเคมีเพื่อหาปริมาณธาตุร่องรอยในตัวอย่างพลอยโดย LA-ICP-MS	• วิเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้เครื่องมือขั้นสูง เช่น FTIR, UV-Vis-NIR และเคมีเพื่อหาปริมาณธาตุร่องรอยในตัวอย่างพลอย	• วิเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้เครื่องมือขั้นสูง เช่น FTIR, UV-Vis-NIR • มีการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ diamond view
• ทดลองปรับปรุงคุณภาพ ศึกษาลักษณะปรากฏ จากการเปลี่ยนแปลงของลักษณะโครงสร้างและมลทินขนาดเล็กวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบ SEM และ TEM	• ทดลองปรับปรุงคุณภาพ ศึกษาลักษณะปรากฏ จากการเปลี่ยนแปลงของลักษณะโครงสร้างและมลทินขนาดเล็กวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบ SEM และ TEM	• มีการทดลองปรับปรุงคุณภาพ โดยการเผาตัวอย่างในอุณหภูมิและเวลาที่ต่างกัน เพื่อศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลง และลักษณะปรากฏ วิเคราะห์โดยเครื่องมือขั้นสูง เปรียบเทียบก่อนและหลังเผา
• ศึกษาธรณีวิทยาแหล่งพลอยที่สำคัญ	• ศึกษาธรณีวิทยาแหล่งพลอยที่สำคัญ	• มีผลการศึกษาธรณีวิทยาแหล่งพลอยคอรันดัมจาก Mong Hsu ประเทศ Myanmar, ทับทิม แหล่ง Luc Yen ประเทศ เวียดนาม , ทับทิม แหล่ง Guinea และแซปไฟร์ ประเทศศรีลังกา
• ศึกษาและวิเคราะห์เปรียบเทียบโดยใช้เครื่องมือขั้นสูงในสถาบันต่าง ๆ ในต่างประเทศ	• ศึกษาและวิเคราะห์เปรียบเทียบโดยใช้เครื่องมือขั้นสูงในสถาบันต่าง ๆ ในต่างประเทศ	• มีการศึกษาและวิเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้เครื่องมือจากสถาบันต่างๆ ทั้งในและต่างประเทศ
• วิเคราะห์และประเมินผลการวิจัย	• วิเคราะห์และประเมินผลการวิจัย	• วิเคราะห์และประเมินผลการวิจัย
• สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัยและเขียนรายงานฉบับสมบูรณ์	• สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัยและเขียนรายงานฉบับสมบูรณ์	• รายงานฉบับสมบูรณ์
• เผยแพร่ผลงานวิจัยในระดับนานาชาติ	• เผยแพร่ผลงานวิจัยในระดับนานาชาติ	• อยู่ในระหว่างดำเนินการ

5.3 ผลการดำเนินงานวิจัยโดยสรุป

การศึกษาลักษณะโครงสร้างมลทินระดับไมโคร-นาโน ในพลอยคอรันดัมครั้งนี้ ได้คัดเลือกและจัดเตรียมตัวอย่างทับทิมแกนดำแหล่ง Mong Hsu, ประเทศ Myanmar รวมไปถึงตัวอย่างทับทิมจากแหล่ง Luc Yen ประเทศ Vietnam และตัวอย่างทับทิมจากแหล่ง Guinea เพื่อนำมาใช้ศึกษาเปรียบเทียบ รวมไปถึงตัวอย่างแซปไฟร์สีชุ่นจากแหล่ง Sri Lanka ที่นำมาศึกษาเพิ่มเติม

จากการศึกษาในตัวอย่างทับทิมแหล่ง Mong Hsuนั้น พบว่า แกนสีดำ (dark core) ที่เกิดจากความบกพร่องในโครงสร้างระดับไมโคร-นาโนเมตรนั้นจะเป็นลักษณะเฉพาะของทับทิมจากแหล่งนี้ โดยแกนสีดำดังกล่าวจะวางตัวอยู่ในระนาบขนานกับแกนผลึกตรงบริเวณส่วนกลางของตัวอย่าง นอกจากนี้ยังพบลักษณะของส่วนที่เป็นสีน้ำเงิน (blue patch หรือ blue sector) อีกด้วย ทั้งนี้เมื่อศึกษาลักษณะมลทินภายในพบว่าตรงบริเวณแกนสีดำจะพบรอยแตกและหลุมขนาดเล็ก (micro fissures) และ micro pit อยู่จำนวนมาก จัดว่าเป็นความบกพร่องของโครงสร้างระดับไมโคร-นาโนเมตร (micro-nano defect) ของตัวอย่างทับทิมจากแหล่งดังกล่าวซึ่งมีความแตกต่างอย่างเห็นได้ชัดกับตัวอย่างจากแหล่ง Luc Yen กล่าวคือ ในตัวอย่างจากแหล่ง Luc Yen แทบจะไม่พบแกนสีดำแต่อย่างใด แต่จะพบลักษณะของ blue patch - sector เป็นหย่อมๆอย่างชัดเจน

พบแร่มลทิน Ti – Cr phase,calcite, dolomite และ micro pits ชนิดกลม ซึ่งอาจจะเกิดจาก fluid spills ที่ถูกกักเก็บไว้ในขณะที่ทับทิมมองซูกำลังเกิดเป็นรูปผลึก และใน micro pits ยังได้พบแร่ rutile ในลักษณะของแท่งขนาดเล็กแยกตัวออกอยู่ในหลุมขนาดเล็กดังกล่าวด้วย

ในการศึกษานี้ได้มีการทดลองเผาตัวอย่างทับทิมจากแหล่ง Mong Hsu และ Luc Yen ในสภาวะที่ใช้ออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 800°C, 1200°C และ 1650°C โดยใช้ระยะเวลาการเผา 1 ชั่วโมง พบว่า เมื่อผ่านการเผาที่ 800°C ลักษณะของ dark core และ blue patch ยังคงอยู่ แต่เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น ลักษณะของ dark core และ blue patch จะค่อยๆจางลง เกิดผลึกแร่สีขาวบนผิวของตัวอย่างในบริเวณดังกล่าว ซึ่งเมื่อพิจารณาจากการเรืองแสงด้วย diamond view พบว่า ผลึกสีขาวที่เกิดขึ้นจะมีการเรืองแสงสีฟ้าในขณะที่ตรงบริเวณอื่นของตัวอย่างทับทิมจะเรืองแสงสีแดงปนส้มและจะสังเกตเห็นโครงสร้างภายในใต้ผิวซึ่งแสดงให้เห็นการงอกของผลึกอย่างชัดเจน นอกจากนี้ผลของการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้ตัวอย่างทับทิมมีความใสขึ้น และเกิด healing fissures เพิ่มมากขึ้นทั่วบริเวณตัวอย่างอีกด้วย

เมื่อพิจารณาในส่วนของ Spectroscopy พบว่า รูปแบบการดูดกลืนของคลื่นแสงในช่วง Infrared ในตัวอย่างที่ไม่ผ่านการเผาของพลอยแหล่ง Mong Hsu จะ ไม่พบการดูดกลืนของรังสี IR ในตำแหน่ง 3309 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึง Al-O-OH stretching แต่จะพบการดูดกลืนในช่วงที่แสดงตำแหน่งของ boehmite และ diaspore ในตำแหน่ง 2123 และ 1992 cm^{-1} มาก และส่วนที่เป็นบริเวณ dark core มีการดูดกลืนของคลื่นแสงในตำแหน่งอื่นๆ น้อย เมื่อเทียบกับบริเวณ red rim ทั้งนี้เป็นผลเนื่องมาจากตัวอย่างมีรอยแตกมากและทึบแสง ซึ่งแสดงให้เห็นว่า defect มีผลต่อการดูดกลืนคลื่นแสงในช่วง Infrared ของตัวอย่างทับทิม ต่อจากนั้นเมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่า เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800°C จะยังไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างเด่นชัด ยังไม่มีการปรากฏของ -O-H stretching ส่วน boehmite และ diaspore ยังปรากฏอยู่จนกระทั่งนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1200°C และ 1650°C จะเกิดการเปลี่ยนแปลงได้ชัดเจน โดยจะพบการดูดกลืนของคลื่นแสงในตำแหน่ง 3309 cm^{-1} ที่อุณหภูมิ 1200 °C และ 1650 °C ในขณะเดียวกันจะไม่พบการดูดกลืนในตำแหน่งของ boehmite และ diaspore อีกต่อไปตั้งแต่ที่อุณหภูมิ1200°C

ส่วนรูปแบบการดูดกลืนรังสี UV-Vis-NIR ของตัวอย่างทับทิมจากแหล่ง Mong Hsu และ Luc Yen พบว่า มีความแตกต่างอย่างเห็นได้ชัดในการดูดกลืนในย่าน UV กล่าวคือตรงบริเวณ dark core (black zone) จะมีช่วงแถบการดูดกลืนที่ค่อนข้างกว้างเมื่อเทียบกับ ตรงบริเวณอื่น โดยที่ตรงบริเวณ blue patch (blue zone) มีแถบการดูดกลืนกว้างเล็กน้อย ส่วนบริเวณ red rim (red zone) มีแถบการดูดกลืนที่แคบ ซึ่งเป็นผลเนื่องจากจำนวนมากน้อยของ defect ที่พบในบริเวณนั้นๆ และ defect ยังส่งผลต่อคุณสมบัติความโปร่ง (transparency) ของตัวอย่างทับทิมอีกด้วย

จากผลการศึกษาแซปไฟร์สีขุ่นจากแหล่ง Sri Lanka ด้วยกล้องจุลทรรศน์ พบว่าในตัวอย่างก่อนเผาจะพบแถบสีน้ำตาลสองแถบทำมุม 60/120 องศา มีมลทินขนาดเล็ก

ประมาณ 50 μm เช่น rutile silk, rutile needle, fluid phase inclusion (healing fissures) เป็นต้น วางตัวกระจัดกระจายอยู่ในพลอย หลังจากเผาแล้วจะพบว่าบริเวณแถบสีน้ำตาลได้หายไปบางส่วน และเปลี่ยนเป็นแถบสีน้ำเงินบางส่วน แสดงว่าแถบสีน้ำตาลแถบอื่นๆเป็นมลทินที่ไม่มีส่วนทำให้เกิดสีพลอย และได้ละลายไประหว่างการเผา อีกทั้งการเผายังทำให้มลทินขนาดเล็กเช่น rutile structure, cloud of blue and white dotted particle เป็นต้น เรียงตัวเป็นแนวให้เห็นเป็นแถบสีฟ้าอ่อน ชนิดของแร่มลทินขนาดเล็กที่มีอยู่ในพลอยแหล่งนี้ก่อนเผา เช่น rutile (TiO_2) หรือ geikielite ($MgTiO_3$) และ hematite (Fe_2O_3) ที่ทำให้พลอยมีสีขุ่นก่อนเผา และที่มีอิทธิพลต่อการเกิดสีน้ำเงินหลังจากการเผา ซึ่งความเข้มสีขึ้นอยู่กับ equilibrium state ของการละลายของแร่เหล่านั้น จึงส่งผลให้ยังคงมี rutile (TiO_2) ที่ละลายไม่หมดหลังเผาให้เห็นเป็นจุดสีขาว สำหรับแร่มลทินชนิดอื่น เช่น quatz, magnesium mica, spinel ได้ละลายไประหว่างการเผาซึ่งทำให้พลอยมีความใสขึ้น สำหรับ zircon ($ZrSiO_4$) หลังเผายังคงอยู่แต่ปรากฏ tension disc รอบๆ ในส่วนของแก๊ซเฟสที่อยู่ในผลึกใส (fluid inclusion) เปลี่ยนรูปไปเป็นแผ่นดำ ตามรูปร่างของผลึกใสนั้นๆ นั่นคือส่วนที่เป็น carbon bubble ได้กลายเป็น carbon sheet

จากการศึกษาตัวอย่างแซปไฟร์สีขุ่นแหล่ง Sri Lanka เมื่อผ่านการเผาโดยใช้ก๊าซไนโตรเจนที่ 1650°C พบว่าตัวอย่างพลอยมีความใสมากขึ้นอันแสดงถึงความสะอาดมากขึ้นในเนื้อพลอย ทั้งนี้มีการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวสังเกตได้จากมลทินขนาดไมโคร-นาโนเมตร เช่น rutile, ilmenite, spinel, ulvospinel and apatite ที่เกิดการละลายตัวในเนื้อพลอย และทำให้สีเข้มขึ้น โดยการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน ของ Fe^{2+}, Ti^{4+} ซึ่งเป็นผลมากจากการเผาให้ความร้อน และยังทำให้เกิดการละลายของ apatite ใน alumino silicate มีผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงลักษณะบนผิวพลอย

5.4 คำชี้แจงเกี่ยวกับปัญหาและหรืออุปสรรค

- เครื่องมือทางสเปกโทรสโคปีของหน่วยวิจัยอยู่ในระหว่างการซ่อมบำรุงส่งผลให้เกิดความล่าช้าในงานวิจัย

(ลงชื่อ).....หัวหน้าโครงการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรสวาท วัฒนกูล)

มีนาคม 2553