สัญญาเลขที่ RM 37_1/2553

การศึกษาพื้นผิวอัญมณีระดับไมโคร-นาโนเมตรด้วยเทคนิคขั้นสูง
เพื่อสนับสนุนการตรวจวิเคราะห์

รายงานในช่วงวันที่ 15 เดือนมีนาคม – 31 มกราคม 2553

1. การดำเนินงาน

การวิจัยในครั้งนี้ได้ เน้นการศึกษาและพัฒนาการตรวจสอบพื้นผิวของอัญมณีในระดับไมโคร-นาโนเมตร โดยใช้เครื่องมือขั้นสูงชนิด Atomic force microscope (AFM) ซึ่งสามารถวิเคราะห์พื้นผิววัสดุในบริเวณไม่กี่ไมโครเมตรและ/หรือนาโนเมตรในโครงสร้างระดับอะตอม ถึงลักษณะทั่วไปของพื้นผิวอัญมณี ความเปลี่ยนแปลงหรือความบกพร่องที่เกิดขึ้น เพื่อนำมาอธิบายถึงปรากฏการณ์ต่างๆ ทั้งที่เกิดขึ้นโดยธรรมชาติและจากการปรับปรุงคุณภาพ โดยมีการวิเคราะห์เปรียบเทียบร่วมกับเครื่องมือด้านสเปกโตรสโคปี ทางเคมี และเครื่องมือขั้นสูงชนิดอื่นๆ เป็นข้อมูลประกอบ

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. วิวัฒน์ วงศ์ก่อเกื้อ นักวิจัย
อาจารย์ สรพงศ์ พงศ์กระพันธุ์ นักวิจัย
ดร. สมฤดี สาธิตคุณ นักวิจัย
ดร. พงศกร จันทร์รัตน์ นักวิจัย
พ.ท. ดร. พิศุทธิ์ ดารารัตน์ นักวิจัย
นายณัฐพงศ์ โมนฤมิตร นักวิจัย
นายธนพงษ์ เหลืออัมพร นักวิจัย
นางสาวปางทิพย์ ฟุ้งธรรมสาร นักวิจัย
นางสาวมนฤดี ถาวรมงคลกิจ นักวิจัยและเลขานุการ
นางสาวเสริมรักษ์ อิงคะวณิช นักวิจัยและผู้ช่วยเลขานุการ

3. ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยประจำปี พ.ศ. 2552 จำนวนเงิน 1,940,000.00 บาท

4. ระยะเวลาทำการวิจัย 10 เดือน เริ่มทำการวิจัยเมื่อ 15 มีนาคม พ.ศ. 2553

5. รายละเอียดเกี่ยวกับผลงานความก้าวหน้าของงานวิจัย

5.1 วัตถุประสงค์ของโครงการ

เพื่อทดลองใช้เทคนิคขั้นสูงของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม ในการตรวจสอบพื้นผิวอัญมณีระดับไมโคร-นาโนเมตร เพื่อประยุกต์ใช้ตรวจสอบและสนับสนุนการตรวจวิเคราะห์อัญมณีต่อไป

5.2 ตารางแสดงเปรียบเทียบผลการดำเนินงานตามแผนการดำเนินงานวิจัยที่เสนอไว้

ระยะเวลา	กิจกรรม	ผลการดำเนินงาน
● รวบรวมข้อมูลเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง	● มีข้อมูลเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย	● มีข้อมูลเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย ในด้านเครื่องมือวิจัย วิธีวิจัย และตัวอย่างอัญมณี
● เลือกและจัดหาตัวอย่างพลอยคอรันดัมจากแหล่งที่น่าสนใจอย่างน้อย 2 แหล่ง เพื่อทดลองเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ	● มีตัวอย่างพลอยคอรันดัมอย่างน้อย 2 แหล่ง	● มีตัวอย่างพลอยคอรันดัม 2 แหล่ง ได้แก่ ทับทิมแหล่งมองซู และทับทิมแหล่งโมแซมบิค และมีตัวอย่างคอรันดัมสังคราะห์เพื่อการวิเคราะห์เปรียบเทียบ
● ตรวจสอบสมบัติพื้นฐานของอัญมณี และจัดทำระเบียน	● นำตัวอย่างคอรันดัมตรวจสอบสมบัติพื้นฐาน และจัดทำระเบียน	● ตรวจสอบสมบัติพื้นฐาน และจัดทำระเบียนตัวอย่างที่ศึกษาวิจัย
● เตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาด้วยเครื่องมือขั้นสูง และ AFM	● เตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาด้วยเครื่องมือขั้นสูง และใช้เครื่องมือ AFM	● เตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาด้วยเครื่องมือขั้นสูง และใช้เครื่องมือ AFM โดยการตัดแบ่ง ขัด ล้างด้วยวิธีเฉพาะด้าน

• ศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพ ทางแสงโดยใช้เครื่องมือขั้นสูง เช่น Raman, FTIR, UV-Vis-NIR และทางเคมี เพื่อหาปริมาณธาตุร่องรอยในตัวอย่างพลอย โดย LA-ICP-MS และ/หรือ EDXRF	• ศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพ ทางแสงโดยใช้เครื่องมือขั้นสูง และทางเคมี	• ศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพ ทางแสงโดยใช้เครื่องมือขั้นสูง ได้แก่ FTIR, UV-Vis-NIR และทางเคมี โดยใช้ EDXRF
• วิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM)ทดลองปรับปรุงคุณภาพ ศึกษาลักษณะปรากฏ	• วิเคราะห์ตัวอย่างด้วยด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ทดลองปรับปรุงคุณภาพ ศึกษาลักษณะปรากฏ	• วิเคราะตัวอย่าง Synthetic ที่ผ่านการเผาด้วยอุณหภูมิต่างๆ เพื่อศึกษาแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของพื้นผิวของตัวอย่าง ด้วยเครื่อง AFM • ปรับปรุงคุณภาพตัวอย่างทับทิมธรรมชาติ โดยการเผาในสภาวะที่ใช้ออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 800°C, 1200°C และ 1650°C โดยใช้ระยะเวลาการเผา 1 ชั่วโมง
• ศึกษาพื้นผิวของตัวอย่างก่อนและหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพ ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM)	• มีผลการศึกษาพื้นผิวของตัวอย่างก่อนและหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพ ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM)	• มีผลการศึกษาพื้นผิวของตัวอย่างก่อนและหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพ ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM) • มีผลการศึกษาพื้นผิวด้วยเครื่อง AFM ของตัวอย่างภายหลังการเจียรไนก่อนและหลังการเผาที่อุณหภูมิต่างกัน
• วิเคราะห์ตัวอย่างภายหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพด้วยเครื่องมือขั้นสูง บางชนิด เช่น Raman, FTIR, UV-Vis-NIR และทางเคมี	• วิเคราะห์ตัวอย่างภายหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพด้วยเครื่องมือขั้นสูง บางชนิด เช่น Raman, FTIR, UV-Vis-NIR และทางเคมี	• วิเคราะห์ตัวอย่างภายหลังทดลองปรับปรุงคุณภาพด้วยเครื่องมือขั้นสูง FTIR, UV-Vis-NIR และ EDXRF

• ศึกษาและวิเคราะห์เปรียบเทียบโดยใช้เครื่องมือขั้นสูงบางชนิดกับสถาบันต่าง ๆ ทั้งในและหรือต่างประเทศ	• มีผลการศึกษาและวิเคราะห์เปรียบเทียบโดยใช้เครื่องมือขั้นสูงบางชนิดกับสถาบันต่าง ๆ ทั้งในและหรือต่างประเทศ	• ศึกษาและวิเคราะห์เปรียบเทียบโดยใช้เครื่องมือขั้นสูงในประเทศ ได้แก่ จาก มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, สถาบันอัญมณีฯ และ สถาบันแสงซินโครตรอน เป็นต้น
• วิเคราะห์และประเมินผลการวิจัย	• วิเคราะห์และประเมินผลการวิจัย	• มีผลการวิเคราะห์ วิจัย
• สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัยและเขียนรายงานฉบับสมบูรณ์	• สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัยและเขียนรายงานฉบับสมบูรณ์	• สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัยและเขียนรายงานฉบับสมบูรณ์
• เผยแพร่ผลงานวิจัยในระดับนานาชาติ	• เผยแพร่ผลงานวิจัยในระดับนานาชาติ	• มีการเผยแพร่ผลงานวิจัยในระดับนานาชาติ ในรูปแบบโปสเตอร์ 4 หัวข้อ

5.3 ผลการดำเนินงานวิจัยโดยสรุป

งานวิจัยในหัวข้อ การศึกษาพื้นผิวอัญมณีระดับไมโคร-นาโนเมตรด้วยเทคนิคขั้นสูง เพื่อสนับสนุนการตรวจวิเคราะห์ ในครั้งนี้ ได้คัดเลือกตัวอย่างทับทิมแหล่ง Mong Hsuประเทศ Myanmar และทับทิมแหล่ง Montepuez ประเทศ Mozambique เพื่อศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงของพื้นผิวของตัวอย่างภายหลังผ่านการปรับปรุงคุณภาพโดยการเผาในสภาวะที่มีออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 800°C, 1200°C และ 1650°C โดยใช้ระยะเวลาการเผา 1 ชั่วโมง ทั้งนี้จากการศึกษาเบื้องต้นเพื่อศึกษาความเป็นไปได้ และแนวโน้มของการศึกษาในตัวอย่าง พลอยคอรันดัมสังเคราะห์ ที่ผ่านการขัดเจียระไนหน้าเรียบ ซึ่งผลการศึกษาพลอยคอรันดัมสังเคราะห์ก่อนและหลังจากเผาที่อุณหภูมิสูง ในบรรยากาศออกซิเจน พบว่าผิวตัวอย่าง หลังเผาที่อุณหภูมิสูง มีการเปลี่ยนแปลงสภาพไปจากเดิมอย่างสิ้นเชิง จากตัวอย่างที่ยังไม่ผ่านการขัด ก่อนเผาสภาพพื้นผิวจะไม่พบขั้นบันไดที่เป็นระเบียบ ภายหลังการเผาที่อุณหภูมิ 1650 °C พบสภาพพื้นผิวเป็นขั้นบันไดหน้าเรียบ สูงประมาณ 100 นาโนเมตร และมีเหลี่ยมมุมที่ชัดเจน

ผลการศึกษาเปรียบเทียบกับตัวอย่างทับทิมธรรมชาติจากแหล่ง Mong Hsu และ Mozambique ทดลองปรับปรุงคุณภาพโดยการเผาในสภาวะที่ มีออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 800°C, 1200°C และ 1650°C ระยะเวลาการเผา 1 ชั่วโมง พบว่าตัวอย่างทับทิมธรรมชาติก่อนนำไปขัดเจียระไนหน้าเรียบที่ผ่านการเผาปรับปรุงคุณภาพมีแนวโน้มค่าความสูงของ atomic step มากขึ้น ทำให้เห็น atomic step ได้ชัดเจนมากขึ้น และค่าของ RMS roughness ส่วนใหญ่ในตัวอย่างหลังเผาจะมีค่ามากขึ้นกว่าก่อนการเผา ส่วนความหนาแน่นของ atomic step ในตัวอย่างหลังเผาจะมีมากขึ้นกว่าตัวอย่างก่อนเผา

การศึกษาสภาพพื้นผิวด้วยเครื่องมือ AFM ในตัวอย่างทับทิมที่ผ่านการเจียระไนเปรียบเทียบในสภาวะก่อนเผา และหลังเผาที่อุณหภูมิ 800°C, 1200°C และ 1650°C พบว่าลักษณะของ step edge จะเห็นได้ชัดเจนมากขึ้น และมีความสูงของ step เพิ่มขึ้น ส่วนค่า RMS roughness มีค่าที่ใกล้เคียงกัน โดยที่คุณภาพของการเจียระไนมีผลต่อค่าของ RMS roughness คือการเจียระไนที่มีคุณภาพต่ำ จะทำให้ภาพพื้นผิวมีรอยขีดข่วนมาก และเห็น step ไม่เป็นรูปแบบที่ชัดเจน และทำให้ค่า RMS มีค่าสูงและมีค่าความเบี่ยงเบนมากขึ้นเช่นกัน

จากผลการวิเคราะห์สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของตัวอย่างทับทิมธรรมชาติแหล่ง Mong Hsu และแหล่ง Mozambique พบว่ามีความคล้ายคลึงกัน กล่าวคือจะพบการดูดกลืนของ boehmite และ diaspore อย่างชัดเจน ในตัวอย่างที่ไม่ผ่านการเผา แต่ในทางกลับกันเมื่อนำตัวอย่างมาเผาในสภาวะที่ใช้ออกซิเจน พบว่า การดูดกลืนที่ตำแหน่งดังกล่าวหายไป อีกทั้งยังพบการดูดกลืนของ OH/CH และ O-H stretching เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงสุดที่ 1650 °C อีกด้วย ในส่วนตัวอย่างทับทิมสังเคราะห์นั้น พบว่ามีความแตกต่างจากทับทิมธรรมชาติ โดยจะไม่พบการดูดกลืนของ O-H stretching ในตัวอย่างที่ผ่านการเผา และหลังการเผามีการดูดกลืนของ CO_2 มากขึ้น

จากผลการวิเคราะห์สเปกตรัมการดูดกลืนในช่วง UV-Vis-NIR ของตัวอย่างทับทิมธรรมชาติจากแหล่ง Mong Hsu และแหล่ง Mozambique พบว่า ทั้ง 2 แหล่งมีการดูดกลืนของ Cr^{3+} คล้ายคลึงกันไม่ว่าจะผ่านการเผา หรือไม่ก็ตาม แต่พบว่าขอบของการดูดกลืน (absorption edge) จะแคบลงในตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น อีกทั้งตัวอย่างยังมีความใสเพิ่มขึ้นอีกด้วย ทั้งนี้เป็นผลมาจากการละลายของมลทินในเนื้อพลอย

5.4 การเผยแพร่ผลงานวิจัย

1.นักวิจัยในโครงการ (อาจารย์สรพงศ์ พงศ์กระพันธุ์) ได้เข้าร่วมการประชุมเชิงปฏิบัติการนานาชาติ เรื่อง Hands-on Summer School on Advanced AFM Techniques and International Workshop on Piezoresponse Force Microscopy and Conductive AFM ณ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัย McGill เมือง Montreal ประเทศแคนาดา ระหว่างวันที่ 1 – 4 มิถุนายน 2553

2.ได้ร่วมส่งผลงานในรูปแบบโปสเตอร์ เพื่อเสนอในการประชุมระดับนานาชาติ The 20th General Meeting of the International Mineralogical Association (IMA 2010) ณ เมือง Budapest ประเทศ Hungary ระหว่างวันที่ 21-29 สิงหาคม 2553 ในหัวข้อ Effects of heat treatment on synthetic gem corundum: An AFM approach

3.ได้ร่วมส่งผลงานในรูปแบบโปสเตอร์ ในหัวข้อ Micro-nano scaled surface features of synthetic ruby at different orientations before and after annealing ในการสัมมนาวิชาการ

นานาชาติ “Provenance and Properties of Gems and Geo-Materials 2010 ระหว่างวันที่ 17-25 ตุลาคม 2553 ณ ประเทศเวียดนาม

4.ได้ร่วมส่งผลงานในรูปแบบโปสเตอร์ ในหัวข้อ Surface evolution of synthetic ruby produced by heat treatment ในการสัมมนาวิชาการนานาชาติ “Provenance and Properties of Gems and Geo-Materials 2010 ระหว่างวันที่ 17-25 ตุลาคม 2553 ณ ประเทศเวียดนาม

5.5 คำชี้แจงเกี่ยวกับปัญหาและหรืออุปสรรค

- เครื่องมือ AFM ของคณะวิทยาศาสตร์ ม.เกษตรศาสตร์ มีจำนวนผู้เข้าใช้มาก ทำให้ต้องรอการใช้เครื่องมือ และมีการปิดซ่อมบำรุง ทำให้ไม่เกิดความต่อเนื่องในการศึกษา
- เครื่องมือทางสเปกโทรสโคปีของหน่วยวิจัยอยู่ในระหว่างการซ่อมบำรุง จึงทำให้ต้องไปใช้เครื่องมือในสถานที่อื่นส่งผลให้เกิดความล่าช้าในงานวิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรสวาท วัฒนกูล
หัวหน้าโครงการ

ลงเวบวันที่ 4 ตุลาคม 2554