

การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำด้วยเทคนิค Fire Assay
โดยใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว



เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์
มิถุนายน 2558

การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำด้วยเทคนิค Fire Assay
โดยใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว



เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

มิถุนายน 2558

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำด้วยเทคนิค Fire Assay
โดยใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว



เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์
มิถุนายน 2558

พันธ์ุพจน์ ฤทัยชนานนท์. (2558). การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำด้วยเทคนิค Fire Assay โดยใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว. ปรินญาณิพนธ์ วท.ม.(วัสดุศาสตร์).
กรุงเทพฯ:บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ กรรมการควบคุม
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ขจีพร วงศ์ปรีดี.

Fire assay เป็นกระบวนการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำในอุตสาหกรรมเครื่องประดับ ที่มีความถูกต้องของผลการวิเคราะห์ที่แม่นยำสูงโดยที่ ความผิดพลาดในการวิเคราะห์เท่ากับ 0.02% ซึ่งใช้ตะกั่วเป็นตัวแยกโลหะเจือปนกลุ่มโลหะมีตระกูล (noble metal) แต่ความเป็นพิษของตะกั่วทำให้มีการวิจัยใช้บิสมัทในหลายรูปแบบมาทดลองแทนตะกั่วในการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำที่ใช้ในการผลิตเครื่องประดับ ในงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาการศึกษาสารดูดซับ 4 ประเภทที่แตกต่างกัน ในตัวอย่างทองคำผสม 96.33% และทองคำบริสุทธิ์ 99.99% คือ 1) การห่อด้วยแผ่นตะกั่ว 2) การห่อด้วยแผ่นเงินและผงบิสมัท 3) การห่อด้วยแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัท ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และ 4) การห่อด้วยแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัท ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และยังได้ศึกษากระบวนการดูดซับภายในแก้วและปริมาณทองแดงที่ตกค้างบริเวณขอบเกรน รวมทั้งปัจจัยอื่นที่มีผลต่อการทดสอบความบริสุทธิ์ จากผลการทดลองพบว่าแผ่นเงินที่เคลือบบิสมัทที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสในตัวอย่างทองคำผสมมีค่าความคลาดเคลื่อน 0.04% ซึ่งมีผลในการวิเคราะห์ที่ดีที่สุด และจากผลการวิเคราะห์ปริมาณทองแดงที่ตกค้างอยู่บริเวณขอบเกรนบนเม็ดโลหะหลังกระบวนการ Cupellation ยังคงพบปริมาณทองแดงอยู่ในตัวอย่างที่ใช้บิสมัททดแทนตะกั่วแต่ไม่พบการตกค้างของทองแดงในตัวอย่างที่ห่อด้วยตะกั่ว นอกจากนี้การวิเคราะห์การดูดซับภายใน Cupel พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดสำหรับขั้นตอน Cupellation คือ 1,050 องศาเซลเซียส

THE DETERMINATION OF GOLD A FINENESS BY FIRE ASSAY METHOD USING
BISMUTH COMPOUND REPLACING LEAD



Presented in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Master of Science in Materials Science
at Srinakharinwirot University

June 2015

Panphot Ruethaitananon. (2015). *The determination of gold a fineness by Fire Assay method using bismuth compound replacing lead*. Master thesis, M.Sc.(Materials Science). Bangkok: Graduate School, Srinakharinwirot University. Advisor Committee: Asst.Prof.Dr. Kageeporn Wongpreedee.

Fire assay was a gold pureness identifying method in jewelry industry because it could produce the most accurate analysis (error 0.02%). Fire assay used lead to separate impurities from noble metal (gold and silver). However, there was toxicity form lead so there had been an attempt to replace lead by bismuth in a gold pureness identifying method in jewelry. The objective of this research was to study the results of Fire assay that used 4 difference wrapping materials in gold alloy 96.33% and purified gold 99.99%. The samples were 1) lead foil 2) silver sheets and bismuth powder 3) silver sheet coated with bismuth at 300 °C and 4) silver sheet coated with bismuth at 400 °C. Furthermore, absorption mechanism in the mold and the amount of remaining copper at the edge and other factors affecting the purity test of fire assay method were included in the study. The results from experiment were showing silver sheet coated with bismuth at 300 °C in gold alloy samples had error in 0.04% range, which had the best result and from the analysis of the copper remnant at a metal grain edge after Cupellation process, there was still copper in the sample that used bismuth instead of lead but there was no copper remnants not found in the sample that used lead in the process. Moreover, the absorption analysis in cupel was found that the optimal temperature for the Cupellation process was at 1,050 °C.

ปริญญาบัตร
เรื่อง
การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำด้วยเทคนิค Fire Assay
โดยใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว
ของ
พันธ์ุพจน์ ฤทัยชนานนท์

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์
ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.สมชาย สันติวัฒนกุล)
วันที่ เดือน พ.ศ. 2558

อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาบัตร คณะกรรมการสอบปากเปล่า
..... ที่ปรึกษา ประธาน
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ขจีพร วงศ์ปรีดี) (ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณรงค์ ประไพรักษ์สิทธิ์)
..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ขจีพร วงศ์ปรีดี)
..... กรรมการ
(ดร.อารียา เอี่ยมบุญ)

ประกาศคุณูปการ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณสถาบันวิจัยและพัฒนาอัญมณีและเครื่องประดับแห่งชาติ(องค์การมหาชน) ที่ได้อนุเคราะห์สถานที่และเครื่องมือในการทำวิจัย และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ณรงค์ ประไพรัชสิทธิ์ และทีมนักวิจัยในห้องปฏิบัติการโลหะมีค่า ที่ช่วยเหลือในการทำการทดลองและได้อนุเคราะห์ภาพและผลการทดลองบางส่วน ประกอบในปริญญานิพนธ์นี้จนเสร็จสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณอย่างสูงต่อ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ขจีพร วงศ์ปรีดี ที่ปรึกษาปริญญานิพนธ์ ที่ได้เสียสละเวลาอันมีค่าคอยให้คำปรึกษา ชี้แนะ และแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นในการดำเนินงาน จนทำให้ปริญญานิพนธ์สามารถดำเนินการได้อย่างเรียบร้อยจนเป็นผลสำเร็จ

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.เบญญา เชิดศิริวัฒน์ และภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ สำหรับความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ในการใช้วิเคราะห์ผลตัวอย่าง และคำแนะนำอื่นๆ

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ณสรศักดิ์ ผลโภค, ดร.ดวงแข บุตรกุล, ดร. อารีญา เอี่ยมบู และดร. ถนัด จินตโกศล ที่ให้คำแนะนำเพื่อเป็นแนวทางในการดำเนินงาน และช่วยแก้ไขข้อบกพร่องของปริญญานิพนธ์นี้จนทำให้ปริญญานิพนธ์สำเร็จลุล่วงได้อย่างสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ นายสยาม หาบ้านแท่น และนายสุรสิทธิ์ เกิดสินธุ์ ที่ให้ความร่วมมือ อำนวยความสะดวกและช่วยเหลือ ในการเตรียมสารสำหรับขั้นตอนการวิจัย

เหนือสิ่งอื่นใดขอกราบขอบพระคุณ มารดา และญาติมิตร ของผู้วิจัยทุกท่านที่เป็นส่วนช่วยในการเป็นแรงใจและแรงผลักดัน ตลอดจนการให้ความสนับสนุนในทุกอย่างเป็นอย่างดีเสมอมา

พันธุ์พจน์ ฤทัยธนานนท์

สารบัญ

บทที่	หน้า
1 บทนำ	1
ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
ความมุ่งหมายของงานวิจัย.....	2
วัตถุประสงค์.....	2
ขอบเขตงานวิจัย.....	2
ประโยชน์ที่จะได้รับการวิจัย.....	3
นิยามศัพท์เฉพาะ.....	3
กรอบแนวคิดงานวิจัย.....	3
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
ข้อมูลพื้นฐานกระบวนการ Fire Assay แบบดั้งเดิม.....	4
ข้อมูลพื้นฐานของ Fire Assay.....	4
หลักการของ Fire Assay.....	5
กระบวนการ Cupellation.....	5
กระบวนการ Parting.....	6
กระบวนการ Fire Assay ISO 11426.....	7
ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	8
การแพร่ (diffusion).....	8
งานวิจัยของการนำสารอื่นๆ ทดแทนตะกั่วในกระบวนการ Fire Assay.....	9
การทำโลหะมีค่าให้บริสุทธิ์ด้วยกระบวนการ Fire Assay โดยใช้บิสมัท.....	9
การใช้บิสมัทออกไซด์ในกระบวนการ Fire Assay.....	10
การทำโลหะมีค่าให้บริสุทธิ์ Fire Assay โดยใช้ निकเกิลซัลไฟด์.....	11
การวิเคราะห์ลักษณะของตัวอย่างที่ได้จากกระบวนการ Fire Assay.....	12
การเคลือบผิวด้วยบิสมัทด้วยวิธีต่าง ๆ.....	13
การเคลือบผิวกระบวนการ melting.....	13
การเคลือบผิวด้วยกระบวนการ RF-magnetron sputtering.....	14
การเคลือบผิวด้วยกระบวนการ pulse laser deposition.....	15
เครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ที่ใช้ในการวิเคราะห์.....	16
กล้องจุลทรรศน์ทางแสง.....	16
กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด.....	16

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
2 (ต่อ)	
การวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานแบบกระจายตัว.....	20
การวิเคราะห์โดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์.....	23
การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	24
3 วิธีการดำเนินการวิจัย.....	27
แผนการดำเนินงานวิจัย.....	27
การเตรียมสารดูดซับ.....	28
การเตรียมสภาวะที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการ Cupellation.....	28
ปริมาณโลหะเงินและบิสมัทที่เหมาะสมในกระบวนการ Cupellation.....	28
อุณหภูมิและปริมาณทองแดงที่เหมาะสมในกระบวนการ Cupellation....	29
การเตรียมแผ่นเงินเคลือบด้วยบิสมัท.....	31
การศึกษาการดูดซับทองแดงภายใน Cupel ในกระบวนการ Cupellation.....	33
การทดลองและวิเคราะห์ Fire Assay ที่ห่อด้วยวัสดุแตกต่างกัน.....	34
4 ผลการทดลอง.....	38
การเตรียมสาร.....	38
การเตรียมสภาวะที่เหมาะสมที่ที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการ Cupellation...	38
ปริมาณโลหะเงิน และบิสมัทที่เหมาะสมในกระบวนการ Cupellation.....	38
ปัจจัยของปริมาณโลหะบิสมัท.....	38
ปัจจัยของปริมาณโลหะเงิน.....	39
อุณหภูมิและปริมาณทองแดงที่เหมาะสมในกระบวนการ Cupellation.....	40
การเตรียมแผ่นเงินเคลือบด้วยบิสมัท.....	42
การศึกษาการดูดซับทองแดงภายใน Cupel ในกระบวนการ Cupellation.....	45
การทดลองและวิเคราะห์ Fire Assay ที่ห่อด้วย.....	49
แผ่นเงินเคลือบด้วยบิสมัทแผ่นเงินกับผงบิสมัท	
ผลการวิเคราะห์ปริมาณทองคำ.....	49
การวิเคราะห์เม็ดโลหะหลังกระบวนการ Cupellation.....	50
การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวเม็ดโลหะด้วย SEM.....	50
การวิเคราะห์องค์ประกอบที่พื้นผิวของเม็ดโลหะด้วย EDS.....	51

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
4 (ต่อ)	
การวิเคราะห์องค์ประกอบของเม็ดโลหะด้วย XRD.....	54
การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในเม็ดโลหะด้วย XRF.....	55
การวิเคราะห์แผ่นโลหะที่ผ่านการรีดก่อนกระบวนการ Parting.....	55
การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวแผ่นโลหะด้วย SEM.....	55
การวิเคราะห์องค์ประกอบที่พื้นผิวของแผ่นโลหะด้วย EDS.....	57
การวิเคราะห์องค์ประกอบที่พื้นผิวของแผ่นโลหะด้วย XRF.....	58
การวิเคราะห์แผ่นทองเมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการ Fire Assay.....	58
การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวแผ่นทองด้วย SEM.....	58
5 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	60
ปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อความถูกต้อง Fire Assay ที่ใช้บิสมัททดแทนตะกั่ว.....	60
การศึกษาการดูดซับทองแดงภายใน Cupel ในกระบวนการ Cupellation.....	60
ลักษณะการห่อของตัวอย่างในกระบวนการ Cupellation.....	61
บรรณานุกรม.....	64
ภาคผนวก.....	68
ประวัติย่อผู้วิจัย.....	72

บัญชีตาราง

ตาราง	หน้า
1 ปัจจัยและตัวแปรที่กำหนดในการศึกษาปริมาณโลหะเงิน และบิสมัท.....	29
2 ปัจจัยและตัวแปรที่กำหนดในการศึกษาอุณหภูมิและปริมาณทองแดง.....	30
3 แสดงปริมาณของธาตุที่พบบนพื้นผิวเม็ดโลหะด้วยเทคนิค EDS.....	51
4 แสดงปริมาณของธาตุที่พบในเม็ดโลหะด้วยเทคนิค XRF.....	55
5 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณทองแดงก่อนและหลังกระบวนการรีดด้วย EDS....	57
6 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณทองแดงก่อนและหลังกระบวนการรีดด้วย XRF....	58



บัญชีภาพประกอบ

ภาพประกอบ	หน้า
1 แสดงหลักการของ Cupellation.....	5
2 ลักษณะเม็ดโลหะหลังขั้นตอน Cupellation.....	6
3 ลักษณะตัวอย่างที่รีดบางเพื่อนำไปทำ parting.....	6
4 แผนภาพแสดงขั้นตอน Fire Assay ตามข้อกำหนด ISO 11426.....	7
5 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลองใน U.S. patent 5,279,644.....	9
6 เปรียบเทียบปริมาณทองคำจาก Fire Assay ด้วยตะกั่วและบิสมัท.....	11
7 แสดงปริมาณโลหะมีค่าในสินแร่ตามปริมาณนิกเกิลที่ใช้วิเคราะห์.....	12
8 โครงสร้างจุลภาคก่อนกระบวนการ parting.....	13
9 โครงสร้างจุลภาคหลังกระบวนการ parting.....	13
10 แสดงขั้นตอนการอบในการสร้างฟิล์มของบิสมัท.....	14
11 ลักษณะพื้นผิวฟิล์มเมื่อถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์ทางแสง.....	14
12 แสดงความหนาของชั้นฟิล์มบิสมัทที่สร้างขึ้น.....	15
13 แสดงผลการวิเคราะห์ลักษณะของชั้นความหนาฟิล์มที่ได้ด้วย XRD.....	16
14 แสดงแผนภาพการเกิดอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่าง.....	17
15 แสดงการเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างภาพถ่าย SEI กับ BEI.....	18
16 แสดงส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง SEM.....	18
17 แสดงการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ระดับพลังงานของชั้นโคจรต่างๆ.....	21
18 แสดงการกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน.....	22
19 แสดงการเกิดรังสีเอกซ์ในอะตอม.....	23
20 หลักการวิเคราะห์โดยเอกเรย์ฟลูออเรสเซนซ์.....	24
21 แสดงลักษณะการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก.....	25
22 แสดงแผนผังการดำเนินงานการเตรียมสารดูดซับ.....	28
23 ลักษณะของแผ่นเงินก่อนชุบเคลือบ.....	31
24 แสดงลักษณะของบิสมัทหลอมเหลว.....	31
25 Thermometer สำหรับตรวจวัดอุณหภูมิ.....	32
26 แผนภาพแสดงอุปกรณ์ในการเคลือบบิสมัท.....	32
27 แสดงแผนผังการดำเนินงานการวิเคราะห์การดูดซับทองแดงภายใน Cupel.....	33
28 ลักษณะของ cupel ที่ผ้าครึ่ง.....	33
29 แสดงตำแหน่งในการวิเคราะห์.....	34

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
30 แสดงแผนผังการดำเนินงาน Fire Assay ที่ได้จากการห่อตัวอย่างที่ต่างกัน.....	34
31 ลักษณะแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัท 300 และ 400 องศาเซลเซียส.....	35
32 ลักษณะเม็ดโลหะหล่นหลังจากเตาหลอม.....	36
33 ค่าความผิดพลาดของทองตัวอย่างจำแนกตามปริมาณของบิสมัท.....	38
34 ค่าความผิดพลาดของทองมาตรฐานจำแนกตามปริมาณของบิสมัท.....	39
35 ค่าความผิดพลาดของทองตัวอย่างจำแนกตามปริมาณของเงิน.....	39
36 ค่าความผิดพลาดของทองมาตรฐานจำแนกตามปริมาณของเงิน.....	40
37 ผลการวิเคราะห์ตามอุณหภูมิและปริมาณทองแดง.....	40
38 แสดงตัวอย่างที่ใช้อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียสที่เกิดการแตกในขณะรีด.....	41
39 แสดงตัวอย่างที่ใช้อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียสที่ไม่เกิดการแตกในขณะรีด.....	41
40 แสดงตัวอย่างที่ใช้อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียสที่ไม่เกิดการแตกในขณะรีด.....	41
41 แผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัทที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส.....	42
42 แผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัทที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส.....	42
43 ตัวอย่างที่ห่อด้วยแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัทที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส.....	43
44 ตัวอย่างที่ห่อด้วยแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัทที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส.....	43
45 ความหนาของชั้นเคลือบบิสมัทที่อุณหภูมิต่างกัน.....	44
46 แสดงปริมาณการดูดซับทองแดงภายใน Cupel ณ จุดต่างๆ.....	45
47 แสดงลักษณะทองแดงที่แพร่กระจายอยู่ภายใน Cupel.....	46
48 แสดงปริมาณการดูดซับบิสมัทภายใน Cupel ณ จุดต่างๆ.....	47
49 แสดงลักษณะบิสมัทที่แพร่กระจายอยู่ภายใน Cupel.....	48
50 ผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ของทองคำตัวอย่าง.....	49
51 ค่าความผิดพลาดของการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ทองคำ.....	49
52 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของผลการทดลอง.....	50
53 ลักษณะพื้นผิวเม็ดโลหะของตัวอย่างทองคำบริสุทธิ์ 99.9% หลังกระบวนการ Cupellation.....	50
54 ลักษณะพื้นผิวเม็ดโลหะของตัวอย่างทองคำผสม 96.33% หลังกระบวนการ Cupellation.....	51
55 ปริมาณของธาตุที่พบบนผิวเม็ดโลหะด้วยเทคนิค EDS.....	52
56 แสดงการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนเม็ดโลหะที่ห่อด้วย แผ่นเงินเคลือบบิสมัท ที่ 300 องศาเซลเซียส หลังกระบวนการ Cupellation....	52

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
57 แสดงการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนเมตโลหะที่ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมัท ที่ 400 องศาเซลเซียส หลังกระบวนการ Cupellation...	53
58 การกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนเมตโลหะที่ได้จากกระบวนการ Fire Assay แบบใช้ตะกั่ว.....	53
59 ผลวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD.....	54
60 ปริมาณของธาตุที่พบบนผิวเมตโลหะด้วยเทคนิค EDS.....	55
61 แผ่นโลหะที่ผ่านการรีด.....	56
62 พื้นผิวของแผ่นทอง 99.9 หลังการรีด.....	56
63 พื้นผิวของแผ่นทอง 96.5 หลังการรีด.....	57
64 เปรียบเทียบปริมาณทองแดงที่บนพื้นผิวโลหะก่อนและหลังรีดด้วย EDS.....	58
65 ลักษณะพื้นผิวของแผ่นทองคำหลังเสร็จสิ้นกระบวนการ Fire Assay ของตัวอย่างทองคำบริสุทธิ์ 99.9%.....	59
66 ลักษณะพื้นผิวของแผ่นทองคำหลังเสร็จสิ้นกระบวนการ Fire Assay ของตัวอย่างทองคำผสม 96.33%.....	59

บทที่ 1

บทนำ

ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

Fire Assay เป็นกระบวนการวิเคราะห์เชิงปริมาณสำหรับโลหะมีค่าที่เป็นวิธีการโบราณวิธีหนึ่งที่นิยมใช้จนปัจจุบัน โดยเริ่มแรกใช้วิเคราะห์ในอุตสาหกรรมเหมืองแร่ซึ่งสามารถบอกถึงปริมาณของโลหะในสินแร่ได้ ซึ่งจะแยกโลหะมีค่าให้ออกจากองค์ประกอบอื่น ๆ ในสินแร่^[1] ต่อมาได้มีการนำกระบวนการ Fire Assay มาใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องประดับ เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในเครื่องประดับ เนื่องจากกระบวนการ Fire Assay มีความถูกต้องของผลการวิเคราะห์มากที่สุดเพราะมีความผิดพลาดสำหรับผลการวิเคราะห์เพียง 0.02% เมื่อเทียบกับเทคนิคการวิเคราะห์เชิงปริมาณอื่นๆ ที่ใช้เครื่องมือที่ทันสมัยที่มีอยู่ในปัจจุบัน รวมทั้งการลงทุนทางด้านเครื่องมือยังถือว่ามีความคุ้มค่าที่มากกว่าเครื่องมือที่ทันสมัยกว่ามาก^[2]

การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำด้วยกระบวนการ Fire Assay ในอุตสาหกรรมเครื่องประดับมีการกำหนดมาตรฐานจากหน่วยงานมาตรฐานสากลถึง 2 หน่วยงานคือ International Standard และ American Society for Testing and Materials ตามมาตรฐาน ISO 11426 และ ASTM 1335 ตามลำดับ^[3]

หลักสำคัญของกระบวนการ Fire Assay ประการหนึ่ง คือการเติมตะกั่วในตัวอย่างเพื่อช่วยในการดึงโลหะเจือปนอื่นๆ ออกจากโลหะมีค่า ซึ่งในข้อนี้ก็ถือเป็นปัญหาสำคัญของกระบวนการ Fire Assay เนื่องจากความอันตรายของตะกั่ว ที่เป็นโลหะหนักที่มีพิษร้ายแรงธาตุหนึ่ง ซึ่งจะเห็นได้จากการมีข้อห้ามในผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนประกอบของตะกั่ว จากองค์กรหรือจากประเทศต่างๆ^[4,5] และจากเอกสารงานวิจัยจำนวนมากที่อธิบายถึงพิษจากตะกั่วที่ส่งผลกระทบต่อมนุษย์และสัตว์^[6-10]

ด้วยเหตุนี้จึงจำเป็นต้องศึกษาการทดแทนตะกั่วด้วยสารอื่นสำหรับกระบวนการ Fire Assay ในอุตสาหกรรมเครื่องประดับ เพื่อความปลอดภัยแก่พนักงานผู้ปฏิบัติการ และเพื่อความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

บิสมัทจึงเป็นทางเลือกหนึ่งในการนำมาใช้ทดแทนตะกั่วในกระบวนการ Fire Assay สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในเครื่องประดับ เนื่องจากมีงานวิจัยที่นำบิสมัทมาใช้ในกระบวนการ Fire Assay ในอุตสาหกรรมเหมืองแร่ จนในปี 2554 นางสาวณัฐาปนีย์ และคณะ^[11] ได้มีการศึกษาและวิจัยความเป็นไปได้ในการนำบิสมัทมาใช้ในกระบวนการ Fire Assay สำหรับเครื่องประดับ แม้ผลของการวิเคราะห์ที่ได้จะยังไม่เป็นที่น่าพอใจนัก แต่มีแนวโน้มที่จะสามารถนำบิสมัทมาใช้ทดแทนตะกั่วได้ และในปี 2556 ได้ศึกษาผลของการนำบิสมัทมาทดแทนตะกั่วในกระบวนการ Fire Assay สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในทองคำแท่งและทองคำรูปพรรณของไทย โดยใช้วิธีการนำแผ่นเงินบางห่อผงบิสมัท ทองคำและทองแดง อยู่ภายใน โดยผลที่ได้มีความคลาดเคลื่อนอยู่ประมาณ $\pm 0.05\%$ ^[12,34]

ดังนั้นเพื่อศึกษาถึงการนำบิสมัทมาใช้ทดแทนตะกั่วในการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในอุตสาหกรรมเครื่องประดับด้วยกระบวนการ Fire Assay เพื่อให้มีความคลาดเคลื่อนอยู่ในช่วง $\pm 0.02\%$ ตามกระบวนการ Fire Assay แบบเดิมที่ใช้ตะกั่ว จึงเป็นหัวข้อที่ทำให้ผู้วิจัยตั้งใจที่จะศึกษา โดยจะศึกษาถึงปัจจัยของอัตราส่วนของโลหะ ลักษณะการห่อตัวอย่าง และความสามารถในการดูดซับของบิสมัทภายในเบ้าหลอม(Cupel) เพื่อสามารถอธิบายถึงหลักการและเหตุผลของการวิเคราะห์ปริมาณของทองคำประดับด้วยกระบวนการ Fire Assay ได้

ความมุ่งหมายของงานวิจัย

เพื่อศึกษาการเตรียมสารและปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการและกลไกการดูดซับ ของ Fire Assay ที่ใช้บิสมัทและบิสมัทเคลือบบนแผ่นเงิน ที่ส่งผลต่อการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำ

วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อความถูกต้องของการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่างด้วยกระบวนการ Fire Assay ที่ใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว
2. เพื่อศึกษาการดูดซับของโลหะใน Cupel ในกระบวนการ Cupellation ที่ใช้สารประกอบบิสมัท ในกระบวนการ Fire Assay ที่ใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว
3. เพื่อศึกษาลักษณะของการห่อตัวอย่างในกระบวนการ Cupellation ด้วยวิธีต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อความถูกต้องของกระบวนการ Fire Assay ที่ใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว

ขอบเขตงานวิจัย

1. ศึกษาเบื้องต้นสภาพเบื้องต้นของการนำมาบิสมัททดแทนตะกั่วในกระบวนการ Fire Assay
2. ทำการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่างทองคำผสม 96.33% ด้วยกระบวนการ Fire Assay ที่ใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว โดยศึกษาปัจจัยของ
 - ปริมาณของบิสมัท, เงิน และทองแดง
 - อุณหภูมิในกระบวนการ Cupellation
3. วิเคราะห์ปัจจัยที่ศึกษาที่ส่งผลต่อความคลาดเคลื่อนของการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของโลหะทองคำ
 4. เตรียมแผ่นเงินเคลือบบิสมัทด้วยวิธีจุ่มร้อน (hot dip) ที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน
 5. ศึกษาประสิทธิภาพของ Fire Assay ด้วยวิธีการห่อตัวอย่างที่แตกต่างกัน 2 วิธี ด้วยอัตราส่วนของปริมาณเงิน, บิสมัท, ทองแดง และอุณหภูมิหลอม ตามผลที่ได้ในข้อ 2
 - แผ่นเงินบริสุทธิ์บางห่อผงบิสมัท ทองคำ และทองแดง
 - แผ่นเงินบางเคลือบผิวด้วยบิสมัทด้วยจุ่มร้อน (hot dip) และนำไปห่อทองคำและทองแดง

6. ศึกษาความสามารถของสารประกอบบิสมีท์ในการดูดซับทองแดง (โลหะเจือ) ต่อประสิทธิภาพการทำ Fire Assay ที่ใช้สารประกอบบิสมีท์เพื่อทดแทนตะกั่ว ด้วยการศึกษาลักษณะการดูดซับโลหะภายใน Cupel ที่สัมพันธ์กับปริมาณทองคำที่ได้หลังการวิเคราะห์

ประโยชน์ที่จะได้รับจากการวิจัย

1. สามารถวิเคราะห์ปริมาณทองคำในทองคำผสม 96.33 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักด้วยกระบวนการ Fire Assay ที่ใช้สารประกอบบิสมีท์เพื่อทดแทนตะกั่วได้
2. ลดมลพิษที่เกิดจากการใช้ตะกั่วในกระบวนการวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยกระบวนการ Fire Assay ได้

นิยามศัพท์เฉพาะ

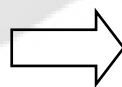
1. Cupellation หมายถึง กระบวนการแยกโลหะด้วยความร้อน โดยการนำโลหะมีตัวอย่างวางบน cupel และนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง จนโลหะเจือปนอื่น ๆ ถูกดูดซึมลงไป ใน cupel เหลือแต่เพียงโลหะมีค่าเท่านั้น

2. Cupel หมายถึง เบ้าขนาดเล็กที่ใช้ในกระบวนการ cupellation ทำมาจาก แมกนีเซียมออกไซด์ หรือ ถ้ำกระดูกของสัตว์ เนื้อเบ้ามักมีลักษณะเนื้อพรุน

3. Parting หมายถึง กระบวนการแยกโลหะมีค่าที่ผสมกันอยู่ออกจากกัน ด้วยกระบวนการทางเคมีด้วยการใช้กรด

กรอบแนวคิดงานวิจัย

- อัตราส่วนระหว่างเงิน : บิสมีท์ : ทองแดง
- อุณหภูมิในการหลอม (cupellation)
- การห่อตัวอย่างด้วยบิสมีท์เคลือบเงินที่อุณหภูมิต่างกัน



ความถูกต้องของผลวิเคราะห์

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งหัวข้อของการทบทวนวรรณกรรมที่ทำการศึกษาออกเป็นหัวข้อต่าง ๆ ได้ดังนี้

1. ข้อมูลพื้นฐานและกระบวนการวิเคราะห์ปริมาณของทองคำด้วยกระบวนการ Fire Assay แบบดั้งเดิม (ตะกั่ว)
2. ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง
3. งานวิจัยของการนำสารอื่น ๆ ทดแทนตะกั่วในกระบวนการ Fire Assay
4. การวิเคราะห์ลักษณะของตัวอย่างที่ได้จากกระบวนการ Fire Assay
5. การเคลือบผิวด้วยบิสมัทด้วยวิธีต่าง ๆ
6. เครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. ข้อมูลพื้นฐานและกระบวนการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำด้วยกระบวนการ Fire Assay แบบดั้งเดิม (ตะกั่ว)

1.1 ข้อมูลพื้นฐานของ Fire Assay

Fire Assay ในสมัยโบราณใช้ในการวัดปริมาณของโลหะมีค่า โดยเฉพาะโลหะเงินและโลหะทองคำในสินแร่ที่พบ โดยถือเป็นการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยกระบวนการทางเคมี และการใช้ความร้อนเพื่อแยกโลหะมีค่าออกจากโลหะที่เจือปนอื่น ๆ

กระบวนการที่สำคัญของ Fire Assay มี 2 ขั้นตอนหลักคือ กระบวนการ Cupellation และกระบวนการ Parting โดยกระบวนการ Cupellation เป็นกระบวนการที่แยกโลหะมีค่าที่ต้องการวิเคราะห์ให้ออกจากโลหะเจืออื่น ๆ ด้วยการเติมเงินและตะกั่วเข้าไปในขณะหลอมภายในเบ้าชนิดพิเศษ เพื่อให้เงินไปรวมตัวกับมีค่าที่ต้องการและให้ตะกั่วจับตัวกับโลหะเจืออื่น ๆ และจะถูกดึงลงไปในเบ้า ส่วนกระบวนการ Parting คือการทำให้โลหะมีค่านั้นมีความบริสุทธิ์ด้วยกระบวนการทางเคมี โดยการทำให้โลหะที่ได้จากกระบวนการ Cupellation แล้วมาต้มในกรดเพื่อละลายโลหะเงินออกให้เหลือแต่เพียงโลหะมีค่าที่ต้องการวิเคราะห์เพียงอย่างเดียว

Fire Assay เริ่มมีการค้นคว้ามาตั้งแต่สมัย ศตวรรษที่ 12 ในประเทศอังกฤษ และกระบวนการ Parting นั้นมีมาตั้งแต่ศตวรรษที่ 13 ในประเทศฝรั่งเศส จนในกระทั่งศตวรรษที่ 16 นั้นเริ่มมีการกำหนดขั้นตอนของกระบวนการ Fire Assay ^[13] ซึ่งมีพื้นฐานเหมือนในปัจจุบันนี้

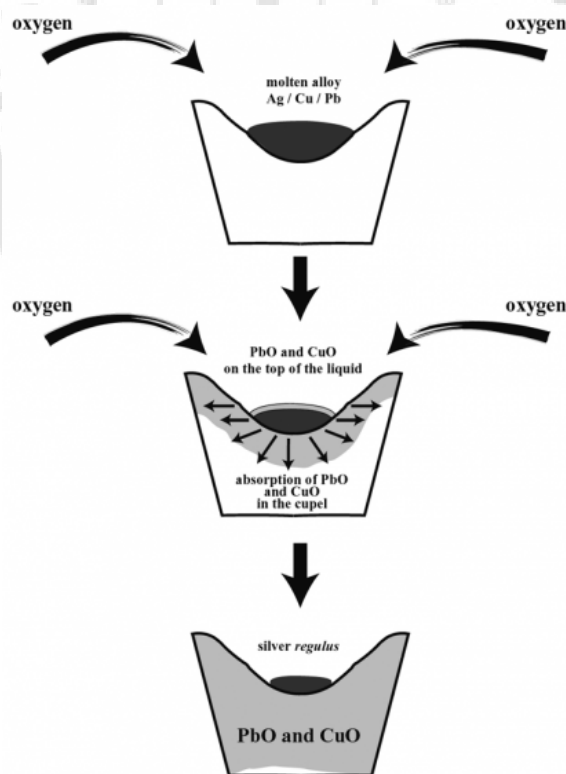
กระบวนการ Fire Assay มักจะได้รับการยอมรับว่าเป็นศิลปะมากกว่าวิทยาศาสตร์ เนื่องจากต้องใช้การฝึกฝนให้เกิดความชำนาญที่สูง ประกอบกับความสามารถในการจัดการเพื่อทำให้การทำ Fire Assay นั้นได้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องได้ แม้เบื้องหลังนั้นจะเต็มไปด้วยหลักการและทฤษฎีต่าง ๆ แต่ก็เกิดขึ้นหลังจากการสังเกตและประสบการณ์ในการปฏิบัติงานทั้งสิ้น

1.2 หลักการของ Fire Assay

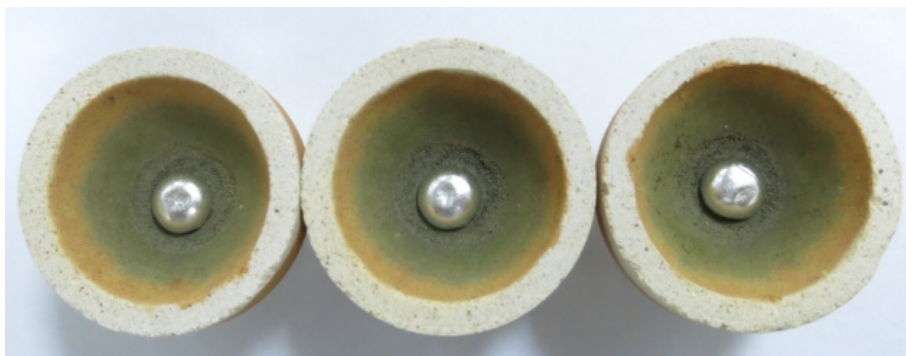
ขั้นตอนหรือกระบวนการที่สำคัญของ Fire Assay สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 กระบวนการหลักที่สำคัญดังนี้

1.2.1 กระบวนการ Cupellation

กระบวนการ Cupellation คือกระบวนการทางโลหวิทยาที่ใช้ความร้อนสูง เพื่อให้คงเหลือไว้เพียงโลหะมีค่าเท่านั้น ซึ่งปกติแล้วในกระบวนการนี้จะใช้ตะกั่วเป็นตัวช่วยในการดึงโลหะอื่นๆ ออกจากโลหะมีค่า เมื่อตะกั่วถูกหลอมภายใต้บรรยากาศปกติ ตะกั่วจะเปลี่ยนสภาพประกอบเป็นตะกั่วออกไซด์ (litharge) โดยตะกั่วออกไซด์นี้จะไปทำปฏิกิริยากับออกไซด์ของโลหะอื่นๆ ให้กลายเป็นองค์ประกอบที่สามารถหลอมละลายได้ ซึ่งตามปกติตระกูลของโลหะมีค่ามักจะไม่ทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศหรือตะกั่วออกไซด์เพราะมีสมบัติที่สำคัญคือ ที่อุณหภูมิสูงโลหะมีค่าไม่ชอบรวมตัวกับธาตุอโลหะ (non-metallic element) แต่ชอบรวมตัวกันเอง (collector) จึงเกิดการแยกส่วนออกจากกันอย่างชัดเจนระหว่างโลหะมีค่ากับออกไซด์ของโลหะอื่นๆ และวัสดุที่ใช้เป็นเบ้าหลอมที่มีความรูพรุนก็จะดูดซับกลุ่มของออกไซด์โลหะต่างๆ ลงมาภายในเบ้าตามหลักการของ capillary ในขณะที่ด้านบนเบ้าจะเหลือเพียงโลหะมีค่าเพียงอย่างเดียว เนื่องจากมีความตึงผิวที่สูงจึงไม่ถูกดึงลงไปภายในเบ้า ดังภาพประกอบ 1 และเมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการโลหะมีค่าที่เหลือจะมีลักษณะดังภาพประกอบ 2



ภาพประกอบ 1 แสดงหลักการของ Cupellation ^[14]



ภาพประกอบ 2 ลักษณะเม็ดโลหะหลังขั้นตอน Cupellation [3]

1.2.2 กระบวนการ Parting

เป็นกระบวนการทางเคมีที่ใช้แยกโลหะเงินที่เติมลงไปในการบวนการก่อนหน้า (Cupellation) ออกให้หลงเหลือไว้เพียงทองคำเท่านั้น โดยในขั้นตอนนี้เม็ดโลหะที่ถูกหลอมมาในการบวนการ Cupellation โดยในขั้นตอนนี้เม็ดโลหะจะถูกนำไปรีดให้เป็นแผ่น เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวให้มากขึ้น แผ่นโลหะนี้จะถูกนำไปละลายในกรดไนตริกและให้ความร้อนเพื่อเร่งปฏิกิริยาให้เร็วขึ้น ซึ่งกรดไนตริกนี้จะทำปฏิกิริยากับเงินดังสมการเคมีนี้

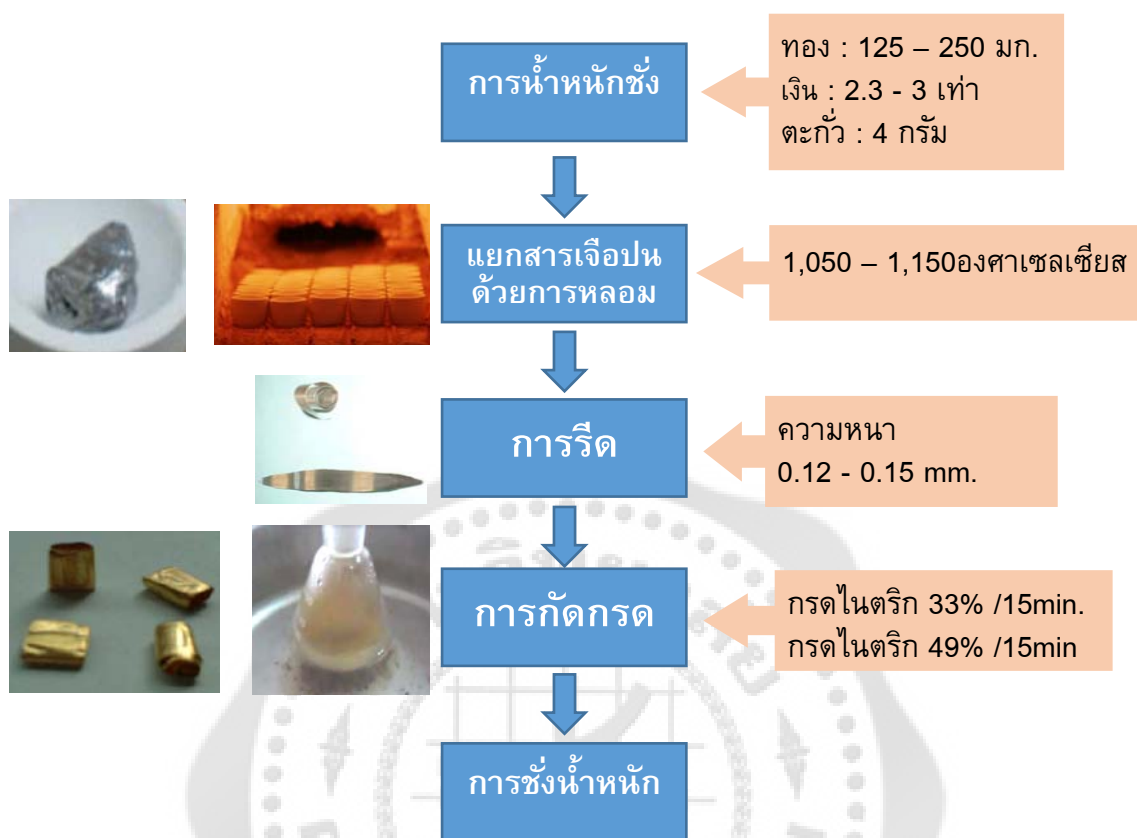


แต่สำหรับทองคำนั้นกรดไนตริกจะไม่ทำปฏิกิริยาใดๆ เพราะทองคำมีความคงทนที่สูงและไม่ละลายในสารละลายใดๆ นอกจากกรดกัดทอง (aqua regia) เท่านั้น จึงทำให้เงินถูกละลายออกจนหมดคงเหลือไว้แต่เพียงทองคำเท่านั้น



ภาพประกอบ 3 ลักษณะตัวอย่างที่รีดบางเพื่อนำไปทำ parting

1.3 กระบวนการ Fire Assay : ISO 11426



ภาพประกอบ 4 แผนภาพแสดงขั้นตอน Fire Assay ตามข้อกำหนด ISO 11426

ตามข้อกำหนดของ ISO 11426 นั้นสามารถเขียนเป็นขั้นตอนวิธีแบบย่อๆ ได้ดังแผนภาพในภาพประกอบ 4 โดยมีขั้นตอนต่างๆ ดังนี้

1. เริ่มจากการชั่งน้ำหนักตัวอย่างทองให้อยู่ในช่วง 125 – 250 มิลลิกรัม น้ำหนักเงินอยู่ในช่วง 2.3 – 3 เท่าของปริมาณทองบริสุทธิ์ในตัวอย่าง ชั่งตะกั่ว 4 กรัม
2. ใช้ตะกั่วห่อตัวอย่างทั้งหมดไว้ด้วยกัน แล้วนำไปวางบน cupel ที่ทำจากแมกนีเซียมออกไซด์ และนำไปเข้าเตาเผาที่มีอุณหภูมิอยู่ในช่วง 1,050 – 1,150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 25 นาที จึงนำตัวอย่างออกจากเตา
3. นำเม็ดโลหะไปรีดจนได้ความหนา 0.12 – 0.15 มิลลิเมตร แล้วม้วนแผ่นโลหะให้กลม
4. นำแผ่นโลหะไปต้มในกรดไนตริกที่มีความเข้มข้น 33% เป็นเวลา 15 นาที และนำไปต้มอีกครั้งในกรดไนตริกที่มีความเข้มข้น 49% เป็นเวลา 15 นาที เสร็จแล้วนำไปล้างและไปเข้าเตาอบอีก 5 นาที

5. ชั่งน้ำหนักของทองที่ได้ โดยนำไปคำนวณเปรียบเทียบกับน้ำหนักของทองตัวอย่างก่อนเริ่มกระบวนการ

ซึ่งที่จริงแล้ว ISO 11426 นั้นยังมีข้อกำหนดอื่น ๆ อีกมากเช่น อุปกรณ์ที่ใช้ ลักษณะของสารเคมี และวิธีการสำหรับทองตัวอย่างชนิดต่าง ๆ ซึ่งในรายละเอียดจะระบุอยู่ใน ภาคผนวก

2. ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

ในกระบวนการ Cupellation ซึ่งถือเป็นกระบวนการที่สำคัญของ กระบวนการ Fire Assay นั้นจะประกอบไปด้วยทฤษฎีที่สำคัญ คือการแพร่ (diffusion)

2.1 การแพร่ (diffusion)

การแพร่ของโมเลกุลของสารเป็นการเคลื่อนที่ของโมเลกุลจากจุดหนึ่งที่มีความเข้มข้นสูงไปยังจุดที่มีความเข้มข้นสูงกว่า ไปยังจุดที่มีความเข้มข้นต่ำกว่า การเคลื่อนที่นี้เป็นไปในลักษณะทุกทิศทางทุกทาง โดยไม่มีทิศทางที่แน่นอนผลจากการเคลื่อนที่อันนี้จะทำให้ความเข้มข้นของโมเลกุลของสารในภาชนะที่มีเนื้อที่จำกัดนั้น มีความเข้มข้นเท่ากันหมด

ในปีค.ศ. 1828 (พ.ศ. 2371) รอเบิร์ต บราวน์ ได้สังเกตปรากฏการณ์อย่างหนึ่ง โดยพบว่า เมื่อเกสรดอกไม้ตกลงในน้ำ เกสรนั้นจะมีการเคลื่อนที่อย่างไม่ทิศทางแน่นอนต่อมาจึงเรียกการเคลื่อนที่อย่างไม่ทิศทางแน่นอนหรือ ไร้ทิศทางนี้ว่า การเคลื่อนที่แบบบราวเนียน (Brownian movement) และแอลเบิร์ต ไอน์สไตน์ (Albert Einstein) ได้ให้เหตุผลว่า การเคลื่อนที่ของเกสรดอกไม้ที่เรียกว่า การเคลื่อนที่แบบบราวเนียนนั้นเกิดจากโมเลกุลของน้ำเคลื่อนที่เข้าชนเกสรดอกไม้อยู่ตลอดเวลา ทำให้เกสรดอกไม้เคลื่อนที่ได้

โดยสามารถอธิบายพฤติกรรมของการแพร่ที่สอดคล้องกับผลการทดลองที่ทำขึ้นโดย Adolf Fick เสนอสมมุติฐานว่าฟลักซ์ของการถ่ายเทมวลของเกลือเป็นปฏิภาคตรงกับค่าเกรเดียนต์ความเข้มข้นของเกลือในน้ำ ณ จุดนั้น จากข้อเสนอดังกล่าวในกาลต่อมาเป็นที่รู้จักกันในชื่อ กฎข้อที่ 1 ของการแพร่ของฟิค โดยกฎดังกล่าวมีใจความว่า “ฟลักซ์ของมวลของสารแพร่ที่ไหลผ่านตัวกลางที่เป็นเฟสเดียว ณ ตำแหน่งใดจะเป็นปฏิภาคตรงกับเกรเดียนต์ของความเข้มข้นของสารแพร่นั้น ณ จุดนั้น” หรือเขียนอยู่ในภาพประกอบคณิตศาสตร์สำหรับกรณีการแพร่ใน 1 มิติได้ว่า

$$J_A = -D \frac{\partial c_A}{\partial x}$$

เมื่อ J_A คือ ฟลักซ์ของสารแพร่ A ที่ไหลผ่าน ณ จุดที่สนใจ มีหน่วยเป็น โมลต่อตารางเมตรต่อวินาที หรือ กิโลกรัมต่อตารางเมตรต่อวินาที หรืออื่นๆ

D คือ ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของสารแพร่ A (Diffusion coefficient of A) หรือ เรียกอีกอย่างว่าค่าความสามารถในการแพร่ของสารแพร่ A (Diffusivity of A) ปกติมีหน่วยเป็น เมตร²/วินาที

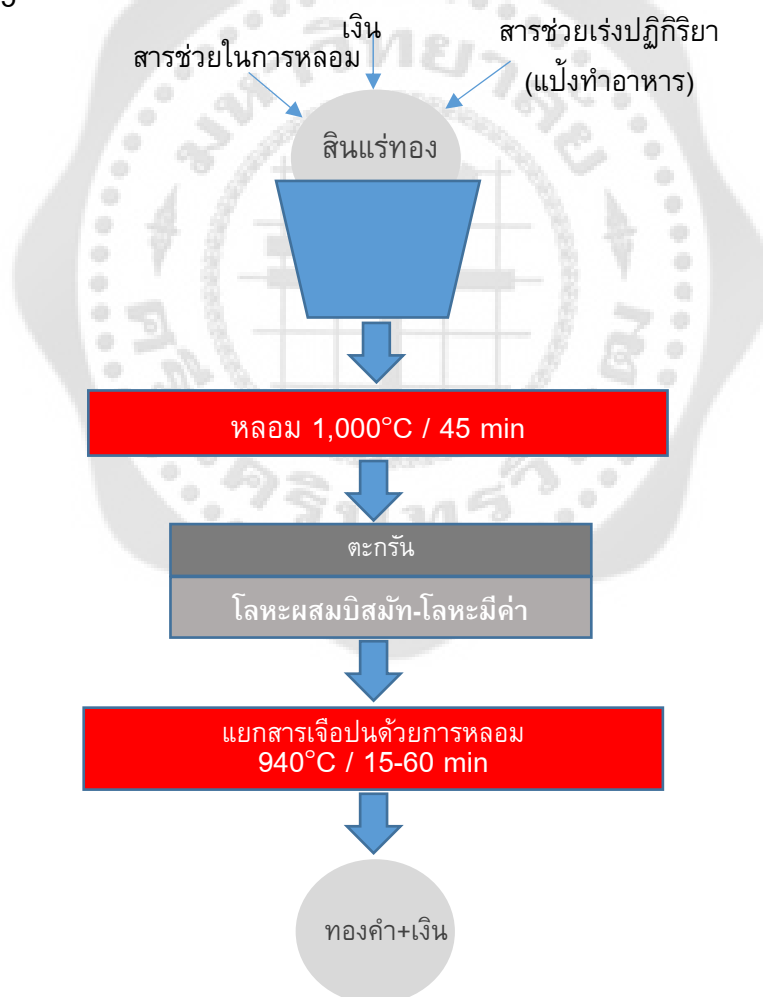
$\frac{\partial c_A}{\partial x}$ คือ ค่าเกรเดียนต์ของความเข้มข้นของสารแพร่ A มีหน่วยเป็น โมลต่อลูกบาศก์เมตร หรือ กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร

ในการจะนำกฎข้อที่ 1 การแพร่ของฟิสิกไปใช้ประโยชน์นั้น จำเป็นต้องประยุกต์กฎการแพร่ของฟิสิกพร้อมกับกฎทรงมวลของ Antoine Lavoisier ก่อน เหตุที่เป็นเช่นนี้เพราะการแพร่เกิดขึ้นในจักรวาลและในจักรวาล สสารไม่สูญหายไปไหนหรือเกิดขึ้นใหม่ เมื่อเกิดการแพร่ของสสาร สสารที่แพร่ก็จะหายจากบริเวณหนึ่งไปปรากฏกายอีกบริเวณหนึ่งเท่านั้นเอง โดยกฎทรงมวลของ Antoine Lavoisier กล่าวว่า “มวลของสสารในจักรวาลนี้ไม่สามารถสร้างขึ้นใหม่หรือสูญหายไปได้”

3. งานวิจัยของการนำสารอื่น ๆ ทดแทนตะกั่วในกระบวนการ Fire Assay

3.1 กระบวนการทำโลหะมีค่าให้บริสุทธิ์ด้วยกระบวนการ Fire Assay โดยใช้บิสมัท ^[16]

David W. ได้จดสิทธิบัตรถึงการนำบิสมัทออกไซด์เพื่อมาใช้ในกระบวนการ refining สำหรับ โลหะมีค่าด้วยกระบวนการ Fire Assay โดยใช้บิสมัทออกไซด์เป็นฟลักซ์เพื่อไปจับตัวกับโลหะมีค่าและนำไป Cupellation ในช่วงอุณหภูมิที่กำหนด โดยสามารถแสดงเป็นแผนภาพได้ดังภาพประกอบ 5



ภาพประกอบ 5 แผนภาพแสดงขั้นตอนการทดลองใน U.S. patent 5,279,644

โดยในสิทธิบัตรนี้ได้อ้างถึงสิทธิในการคุ้มครองไว้ 3 ประการคือ

1. ขั้นตอนในการแยกโลหะมีค่า

- ก. หลอมโลหะตัวอย่างที่ผสมฟลักซ์ (ที่มีบิสมาทผสม) และสารอื่นๆเข้าด้วยกัน
- ข. ร่อนเม็ดโลหะเย็นตัว
- ค. แยกเม็ดโลหะที่มีบิสมาทผสมอยู่ออกจาก slag ที่เกาะ

2. การวิเคราะห์ปริมาณของโลหะมีค่าในโลหะตัวอย่าง

- ก. หลอมโลหะตัวอย่างที่ผสมฟลักซ์ (ที่มีบิสมาทผสม) และสารอื่นๆเข้าด้วยกัน
- ข. ร่อนเม็ดโลหะเย็นตัว
- ค. แยกเม็ดโลหะที่มีบิสมาทผสมอยู่ออกจาก slag ที่ติดอยู่ที่ผิว
- ง. นำไปทำ Cupellation ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 940 องศาเซลเซียส จนเหลือแต่

โลหะมีค่า

3. ส่วนผสมของบิสมาทฟลักซ์ ที่มีส่วนผสมของ

- ก. Bi_2O_3 : 10 – 80 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
- ข. Na_2CO_3 : 30 - 70 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
- ค. SiO_2 : 1 – 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
- ง. $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 1 – 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
- จ. CaF_2 : 1 – 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

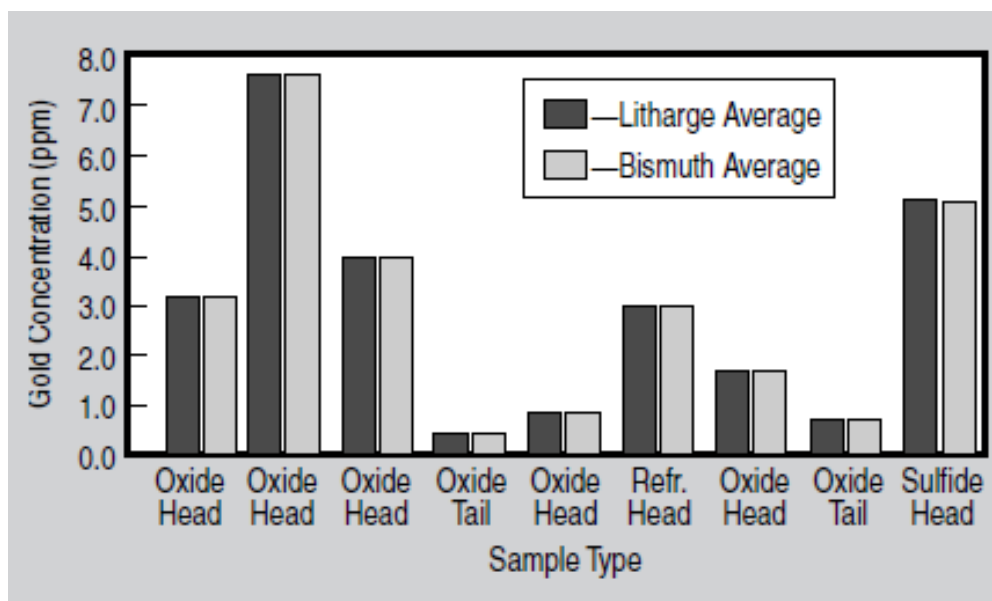
3.2 การใช้บิสมาทออกไซด์ในกระบวนการ Fire Assay ^[17]

Zack Kelly and Funsho Ojebuoboh ได้ทำการศึกษาในการนำบิสมาทไตรออกไซด์ใช้ทดแทนตะกั่วในการถลุงทองคำด้วยวิธี Fire Assay สำหรับแร่ทองคำ ซึ่งอธิบายถึงความคุ้มค่าในการนำมาทดแทน รวมทั้งพื้นฐานของการนำไปใช้ในกระบวนการ Fire Assay

ในงานวิจัยนี้ได้กล่าวถึงความคุ้มค่าในการนำบิสมาทไตรออกไซด์ (Bi_2O_3) มาใช้ในการถลุงแร่ของทองคำด้วยกระบวนการ Fire Assay เนื่องจากมีความเป็นมิตรต่อสภาพแวดล้อมมากกว่าตะกั่วออกไซด์ (PbO) แม้ราคาเมื่อเทียบกันต่อหน่วยแล้ว บิสมาทไตรออกไซด์จะมีราคาแพงกว่าแต่ก็เพียงเล็กน้อยเท่านั้น

ในกระบวนการทำ Fire Assay ด้วยบิสมาทไตรออกไซด์นั้นมีความแตกต่างจากการใช้ตะกั่วอยู่บ้างคือ ต้องใช้อุณหภูมิในขั้นตอน Cupellation ที่ต่ำกว่าตะกั่ว 55 องศาเซลเซียส และต้องใช้ระยะเวลาในการรอให้เม็ดโลหะเย็นตัวนานกว่า

และเมื่อเทียบความถูกต้องของผล Fire Assay ด้วยบิสมาทไตรออกไซด์ เปรียบเทียบกับตะกั่วออกไซด์ ด้วยตัวอย่างแร่ทองคำจาก 4 แหล่งแล้วพบว่า ปริมาณทองคำที่วิเคราะห์ได้จากทั้ง 2 วิธีนั้นเท่ากันหรือไม่มีความแตกต่างกันดังภาพประกอบ 6



ภาพประกอบ 6 เปรียบเทียบค่าเฉลี่ยของปริมาณทองคำจาก Fire Assay ด้วยตะกั่วและบิสมัท^[17]

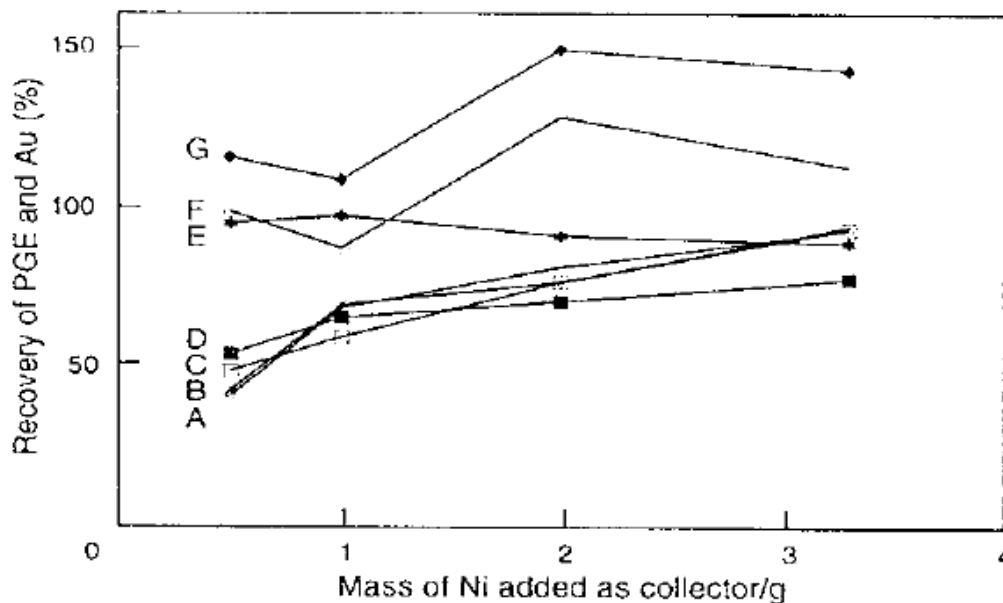
3.3 กระบวนการทำโลหะมีค่าให้บริสุทธิ์ด้วยกระบวนการ Fire Assay โดยใช้นิกเกิลซัลไฟด์

นิกเกิลซัลไฟด์มีการนำมาใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณของโลหะมีค่า ด้วยกระบวนการ Fire Assay โดยเฉพาะโลหะที่ไม่ใช่ทองคำเช่น Pt, Pd, Ir เป็นต้น ซึ่งมักจะใช้คู่กับกระบวนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP อีกครั้งหนึ่ง เนื่องการกระบวนการ Fire Assay ที่ใช้ตะกั่วนั้นไม่สามารถวิเคราะห์โลหะมีค่าที่อยู่รวมกันได้ แต่ข้อเสียของการวิเคราะห์ด้วยนิกเกิลซัลไฟด์คือมีราคาในการวิเคราะห์อยู่ที่ประมาณ 115\$ ในขณะที่การวิเคราะห์ด้วยตะกั่วหรือบิสมัทมีราคาในการวิเคราะห์อยู่ที่ประมาณ 8-16\$ ต่อตัวอย่าง^[18]

A. Frimpong และคณะ^[19] ศึกษาถึงปริมาณของนิกเกิลซัลไฟด์ในการนำมาใช้ทดแทนตะกั่วในกระบวนการ Fire Assay สำหรับการกลั่นแร่ในกลุ่มโลหะมีตระกูล (Noble metal) และนำไปวิเคราะห์ปริมาณโลหะมีค่าด้วยเทคนิค ICP-MS ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. ใช้แร่ตัวอย่าง 10 กรัม, Na_2CO_3 6.7 กรัม, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 13.3 กรัม, SiO_2 และใช้นิกเกิล : ซัลเฟอร์ ในอัตรา 0.66 : 1 ผสมลงไป โดยปรับเปลี่ยนปริมาณของนิกเกิลและซัลเฟอร์ที่ใช้
2. เมื่อผสมส่วนผสมทั้งหมดเข้ากันแล้วให้นำไปเผาที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1.25 ชั่วโมง จึงนำออกมาแล้วทิ้งให้เย็น
3. นำไปละลายในกรด HCl เข้มข้น 12 mol^{-1} ปริมาตร 400 มิลลิลิตร และนำไปต้มที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลากว่า 3 ชั่วโมง
4. และนำสารละลายที่ได้ไปเตรียมให้เหมาะสำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-MS ต่อไป

ซึ่งจากผลการทดลองในงานวิจัยนี้พบว่าปริมาณของนิกเกิลที่ 3 กรัม จะให้ค่าของปริมาณโลหะมีค่าในสินแร่ที่วิเคราะห์สูงที่สุด (ในงานวิจัยใช้นิกเกิล 0.5 , 1 , 2 และ 3 กรัม) ดังภาพประกอบ 7

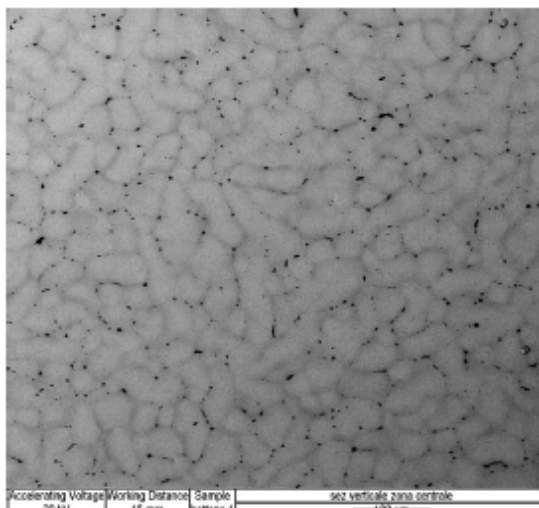


ภาพประกอบ 7 แสดงปริมาณโลหะมีค่าในสินแร่ตามปริมาณนิกเกิลที่ใช้วิเคราะห์^[19]

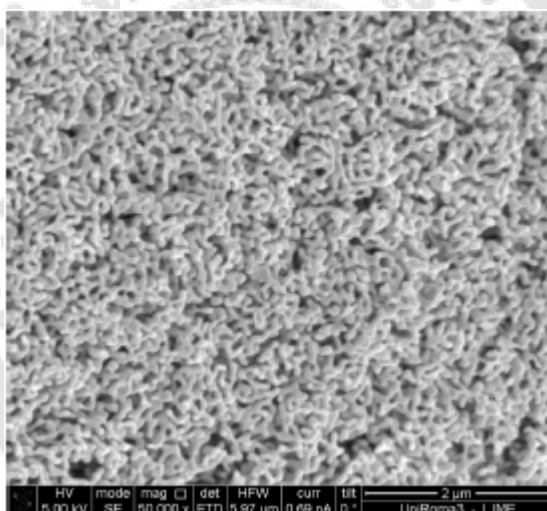
- A คือ โรเดียม
- B คือ รูทีเนียม
- C คือ พัลลาเดียม
- D คือ แพลตินัม
- E คือ อิริเดียม
- F คือ ออสเมียม
- G คือ ทองคำ

4. การวิเคราะห์ลักษณะของตัวอย่างที่ได้จากกระบวนการ Fire Assay

P. Battaini และคณะ^[20] ได้ศึกษาลักษณะการเปลี่ยนแปลงไปของโครงสร้างจุลภาคในแต่ละขั้นตอนของ Fire Assay ด้วย กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด และ กล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน ซึ่งพบว่าในขั้นตอนตัวอย่างก่อนกระบวนการ parting เม็ดโลหะนั้นจะไม่ได้มีแค่เพียงเงินและทองคำ แต่ยังคงมีออกไซด์ของเงินและทองแดงอยู่บนพื้นผิวซึ่งแสดงตัวจุดสีดำดังในภาพประกอบ 8 และ โครงสร้างของตัวอย่างจะมีลักษณะเป็นรูพรุนขนาดเล็กเมื่อผ่านกระบวนการ parting ดังภาพประกอบ 9



ภาพประกอบ 8 โครงสร้างจุลภาคก่อนกระบวนการ parting จุดสีดำแสดงตำแหน่งออกไซด์ของทองแดงและเงิน [20]



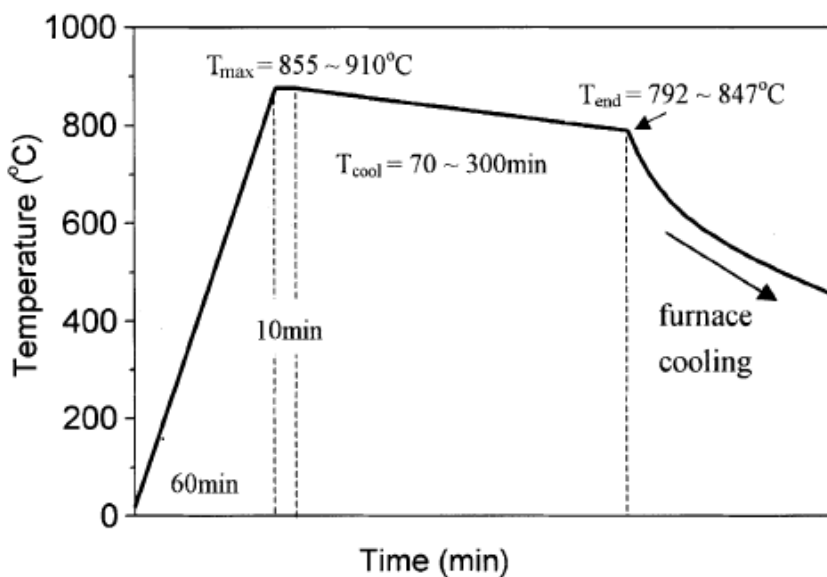
ภาพประกอบ 9 โครงสร้างจุลภาคหลังกระบวนการ parting แสดงรูพรุนขนาดเล็กในชิ้นงานตัวอย่าง [20]

5. การเคลือบผิวด้วยบิสมัทด้วยวิธีต่าง ๆ

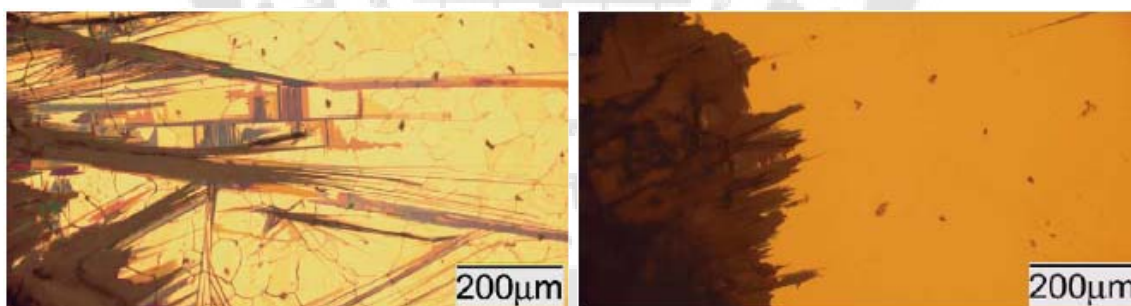
5.1 การเคลือบผิวด้วยบิสมัทออกไซด์ด้วยกระบวนการ melting

Yanjing Su และคณะ [21] ได้ศึกษาการเคลือบบิสมัทออกไซด์บนฟิล์มโลหะเงินที่มีความหนา 5 ไมโครเมตรซึ่งทำการเคลือบด้วยวิธี RF-magnetron sputtering ลงบน แมกนีเซียมออกไซด์ในการวิจัยนี้ได้นำผงของสารประกอบบิสมัท (Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O) อัดเป็นก้อนขนาด 100-150 ไมโครเมตร วางบนแผ่นเงินและนำไปเข้าเตาอบตามอุณหภูมิและเวลาตามภาพประกอบ

10 และมีการใส่ก๊าซออกซิเจนเข้าไปในขณะอบด้วยซึ่งมีลักษณะพื้นผิวของชั้นเคลือบที่ได้ตั้งภาพประกอบ 11 พบว่าการเติมตะกั่วลงไปในส่วนประกอบบิสมัทจะช่วยให้ ชั้นเคลือบชั้นของบิสมัทนั้นจะช่วยเพิ่มความเป็ยกให้แก่บิสมัทขณะหลอมเหลวและทำให้การกระจายของบิสมัทดีขึ้นด้วย



ภาพประกอบ 10 แสดงขั้นตอนการอบในการสร้างฟิล์มของบิสมัท [21]



ก)

ข)

ภาพประกอบ 11 ลักษณะพื้นผิวฟิล์มเมื่อถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์ทางแสง

ก) ลักษณะพื้นผิวของแผ่นเงิน

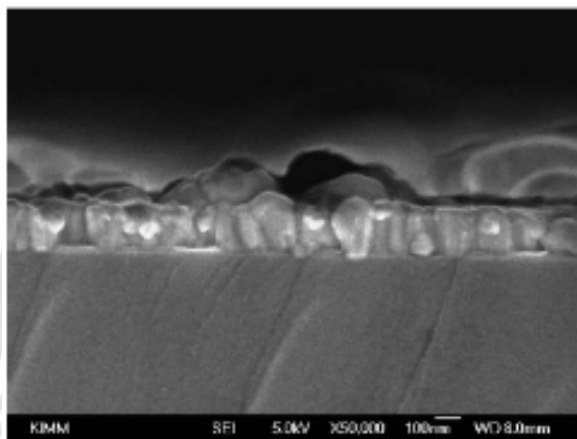
ข) ลักษณะพื้นผิวของชั้นเคลือบ $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ [21]

5.2 การเคลือบผิวด้วยบิสมัทออกไซด์ด้วยกระบวนการ RF-magnetron sputtering

Dong-Ho Kim และคณะ [22] ได้ทำการสร้างฟิล์มของบิสมัทบนแผ่นแก้วด้วยวิธี RF magnetron sputtering โดยได้ศึกษาถึงปัจจัยของอุณหภูมิที่ส่งผลต่อการสร้างฟิล์ม โดยเกรนของ

บิสมัทที่อุณหภูมิสูงกว่า 393 เคลวิน จะเกิดการโตของเกรนและรวมตัวกัน แต่จะเกิดการแยกกันของเกรนเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 448 เคลวิน

ในการสร้างฟิล์มได้ใช้บิสมัทบริสุทธิ์ 99.999% เป็นแหล่งแหล่งกำเนิดเพื่อที่จะให้ไปเคลือบลงบนแผ่นแก้ว ภายใต้บรรยากาศที่ปกคลุมด้วยก๊าซอาร์กอน และมีการควบคุมอุณหภูมิของแผ่นแก้วกัวย่างที่ความร้อนที่ทำจากคาร์บอนที่อยู่ด้านใต้ โดยใช้เวลาในการ sputtering เป็นเวลา 10 นาที ได้ความหนาของชั้นฟิล์มบิสมัทที่อุณหภูมิห้องอยู่ที่ 180 นาโนเมตร โดยฟิล์มที่สร้างได้มีลักษณะดังภาพประกอบ 12



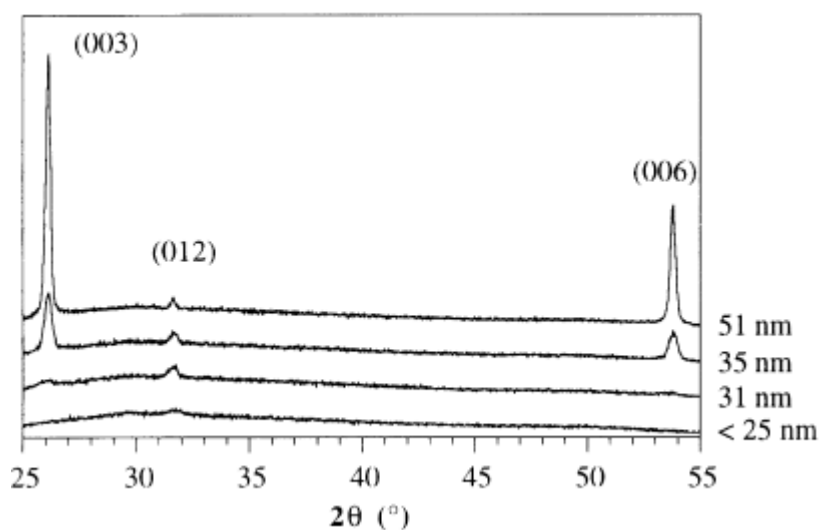
ภาพประกอบ 12 แสดงความหนาของชั้นฟิล์มบิสมัทที่สร้างขึ้น [22]

5.3 การเคลือบผิวด้วยบิสมัทออกไซด์ด้วยกระบวนการ pulse laser deposition

M.O. Boffoue และคณะ [23] ได้ทำการศึกษาการสร้างฟิล์มของบิสมัทลงบนแผ่นแก้วที่อุณหภูมิห้องด้วยกระบวนการ pulse laser deposition โดยใช้ Nd:YAG เป็นตัวกำเนิดเลเซอร์ ซึ่งจากการทดลองนี้ได้ฟิล์มหนา 25 ถึง 450 นาโนเมตร

ในงานวิจัยนี้ได้สร้างฟิล์มภายใต้บรรยากาศ 10^{-8} – 10^{-7} mbar มี Nd:YAG เป็นตัวกำเนิดเลเซอร์ และควบคุมอุณหภูมิในขณะทดลองให้เท่ากับอุณหภูมิห้อง โดยปรับเปลี่ยนเวลาในการเคลือบอยู่ระหว่าง 30 – 180 นาที ทำให้ได้ฟิล์มหนา 25 – 450 นาโนเมตร

ซึ่งผลการทดลองในงานวิจัยนี้พบว่าที่ความหนาของชั้นฟิล์ม 26 นาโนเมตรนั้นจะยังพบว่า มีบางจุดของฟิล์มที่ยังไม่เชื่อมต่อกันอยู่ แต่เมื่อความหนาของฟิล์ม 35 นาโนเมตรฟิล์มจะเป็นเนื้อเดียวกันอย่างสมบูรณ์โดยไม่มีช่องว่างแทรกซึ่งผลการตรวจสอบด้วย XRD ได้ผลดังภาพประกอบ 13



ภาพประกอบ 13 แสดงผลการวิเคราะห์ลักษณะของชั้นความหนาฟิล์มที่ได้ด้วย XRD ^[23]

6. เครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

6.1 กล้องจุลทรรศน์ทางแสง (Optical Microscope) ^[24]

กล้องจุลทรรศน์แสงแบ่งออกเป็นสองประเภทหลัก ได้แก่ ชนิดที่แสงส่องทะลุผ่านชิ้นงาน กับชนิดสะท้อนซึ่งแสงจะตกกระทบและสะท้อนจากผิวชิ้นงาน โดยใช้แสงและระบบกำเนิดแสงเป็นพื้นฐาน ซึ่งกล้องจุลทรรศน์แบบใช้หลักการของแสงตกกระทบ สามารถตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค ด้วยกำลังขยาย 100 – 1,000 เท่า

แสงจากแหล่งกำเนิดสะท้อนผ่านเลนส์วัตถุและตกกระทบบนผิวหน้าชิ้นงานที่ผ่านการขัดมันมาอย่างดี ลำแสงที่ตกกระทบลงบนผิวหน้าของชิ้นงานจะสะท้อนและผ่านกลับเข้าไปในเลนส์วัตถุ และผ่านเข้าสู่ช่องมองภาพ หลักการทำงานของกล้องชนิดนี้จึงเป็นที่มาของชื่อกล้องจุลทรรศน์ (reflected light microscope) หรือบางครั้งเรียกว่ากล้องจุลทรรศน์ทางโลหะวิทยา (metallographic microscope) การเตรียมผิว เริ่มจากการขัดผิวชิ้นงานจนเรียบให้สะท้อนแสงได้เหมือนกระจกทำได้โดยการขัดด้วยกระดาษทรายและผงขัดละเอียดที่มีขนาดเล็กมาก หลังจากนั้นกัดผิว (etching) ด้วยสารเคมีที่เหมาะสมจะมองเห็นโครงสร้างจุลภาคเพราะวัสดุในแต่ละเกรนมีทิศทางแตกต่างกัน จึงมีความไวต่อการเกิดปฏิกิริยาต่างกัน ทำให้แต่ละเกรนในวัสดุหลายผลึกถูกกัดผิวไม่เท่ากัน หลังจากกัดผิวแล้วที่ขอบเกรนเกิดร่องขนาดเล็กขึ้น เนื่องจากอะตอมที่บริเวณขอบเกรนมีความไวต่อการเกิดปฏิกิริยามากกว่าบริเวณอื่น ถ้าวัสดุมีมากกว่า 1 เฟส การกัดผิวจะทำให้พื้นผิวของแต่ละเฟสแตกต่างกันจึงสามารถแยกบริเวณที่มีเฟสต่างกันออกจากกันได้

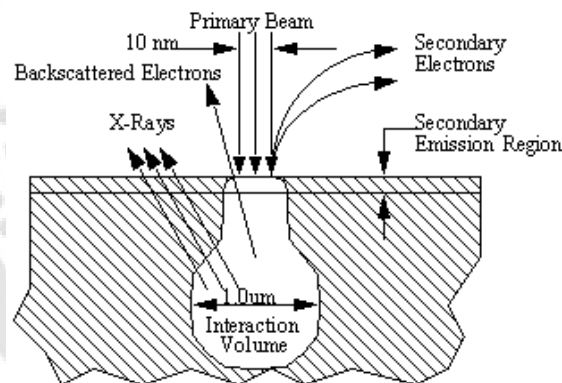
6.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) ^[26]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นกล้องที่ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนฉายหรือส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบให้ได้ข้อมูลของลักษณะพื้นผิวปรากฏเป็นภาพ

ขยายที่สามารถมองเห็นด้วยตาเปล่า หรืออาจบันทึกภาพที่ปรากฏบนแผ่นฟิล์มได้ โดยปกติมีกำลังขยายประมาณ 100 – 20,000 เท่า

หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง (1,000 ถึง 3,000 อิเล็กตรอนโวลต์ หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบี่ยงล่างโดยแผ่นแอโนด (anode plate) ภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} ทอร์ และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่จะปรับลำอิเล็กตรอน (electron beam) ให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบี่ยงล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราด (scan coil) ของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนพื้นที่ผิวตัวอย่าง ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยา (interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ชั้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่างๆ และสะท้อนอิเล็กตรอนทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (electron signal) ชนิดต่างๆออกมา ดังภาพประกอบ 14

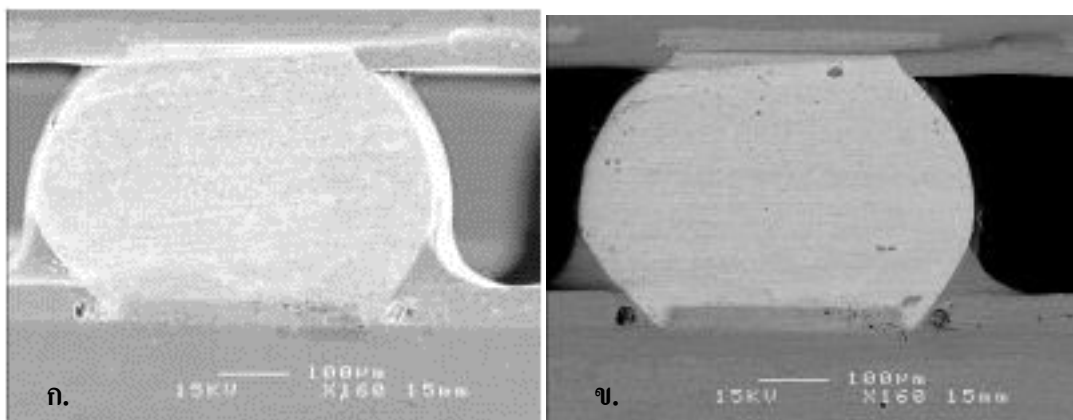


ภาพประกอบ 14 แสดงแผนภาพการเกิดอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่าง [28]

โดยสัญญาณภาพที่รับจากตัวรับสัญญาณ (Detector) มาสร้างเป็นภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคเกิดมาจากสัญญาณอิเล็กตรอน 2 แบบ [29] คือ

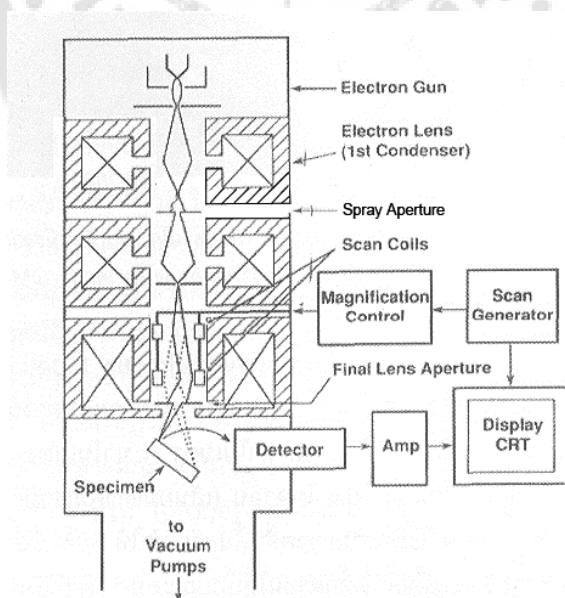
1. อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electrons , SE) เป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำที่เกิดจาก Primary Electrons ไปชนเอาอิเล็กตรอนที่ผิวตัวอย่างหลุดออกมา โดยจะหลุดออกจากผิวตัวอย่างที่ความลึกจากพื้นผิวไม่เกิน 10 นาโนเมตร ให้ภาพที่มีรายละเอียดสูง ความเข้มของ SE จะขึ้นกับมุมที่ Primary Electrons ตกใส่ และสภาพพื้นผิวตัวอย่าง ให้ภาพที่มีรายละเอียดสูง ภาพที่ได้จาก SE เรียกว่า Secondary Electron Image, SEI ดังภาพประกอบ 15(ก)

2. อิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Back Scattered Electrons , BSE) คือ Primary Electrons ที่กระเจิงกลับออกมาจากผิวตัวอย่าง กล่าวคือ เมื่อ Primary Electrons วิ่งเข้าใกล้หรือเข้าชนนิวเคลียสของอะตอมบนผิวตัวอย่างก็จะเกิดการ เปลี่ยนทิศทางการกระเจิงกลับออกมาจากผิวตัวอย่าง โดย BSE ให้ข้อมูลความแตกต่างของน้ำหนักอะตอม (atomic number, Z) เฟสสว่างกว่าจะเป็นเฟสที่มี Z มากกว่า เฟสที่ต่ำกว่าจะเป็นเฟสที่มี Z น้อยกว่า สัญญาณ backscatter จะมีกำลังแยกแยะเชิงระยะทางน้อยกว่าสัญญาณ secondary ภาพที่ได้จาก BSE เราเรียกว่า Back Scattered Electron Image (BEI) ดังภาพประกอบ 15(ข)



ภาพประกอบ 15 แสดงการเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างภาพถ่าย SEI ก. กับ BEI ข. [30]

ส่วนประกอบหลักของเครื่องอิเล็กตรอนประกอบไปด้วยส่วนประกอบหลักๆที่สำคัญ [26] ดังภาพประกอบ 16



ภาพประกอบ 16 แสดงส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง SEM [27]

1. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun) อยู่ด้านปลายสุดของ column ซึ่งต่อกับสายไฟฟ้าแรงสูง (high voltage generator) ที่ต่อจากถังแปลงไฟฟ้าแรงสูงซึ่งแปลงจาก 110 volts หรือ 220 volts ไปเป็นไฟฟ้าที่มีความดันไฟฟ้าสูง คือ ระหว่าง 1-30 Kilovolts ซึ่งเพียงพอสำหรับ SEM แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนประกอบด้วยลวดโลหะ tungsten ที่บิดเป็นภาพประกอบตัววี (V) เรียกว่า filament และล้อมด้วยโลหะภาพประกอบกรวย (Wehnelt cylinder) มีรูอยู่ปลายกรวย เมื่อกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1000 volts จะไปเข้ามาสู่ filament ลวดตัววีดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูง ประจุอิเล็กตรอนก็จะกระจายออกมา ในสภาวะสุญญากาศภายใน column ประจุอิเล็กตรอนซึ่งเป็นประจุลบจะถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวก (anode plate) ที่อยู่ด้านล่างของ electron gun ประจุอิเล็กตรอนส่วนใหญ่จะถูกดึงผ่านรูของกรวยไปยังทิศทางที่กำหนดคือลงสู่สนามแม่เหล็กที่สามารถรวบรวมประจุอิเล็กตรอนที่มีอยู่ให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นเพียงพอสำหรับฉายลงบนตัวอย่าง

Electron gun ซึ่งมี filament และ Wehnelt cylinder อยู่ภายใน สามารถทำให้ขยับเขยื้อนได้ด้วยสกรูที่อยู่รอบๆ ด้านนอก electron gun ทั้งนี้เพื่อให้ electron gun อยู่ในแนวตรงได้ศูนย์กลาง หรือตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กของเลนส์สนามแม่เหล็กภายใน column ใน SEM สมัยใหม่ นอกจากจะมีปั๊มหรือสกรูที่ช่วยปรับ electron gun ให้ได้ศูนย์กลางแล้ว ยังมีขดลวดที่มีสนามแม่เหล็กไฟฟ้าบริเวณแผ่น anode เพื่อจะช่วยปรับลำแสงอิเล็กตรอนให้อยู่ศูนย์กลางของสนามแม่เหล็กในเลนส์ชุดแรก ขดลวดดังกล่าวเรียกว่า alignment coil ซึ่งสามารถควบคุมและปรับได้ตามต้องการโดยหมุนและปรับปั๊ม (alignment knobs) บนแผงของ console unit

2. เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอน พร้อมขดลวดขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอน (electronmagnic lens & scan coils) เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกัน ทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงภาพประกอบกรวยที่เล็กที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ ลำแสงดังกล่าวไปตกกระทบบนผิวตัวอย่าง และพร้อมกันนั้นก็ใช้สนามแม่เหล็กขับหรือผลักให้ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อนไปบนผิวตัวอย่างในแนวที่ต้องการเป็นบริเวณภาพประกอบสี่เหลี่ยมจัตุรัส

โดยทั่วไปแล้วเลนส์ของ SEM ประกอบด้วยเลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้าจำนวน 2-3 ชุด ซึ่งวางซ้อนกันใน column เลนส์ชุดแรกอยู่ที่ anode plate ซึ่งอยู่ด้านล่างของ electron gun ชุดอื่น ๆ ก็วางไว้ในแนวเดียวกันถัดลงมาตามลำดับ เลนส์ดังกล่าวจัดว่าเป็นเลนส์รวมแสงอิเล็กตรอน (condenser lens) บางครั้งเลนส์ชุดสุดท้ายซึ่งอยู่ล่างสุดเรียกชื่อเฉพาะว่า objective lens ทั้ง ๆ ที่ทำหน้าที่รวมแสงเพื่อให้เกิดกระทบบนตัวอย่าง

Aperture ของเลนส์ชุดสุดท้ายก่อนที่ลำแสงอิเล็กตรอนจะมาสัมผัสกับตัวอย่างเป็น Aperture พิเศษ เรียกว่า objective lens มีไว้เพื่อกั้นกรองลำแสงอิเล็กตรอนให้เป็นภาพประกอบกรวยขนาดเล็กที่มีความสมมาตรที่สุด รวมทั้งกำหนดขนาดและปริมาณของอิเล็กตรอนให้กระทบจุดต่าง ๆ บนผิวตัวอย่างเพื่อให้ภาพที่มีความลึกกว่าปกติ

บริเวณเลนส์ชุดสุดท้ายของ SEM (อาจอยู่ด้านบนหรือด้านล่าง) ของเลนส์มีอุปกรณ์ที่สำคัญยิ่ง SEM จะขาดเสียมิได้ นั่นคือมีขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ทำหน้าที่

ขั้วเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electron beam) ให้กราดไปบนผิวของตัวอย่าง ชั้นส่วนหรืออุปกรณ์นี้เรียกว่า Scan coils ซึ่งควบคุมโดยระบบไฟฟ้าที่เรียกว่า Scan generator ตัวควบคุมนี้ ยังทำหน้าที่ควบคุมการกราดของลำแสงที่เป็นเส้นในจอรับภาพ (CRT) ให้เคลื่อนไปในทิศทางและเวลาเดียวกันกับลำแสงอิเล็กตรอนที่ส่องกราดไปบนตัวอย่างปุ่มควบคุม ซึ่งตามความเป็นจริงเป็นการปรับ Scan generator เป็นการบังคับทั้งลำแสงอิเล็กตรอนและลายเส้นบนจอ CRT ให้เร็วหรือช้า ปุ่มบังคับนี้อยู่บนแผงของ Console unit เช่นกัน

3. อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (Imaging & photographic devices) ทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับให้เป็นภาพและภาพที่ปรากฏบนจอ CRT ก็พร้อมที่จะทำการบันทึกไว้ด้วยกล้องถ่ายภาพประกอบแบบง่าย ๆ อุปกรณ์สร้างภาพประกอบด้วย ท่อนำแสงและเครื่องขยาย และเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นไฟฟ้า การสร้างภาพเริ่มจากการประจุอิเล็กตรอนหุติยภูมิ ซึ่งประจุอิเล็กตรอนชนิดนี้ จะถูกจับและรวบรวมไว้แล้วนำสู่แท่งแก้วใสประเภทท่อนำแสง (light pipe) ในลักษณะของแสง (photons) แสงที่ส่งผ่านท่อแท่งแก้วนี้จะเคลื่อนไปสู่เครื่องขยายแสง (photo-multiplier) ซึ่งจะเปลี่ยนแสงชนิด photons นี้ไปเป็นอิเล็กตรอนอีกครั้งหนึ่ง อิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะผ่านเครื่องขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าให้ปรากฏในจอภาพ (CRT) ที่ติดตั้งไว้บน console unit ลำแสงไฟฟ้าบนจอรับภาพ (CRT) สามารถบันทึกได้โดยกล้องถ่ายภาพ ซึ่งการถ่ายภาพในภาพประกอบแบบนี้เป็นการบันทึกลำแสงเป็นเส้นที่เคลื่อนที่จากซ้ายไปขวาบนจอ CRT ที่ละเส้น จนเต็มจอภาพ

6.3 วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานแบบกระจายตัว (Energy Dispersive spectrometer, EDS)

[31]

EDS เป็นเครื่องมือหนึ่งที่ปกติโดยมากจะใช้ร่วมกับเครื่อง SEM ช่วยให้สามารถวิเคราะห์ธาตุ องค์ประกอบของตัวอย่างในระดับ Microanalysis ซึ่งใช้ตัวอย่างน้อยมาก และไม่สูญเสียตัวอย่างด้วยชุด x-ray spectrometer จะแปลงโฟตอนของรังสีเอกซ์ เข้าไปใน พัลส์ไฟฟ้า แล้วระบุในลักษณะเป็น ช่วงคลื่น และความกว้าง แต่ละช่องสัญญาณ ผู้วิเคราะห์ต้องวัดค่าพัลส์ และ ในการเพิ่มขึ้นต้องตรงกับ “ช่องพลังงาน” ในจอแสดงผล ถ้าไม่ตรงกันก็จะเกิดการผิดพลาดที่แสดงให้เห็นบนจอแสดงผล โดยมีค่าความผิดพลาดในการวิเคราะห์ประมาณ 2%

ตำแหน่งของช่องสัญญาณคือสัดส่วนที่โฟตอนของรังสีเอกซ์ ถูกส่งเข้าไปในเครื่องตรวจจับ แสดงผลออกมาเป็นกราฟแสดงค่าความถี่ของการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ที่แน่นอนโดยเครื่องจะตรวจจับ เฉพาะพีคสูงสุดซึ่งเป็นสัดส่วนกับจำนวนของธาตุเฉพาะ ในการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีชีวิต ดังนั้น พีคในระยะเวลาที่สูงที่สุด และอีกหลายปัจจัย ที่อนุญาตให้ผู้วิเคราะห์สามารถระบุชื่อของธาตุในตัวอย่างได้ คือจะใช้มาตรฐานของการจำแนกเชิงปริมาณ และการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ที่สามารถทำได้ในธาตุที่มีเลขอะตอมเท่ากับ 4 (คาร์บอน)หรือมากกว่านั้น

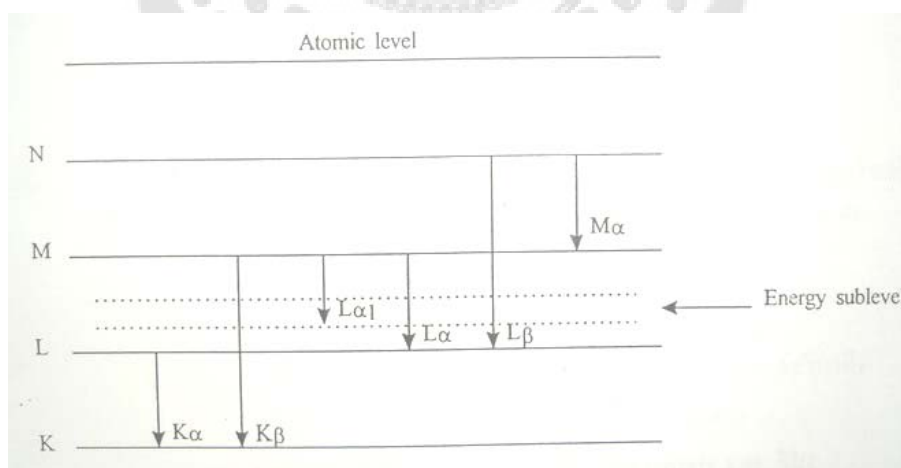
การอ่านค่าพลังงานของรังสีเอกซ์บนสเปกตรัมการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตรวจวัดได้ ซึ่งจะรายงานค่าความเข้มของรังสีบนแกนตั้งและค่าพลังงานของรังสีบนแกนนอน พลังงานของรังสีเอกซ์ที่คายออกมาเนื่องจากการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนในอะตอมของ

ธาตุหนึ่ง ๆ จะมีความเฉพาะเจาะจง แยกแยะจากของธาตุอื่น ๆ ได้ แม้ว่าจะมีการซ้อนทับกันของตำแหน่งพีค แต่ส่วนใหญ่สามารถทราบได้ว่ามีธาตุใดเป็นส่วนประกอบ โดยพิจารณาจากตำแหน่งและความเข้มของพีคข้างเคียง

การรวบรวมระบบ EDS กับ SEM เข้าด้วยกัน ใช้ในการศึกษาในระดับโครงสร้างแบบจุลภาค, องค์ประกอบของธาตุ, เฟสแทรก, สิ่งเจือปน, ตำหนิ และวัสดุที่มีขนาดเล็ก ในโหมดการสแกนหน่วย SEM/EDS สามารถ ใช้สร้างตำแหน่งบนตารางธาตุ เนื้อหาและการแจกแจงข้อมูลได้

หลักการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์

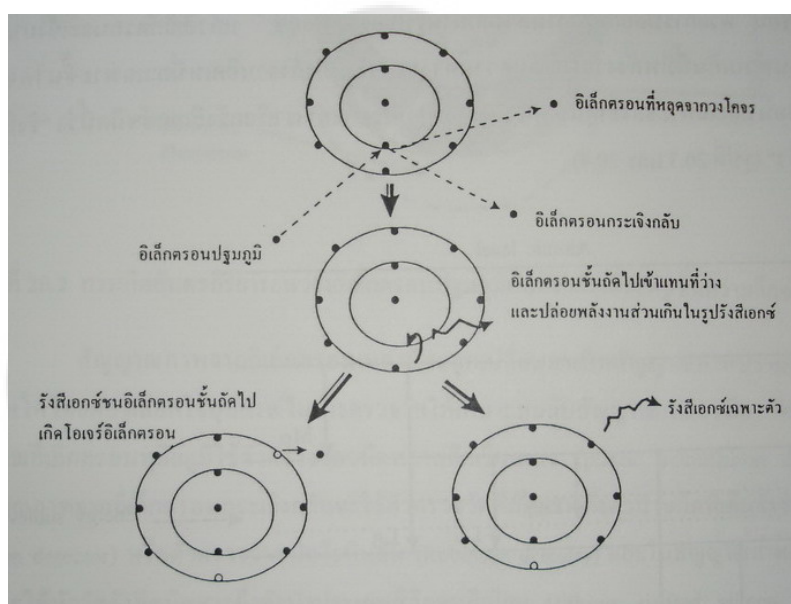
ในระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์สำหรับ SEM นี้ใช้ระบบวิเคราะห์แบบ EDS ซึ่งเป็นระบบที่นิยมใช้กันมาก เนื่องจากสะดวก รวดเร็วและให้ผลโดยประมาณได้ เนื่องจากสามารถวิเคราะห์ธาตุที่มีอยู่ได้และใช้เวลาไม่นานเพียงไม่กี่นาที โดยในแบบ EDS มีหลักการวิเคราะห์คือเมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนในชั้นที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นเกิน พลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) ของชั้นโคจรจึงหลุดออกจากวงโคจรและทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร จากนั้นอะตอมที่อยู่ในสภาวะถูกกระตุ้นลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น (10-15 วินาที) โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดออกไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในภาพประกอบของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับความแตกต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอนและเฉพาะของธาตุนั้น ๆ จึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่า เราเรียกรังสีเอกซ์ชนิดนี้ว่า "รังสีเอกซ์เฉพาะตัว" ดังภาพประกอบ 17 และ 18



ภาพประกอบ 17 แสดงการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ระดับพลังงานของชั้นโคจรต่าง ๆ [31]

ในระบบการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDS หัววัดรังสีที่นิยมใช้ในปัจจุบันคือ หัววัดรังสีแบบ Si(Li) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่มีพลังงานในช่วง 1 ถึง 30 กิโล

อิเล็กตรอนโวลต์ หรือหัววัดชนิดเจอร์มาเนียมความบริสุทธิ์สูง (High Purity Germanium , HPGe) ซึ่งสามารถวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวได้ช่วงกว้างคือ 3 ถึง 200 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ อย่างไรก็ตาม แม้ว่าหัววัด HPGe จะสามารถวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวได้ช่วงกว้างกว่า แต่ในการวิเคราะห์ธาตุบาง หัววัดชนิด Si(Li) ซึ่งสามารถวัดได้ในย่านพลังงานต่ำ 1 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ก็ยังคงมีความจำเป็นอยู่มาก ทั้งนี้หัววัดรังสีเอกซ์ทั้ง 2 แบบ จะเปลี่ยนพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในภาพประกอบของศักย์ไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกของหัววัดจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด จากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดี่ยวหรือหลายช่องจะเก็บสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ภายในเครื่องและแสดงผลวิเคราะห์บนจอภาพในภาพประกอบของสเปกตรัม พร้อมทั้งผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพ



ภาพประกอบ 18 แสดงการกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน

ภาพประกอบแบบการวิเคราะห์ธาตุในตัวอย่าง

การวิเคราะห์ธาตุในตัวอย่างในระบบ EDS กระทำได้ 3 วิธีด้วยกัน คือ

1. การวิเคราะห์ส่องกราดเฉพาะพื้นที่ (area scan analysis) หรือเรียกว่าเป็นการทำเอกซเรย์แมปปิง (X-ray mapping) เป็นการวิเคราะห์โดยใช้ลำอิเล็กตรอนส่องกราดบนผิวตัวอย่างเป็นพื้นที่เล็กๆ โดยความกว้างของพื้นที่ขึ้นกับกำลังขยายที่ใช้และมีลักษณะการส่องกราดเป็นแนวจากซ้ายไปขวาและบนลงล่างเหมือนโทรทัศน์ รังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่พุ่งออกมาจากตัวอย่างจะเป็นจุดต่อจุด ภาพที่ได้จากการวิเคราะห์แบบนี้จะแสดงถึงลักษณะการกระจายของธาตุนั้นๆ

2. การวิเคราะห์ส่องกราดตามแนวเส้น (Line scan analysis) เป็นการวิเคราะห์โดยใช้การส่องกราดลำอิเล็กตรอนเป็นแนวนอนบนตัวอย่าง ณ ตำแหน่งที่สนใจ เพื่อวัด

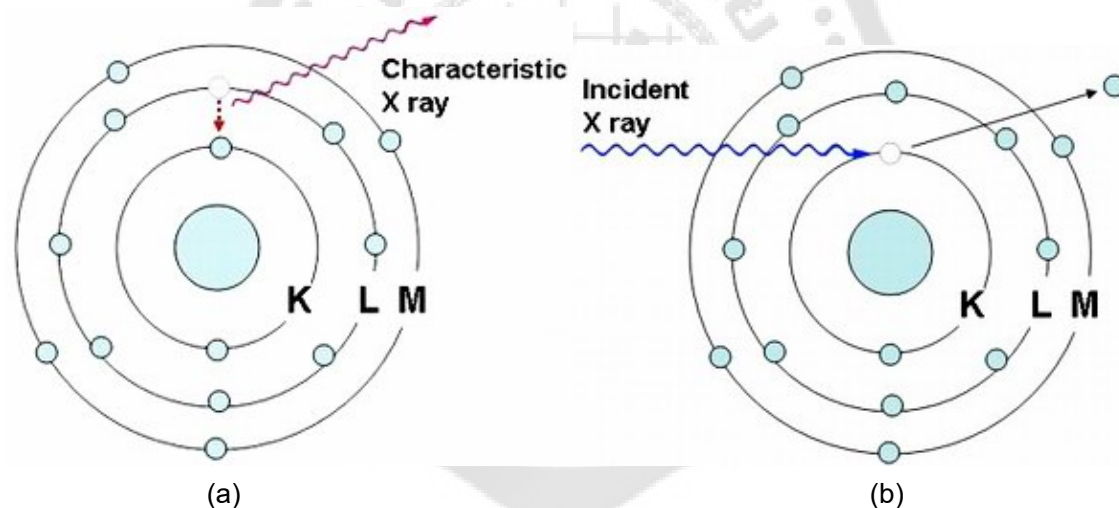
ความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะตัว นิยมใช้ในกรณีที่ต้องการจะหาขอบเขต (boundary) ของรอยต่อหรือเฟสของโครงสร้าง

3. การวิเคราะห์เฉพาะจุด เป็นการวิเคราะห์ที่ให้ลำอิเล็กตรอนกระทบอยู่หนึ่งกับที่บนผิวตัวอย่าง ณ จุดที่ต้องการวิเคราะห์ เพื่อวัดปริมาณรังสีเอกซ์เฉพาะตัวตรงจุดที่ต้องการ

6.4 การวิเคราะห์โดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence, XRF) ^[25]

เอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ชนิดและปริมาณธาตุในสารตัวอย่างซึ่งมีความผิดพลาดในการวิเคราะห์ประมาณ 0.5 % โดยอาศัยหลักการที่อิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอมเปลี่ยนจากระดับชั้นที่มีพลังงานสูงไปยังชั้นที่มีพลังงานต่ำกว่าและคายพลังงานออกมาในภาพประกอบของรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานจำเพาะของแต่ละธาตุ (characteristic X ray)

เมื่อยังรังสีเอกซ์ รังสีแกมมา อิเล็กตรอนหรือโปรตอนไปยังอะตอมของธาตุ จะชนกับอิเล็กตรอนในวงโคจรและทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกไปจากอะตอมทำให้ตำแหน่งนั้นว่าง อิเล็กตรอนในชั้นที่มีพลังงานสูงกว่าจะเข้ามาแทนที่เช่น จากชั้น L ไปชั้น K จากชั้น M ไปชั้น K หรือจากชั้น M ไปชั้น L โดยคายพลังงานส่วนเกินออกมาในภาพประกอบของรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานจำเพาะ แสดงดังภาพประกอบ 19



ภาพประกอบ 19 แสดงการเกิดรังสีเอกซ์ในอะตอม^[16]

(a) รังสีเอกซ์พลังงานสูงทำให้อิเล็กตรอนในชั้น K หลุดออกไปจากวงโคจร

(b) อิเล็กตรอนในชั้น M ที่มีพลังงานสูงกว่าจึงต้องคายพลังงานเพื่อให้พลังงานต่ำลงและมาแทนที่

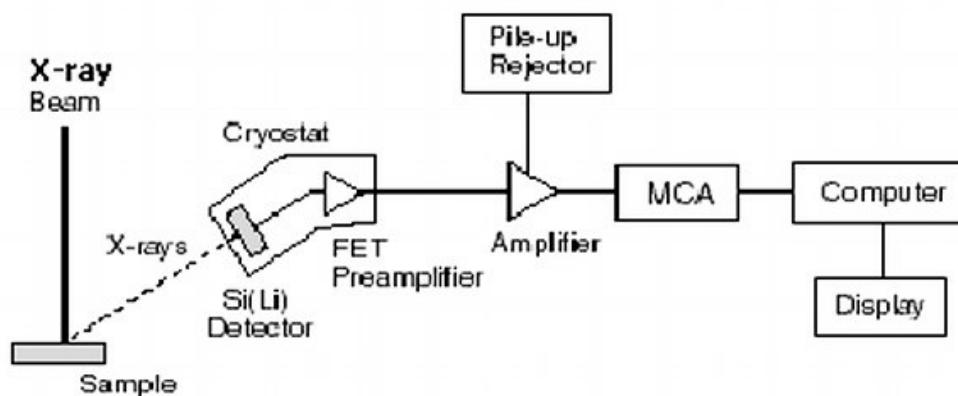
รังสีเอกซ์จำเพาะ (characteristic X-ray) ที่เกิดจากอิเล็กตรอนในชั้นที่สูงกว่าลงไปแทนที่ว่างในชั้น K เรียกว่า K radiation หรือ K X-ray และเรียกว่า L radiation หรือ L X-ray ถ้าเป็นรังสีเอกซ์ที่เกิดจากอิเล็กตรอนลงไปแทนที่ว่างในชั้น L โดยส่วนใหญ่อิเล็กตรอนที่หลุดออกไปจากวงโคจรจะเป็นอิเล็กตรอนในชั้น K ทำให้อิเล็กตรอนจำเพาะที่คายออกมา มีความเข้มของ K X-ray มากกว่า L X-ray

รังสีเอกซ์จำเพาะจากอิเล็กตรอนในชั้นที่สูงกว่าหนึ่งระดับจะกำกับด้วยเครื่องหมาย a เช่น อิเล็กตรอนจากชั้น L ไป $K = K_\alpha$ หรือ อิเล็กตรอนจากชั้น M ไป $L = L_\alpha$

การหาชนิดของธาตุ สามารถทำได้โดยการวิเคราะห์พลังงานของรังสีเอกซ์จำเพาะ ขณะที่การหาปริมาณธาตุ สามารถทำได้โดยการวิเคราะห์ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่คายออกมาของอิเล็กตรอนในชั้น K และชั้น L และค่าของพลังงานรังสีเอกซ์จำเพาะของแต่ละธาตุ

การวิเคราะห์โดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ โดยทั่วไป จะทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากอะตอมโดยใช้รังสีเอกซ์พลังงานสูงจากหลอดรังสีเอกซ์ (X-ray tube) หรือไอโซโทปรังสี (radioisotope) ที่ให้รังสีเอกซ์

อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดรังสีเอกซ์โดยทั่วไปประกอบด้วยหัววัดรังสี (detector) ส่วนสร้างสัญญาณ (preamplifier) ส่วนขยายสัญญาณ (amplifier) ส่วนวิเคราะห์สัญญาณ (multichannel analyzer) หรือ MCA ประกอบด้วยคอมพิวเตอร์ที่มีโปรแกรมประมวลผลและแสดงผลการวิเคราะห์ดังภาพประกอบ 20



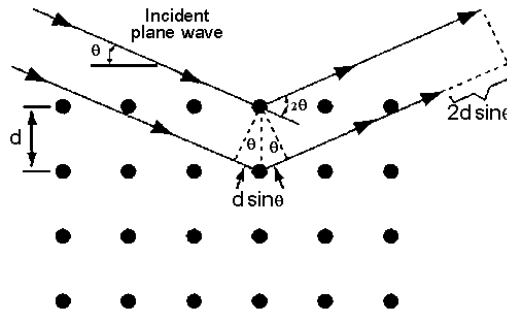
ภาพประกอบ 20 หลักการวิเคราะห์โดยเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์

6.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) ^[32]

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction; XRD) เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง (Non-destructive Method) ซึ่งอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยรังสีเอกซ์จะเลี้ยวเบนไปตามช่องว่างระหว่างอะตอมภายในผลึก และจะถูกบันทึกค่า แล้วทำการวิเคราะห์ธรรมชาติของโครงสร้างผลึกนั้นๆ เทคนิคนี้เป็นที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในงานด้านเคมีและเคมีชีวภาพ โดยใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของโมเลกุลต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นสารประกอบอินทรีย์ ดีเอ็นเอ โปรตีนที่มีอยู่ตามธรรมชาติ รวมถึงวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้น ผู้ผลิตได้พัฒนาเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในเทคนิคนี้ให้มีความสามารถมากยิ่งขึ้นและใช้งานได้ง่ายขึ้น ทำให้เอื้อประโยชน์สำหรับนักวิทยาศาสตร์ที่จะนำไปใช้ปรับปรุง พัฒนา หรือยกระดับการวิเคราะห์ วิจัย หรือตรวจสอบในระดับสูงขึ้นไป

หลักการและวิธีการวิเคราะห์

วัสดุที่เป็นผลึก คือ วัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังภาพประกอบ 21 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับธรรมชาติของผลึก



ภาพประกอบ 21 แสดงลักษณะการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก [33]

ในปี ค.ศ. 1912 W.L.Bragg ได้เสนอแนวคิดว่าเมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบ θ รังสีเอกซ์บางส่วนจะเกิดการสะท้อนกลับ (เลี้ยวเบน) ที่มุมสะท้อน θ เท่ากับมุมตกกระทบ ดังแสดงในภาพประกอบ 20 ซึ่งความสัมพันธ์ของค่าตัวแปรต่าง ๆ ถูกเสนอในภาพประกอบสมการ ซึ่งสมการดังกล่าวเรียกว่า “Bragg's Law”

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

- โดยที่ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก
 θ คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนของรังสีเอกซ์กับระนาบผลึก
 n คือ ให้เป็นเลขจำนวนเต็ม เช่น 0, 1, 2, 3, ..., n
 λ คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์

โดยนำหลักการนี้มาทำการศึกษาภาพประกอบแบบโครงสร้างผลึก ต่อมาได้มีการประดิษฐ์คิดค้นเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันขึ้นและพัฒนาเรื่อยมา จนกระทั่งมีการนำเอาคอมพิวเตอร์มาประยุกต์ใช้ในการควบคุมการทำงาน และวิเคราะห์ประมวลผล เพื่อให้เกิดความรวดเร็วแม่นยำยิ่งขึ้น

โดยปกติเครื่อง XRD จะใช้วิเคราะห์สารประกอบหรือแร่ที่มีลักษณะเป็นผงละเอียด หากวัสดุที่ต้องการวิเคราะห์ไม่สามารถบดเป็นผงได้ ต้องทำการตัดหรือเตรียมให้มีลักษณะผิวเรียบขนาด 1-1.5 x 2 เซนติเมตรและใช้เวลาวิเคราะห์เพียง 1-2 ชั่วโมงต่อชิ้นงานก็สามารถทราบผลได้

เทคนิคที่ใช้หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้สามารถแบ่งได้เป็น 2 เทคนิค ได้แก่

1. Single-Crystal Methods

โดยหลักแล้วเทคนิคนี้ใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างอะตอม (ความสมมาตร ตำแหน่ง ช่องว่าง เป็นต้น) ซึ่งวิธีการดั้งเดิมนั้น (Laue method) จะใช้ผลึกติดอยู่กับที่และทำการเปลี่ยนแปลงค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ เมื่อฉายลำรังสีให้ตกลงบนผลึกเดี่ยว จะทำการบันทึกผลการเลี้ยวเบนลงบนแผ่น Photographic plate ซึ่งใช้ในการบันทึกค่าความเข้มและตำแหน่งของรังสีที่เกิดการเลี้ยวเบน แต่ในปัจจุบันนั้นจะทำให้ผลึกเกิดการหมุนและอาศัยความก้าวหน้าของเทคโนโลยีของกล้องก้าวข้ามขีดจำกัดของการตรวจวัดปริมาณของรังสีที่เลี้ยวเบนจากวิธีการดั้งเดิม วิธีการนี้จะใช้รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวแต่อาศัยการเปลี่ยนมุม θ โดยการเคลื่อนที่ของผลึก ซึ่งอยู่บนแท่นหมุน แล้วใช้ diffractometer และคอมพิวเตอร์ในการเก็บรวบรวมและจัดการข้อมูล ซึ่งจะให้ผลที่มีความแม่นยำมากกว่า

2. Powder Methods

เบื้องต้นแล้ววิธีการนี้จะใช้ในการหาลักษณะโครงสร้างของผลึก โดยจะใช้บอกธาตุองค์ประกอบและการจัดเรียงตัวของอะตอมเช่นเดียวกับ Single-Crystal Methods แต่เดิมนั้นจะใช้เทคนิคของการถ่ายภาพในการบันทึกข้อมูลการเลี้ยวเบน แต่ในปัจจุบันจะใช้เครื่องมือที่เรียกว่า X-ray Powder Diffractometer ซึ่งสามารถช่วยแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นในการเตรียมตัวอย่างผลึกที่ไม่สามารถใช่วิธีการแรกในการตรวจวัดได้

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

แผนการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเชิงทดลอง ที่มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาถึงปัจจัยที่ส่งผลต่อการวิเคราะห์ทองคำด้วยเทคนิค Fire Assay ที่ใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว โดยมีขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยดังนี้

1. ศึกษาและค้นคว้าข้อมูลของกระบวนการ Fire Assay และวิธีการเคลือบผิวโลหะด้วยวิธีต่างๆ

2. หาความบริสุทธิ์ของทองคำตัวอย่างด้วยกระบวนการ Fire Assay แบบตะกั่ว เพื่อใช้เทียบเป็นมาตรฐานกับกระบวนการ Fire Assay แบบอื่น

การเตรียมสารดูดซับ

3. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับขั้นตอน Cupellation จากปัจจัยของ

- ปริมาณเงิน 400 450 และ 500 มิลลิกรัม
- ปริมาณบิสมัท 0.5 1 และ 2 กรัม
- ปริมาณทองแดง 5 10 15 และ 20 มิลลิกรัม
- อุณหภูมิ 1,000 1,050 และ 1,100 องศาเซลเซียส

4. เตรียมแผ่นเงินเคลือบด้วยบิสมัทที่อุณหภูมิแตกต่างกัน

- เคลือบบิสมัทที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
- เคลือบบิสมัทที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

การวิเคราะห์การดูดซับทองแดงภายใน Cupel

5. วิเคราะห์การดูดซับของทองแดงภายใน Cupel ที่มีปัจจัยต่างกัน ด้วย XRF

- ปริมาณการเติมทองแดง 5 และ 15 มิลลิกรัมในขั้นตอน Cupellation
- อุณหภูมิ 1,000 1,050 และ 1,100 องศาเซลเซียส ที่ใช้ในขั้นตอน Cupellation

การทดลองและวิเคราะห์ผล Fire Assay ที่ได้จากการห่อตัวอย่างที่ต่างกัน

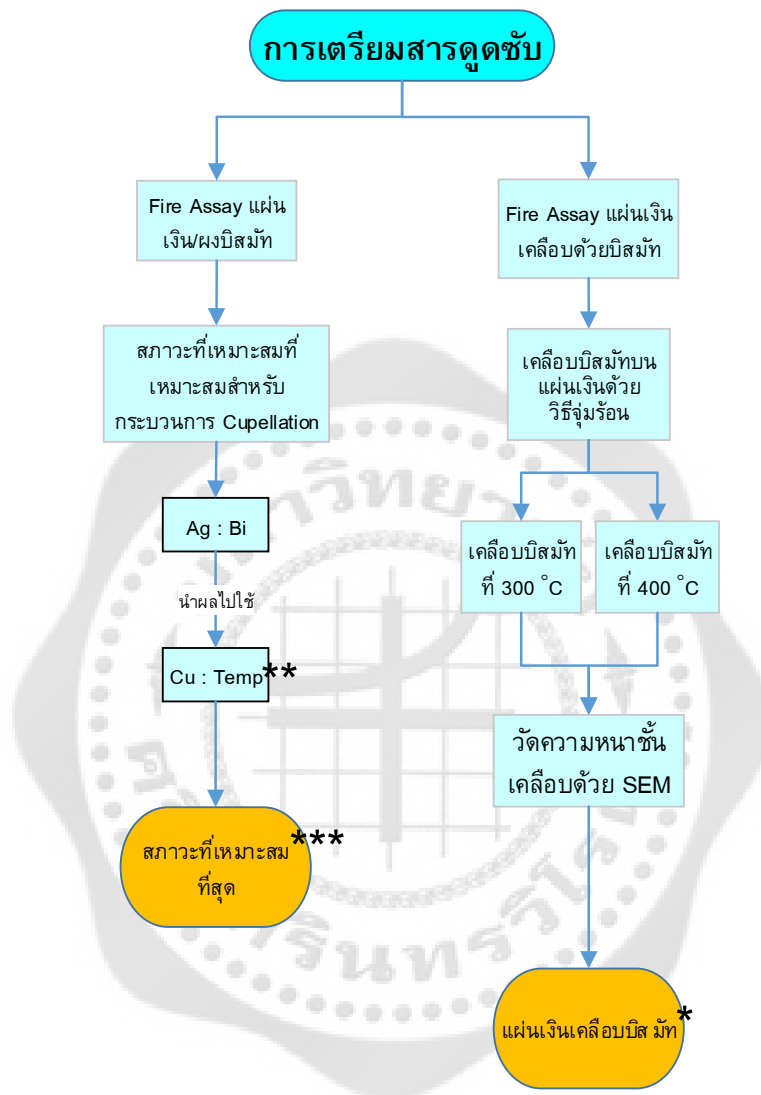
6. ศึกษาผลการวิเคราะห์ด้วย Fire Assay ที่ห่อด้วย

- แผ่นตะกั่ว
 - แผ่นเงิน กับ บิสมัทผง
 - แผ่นเงินเคลือบบิสมัทที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
 - แผ่นเคลือบบิสมัทที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส
- ภายใต้สภาวะที่ได้จากการทดลองในข้อ 5

7. วิเคราะห์ตัวอย่างในข้อ 6. ที่ได้จากแต่ละขั้นตอนของกระบวนการ Fire Assay ด้วยเครื่อง SEM/EDS , XRF และ XRD

8. รวบรวมข้อมูลเพื่อวิเคราะห์และสรุปผล

1. การเตรียมสารมาตรฐาน



ภาพประกอบ 22 แสดงแผนผังการดำเนินการเตรียมสารมาตรฐาน

หมายเหตุ * คือการนำแผ่นเงินเคลือบบิสมัทไปใช้ในอีกการทดลอง

** คือการนำ Cupel จากในการทดลองไปวิเคราะห์

*** คือการนำสภาวะที่เหมาะสมไปใช้

1.1 การเตรียมสภาวะที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการ Cupellation

1.1.1 ปริมาณโลหะเงิน และบิสมัทที่เหมาะสมในกระบวนการ Cupellation

ตัวแปรที่ใช้ทำการทดลอง ดังตาราง 1

ตาราง 1 ปัจจัยและตัวแปรที่กำหนดในการศึกษาปริมาณโลหะเงิน และบิสมีท์

ปัจจัย	ปริมาณ,จำนวน
<u>ตัวแปรในการทดลอง</u>	
ชนิดของทองคำ	3 ชนิด 1. ทองคำบริสุทธิ์ 99.99% 2. ทองคำตัวอย่างที่ไม่มีทองแดงผสม 3. ทองคำตัวอย่างที่มีทองแดงผสม
ปริมาณแผ่นโลหะเงิน	3 หน้าหนัก 1. 400 มิลลิกรัม 2. 450 มิลลิกรัม 3. 500 มิลลิกรัม
ปริมาณบิสมีท์	3 หน้าหนัก 1. 0.5 กรัม 2. 1 กรัม 3. 2 กรัม
<u>ตัวแปรที่ควบคุมในการทดลอง</u>	
ความหนาของแผ่นเงิน	0.04 มิลลิเมตร
อุณหภูมิหลอม	1,100 องศาเซลเซียส
เวลาในการหลอม	45 นาที

วิธีการทดลอง

- ขั้นตอนการทำเหมือนกับขั้นตอนการทดลองของการเตรียมผลความบริสุทธิ์ของทองคำตัวอย่างด้วย Fire Assay แบบใช้ตะกั่ว แต่เปลี่ยนจากการห่อด้วยตะกั่ว เป็นการห่อด้วยแผ่นเงินแทน โดยอัตราส่วนของเงิน และบิสมีท์ที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตามตาราง 1
- บันทึกผลการทดลองของทองคำตัวอย่าง และทองคำมาตรฐาน
- นำผลที่บันทึกได้มาแปลงค่าให้เป็นเปอร์เซ็นต์ความคลาดเคลื่อน
- จัดภาพประกอบแบบผลการทดลองให้อยู่ในภาพประกอบเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดและนำไปวิเคราะห์ผลและความสัมพันธ์ของปัจจัยต่างๆ ด้วยโปรแกรมทางสถิติ

1.1.2 ศึกษาอุณหภูมิและปริมาณทองแดงที่เหมาะสมในกระบวนการ Cupellation
ตัวแปรที่ใช้ทำการทดลอง ดังตาราง 2

ตาราง 2 ปัจจัยและตัวแปรที่กำหนดในการศึกษาอุณหภูมิและปริมาณทองแดง

ปัจจัย	ปริมาณ,จำนวน
<u>ตัวแปรในการทดลอง</u>	
ชนิดของทองคำ	3 ชนิด 1. ทองคำบริสุทธิ์ 99.99% 2. ทองคำตัวอย่างที่ไม่มีทองแดงผสม 3. ทองคำตัวอย่างที่มีทองแดงผสม
ปริมาณทองแดง	4 น้ำหนัก 1. 5 มิลลิกรัม 2. 10 มิลลิกรัม 3. 15 มิลลิกรัม 4. 20 มิลลิกรัม
อุณหภูมิหลอม	3 อุณหภูมิ 1. 1,000 องศาเซลเซียส 2. 1,050 องศาเซลเซียส 3. 1,100 องศาเซลเซียส
<u>ตัวแปรที่ควบคุมในการทดลอง</u>	
ความหนาของแผ่นเงิน	0.04 มิลลิเมตร
ปริมาณโลหะเงิน	450 มิลลิกรัม
ปริมาณบิสมีท์	1 กรัม
เวลาในการหลอม	45 นาที

วิธีการทดลอง

1. ขั้นตอนการทำเหมือนกับขั้นตอนการทดลองของการเตรียมผลความบริสุทธิ์ของทองคำตัวอย่างด้วย Fire Assay แบบใช้ตะกั่ว แต่เปลี่ยนจากการห่อด้วยตะกั่ว เป็นการห่อด้วยแผ่นเงินแทน โดยอัตราส่วนของทองแดง และอุณหภูมิในกระบวนการ Cupellation ที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตามตาราง 2

2. บันทึกผลการทดลองของทองคำตัวอย่าง และทองคำมาตรฐาน
3. นำผลที่บันทึกได้มาแปลงค่าให้เป็นเปอร์เซ็นต์ความคลาดเคลื่อน
4. จัดภาพประกอบแบบผลการทดลองให้อยู่ในภาพประกอบเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดและนำไปวิเคราะห์ผล และความสัมพันธ์ของปัจจัยด้วยโปรแกรมทางสถิติ

1.2 การเตรียมแผ่นเงินเคลือบด้วยบิสมัท

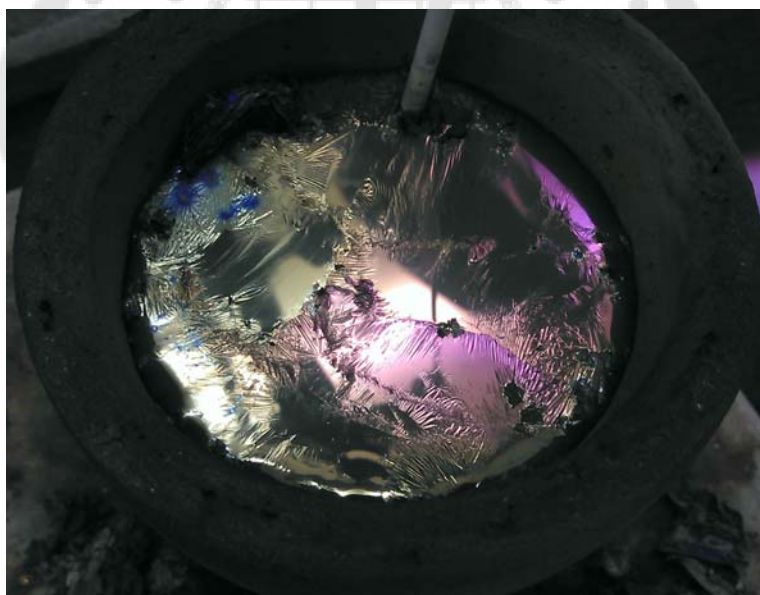
วิธีการเตรียม

1. ตัดแผ่นเงินบริสุทธิ์ 99.99% หนา 0.025 มิลลิเมตร ให้ได้น้ำหนัก 225 มิลลิกรัม
ซึ่งจะมีขนาดประมาณ 2.6 x 2.8 เซนติเมตร



ภาพประกอบ 23 ลักษณะของแผ่นเงินก่อนชุบเคลือบ

2. หลอมบิสมัทบริสุทธิ์ 99.9% ภายในเบ้ากราไฟท์ ภายใต้บรรยากาศปกติ



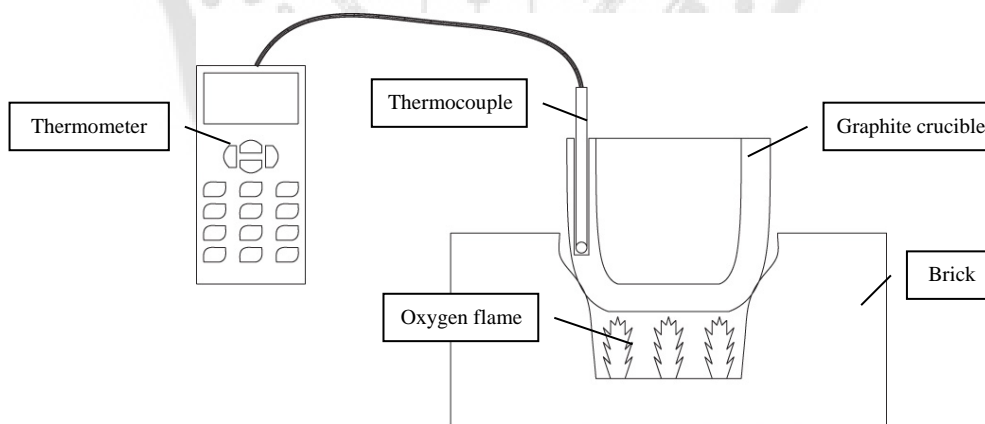
ภาพประกอบ 24 แสดงลักษณะของบิสมัทหลอมเหลว

3. ให้ความร้อนแก่เบ้ากราไฟท์ ด้วยเปลวไฟจากแก๊ซหุงต้มกับออกซิเจน
4. ตรวจสอบอุณหภูมิภายในเบ้ากราไฟท์ด้วย ชุด Thermometer



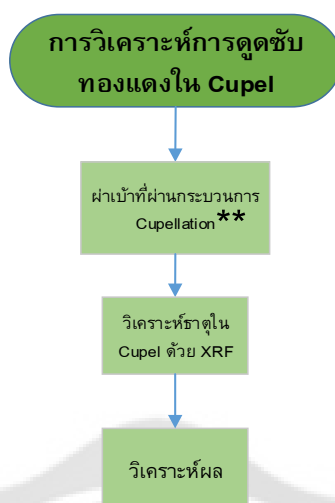
ภาพประกอบ 25 Thermometer สำหรับตรวจวัดอุณหภูมิ

5. จุ่มแผ่นเงินลงในบิส്മัทหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส โดยอุณหภูมิจะต้องอยู่ในช่วง ± 5 องศาเซลเซียส
6. ชั่งน้ำหนักของแผ่นเงินเคลือบบิส്മัท
7. ตัดขวางและวัดความหนาของชั้นเคลือบบิส്മัท



ภาพประกอบ 26 แผนภาพแสดงอุปกรณ์ในการเคลือบบิส്മัท

2. การศึกษาการดูดซับทองแดงภายใน Cupel ในกระบวนการ Cupellation



ภาพประกอบ 27 แสดงแผนผังการดำเนินงานการวิเคราะห์การดูดซับทองแดงภายใน Cupel

หมายเหตุ ** คือการนำ Cupel จากในการทดลองไปวิเคราะห์

ทำการศึกษาลักษณะของการดูดซับทองแดงด้วยบิสมัท โดยศึกษาถึงลักษณะการแพร่กระจายของบิสมัท และทองแดงภายใน Cupel

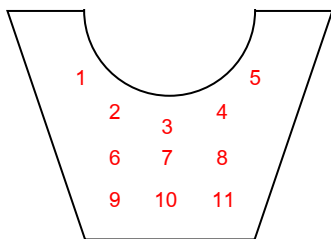
วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักโลหะทองคำตัวอย่างโลหะเงิน และชั่งน้ำหนักบิสมัท
2. ห่อโลหะทั้งหมดในข้อ 1 ด้วยแผ่นโลหะเงินและเติมทองแดงในปริมาณ 5 และ 15 มิลลิกรัม
3. นำตัวอย่างที่ห่อแล้ววางบน Cupel
4. นำ Cupel ที่มีตัวอย่างทั้งหมดเข้าไปในเตาหลอมที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส และ 1,100 องศาเซลเซียส
5. เมื่อครบเวลานำเบ้าทั้งหมดออกจากเตาหลอม
6. ผ่า Cupel ให้แยกออกเป็น 2 ส่วน



ภาพประกอบ 28 ลักษณะของ cupel ที่ผ่าครึ่ง

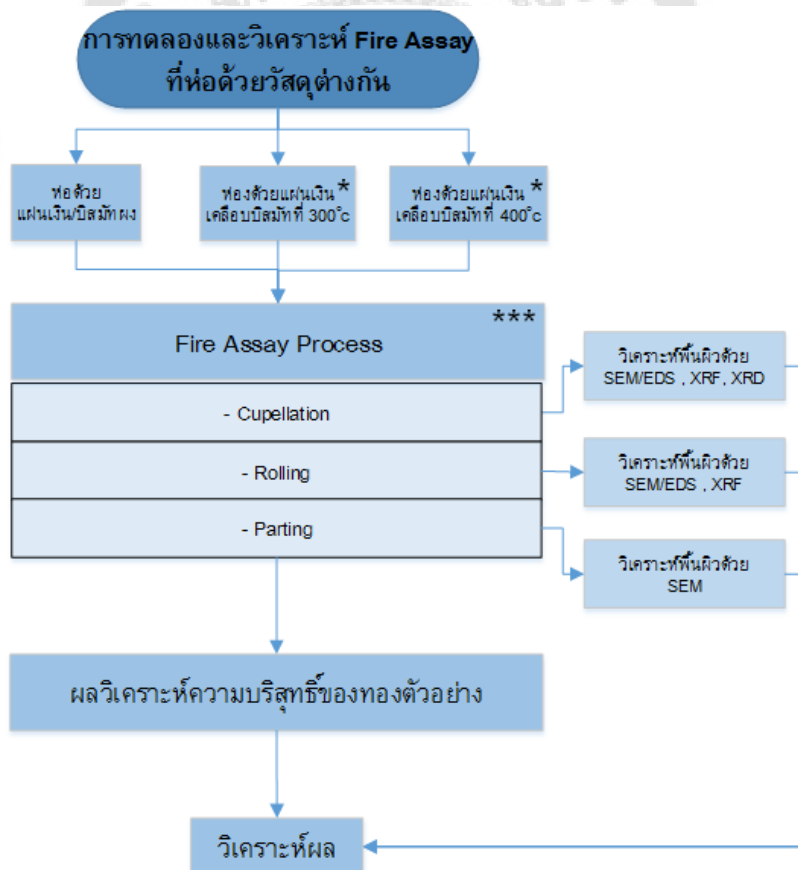
7. นำ Cupel ที่ผ่าแล้วไปวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค XRF ในตำแหน่งที่กำหนดดังภาพประกอบ 30



ภาพประกอบ 29 แสดงตำแหน่งในการวิเคราะห์

8. นำผลการวิเคราะห์มาจัดทำเป็นแผนภาพการกระจายตัวของโลหะ

3. การทดลองและวิเคราะห์ Fire Assay ที่ห่อด้วยวัสดุแตกต่างกัน



ภาพประกอบ 30 แสดงแผนผังการดำเนินการทดลองและวิเคราะห์ผล Fire Assay ที่ได้จากการห่อตัวอย่างที่ต่างกัน

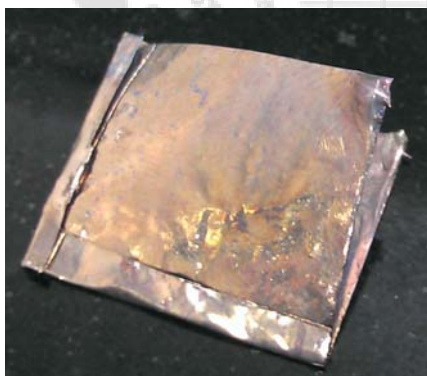
หมายเหตุ * คือการนำแผ่นเงินเคลือบบิสมัทไปใช้ในอีกการทดลอง

*** คือการนำสภาวะที่เหมาะสมไปใช้

ศึกษาลักษณะการห่อของตัวอย่างในกระบวนการ Cupellation ด้วยวัสดุที่แตกต่างกัน และวิเคราะห์ตัวอย่างในทุกขั้นตอน

วิธีการทดลอง

1. ตัดแผ่นเงินบริสุทธิ์ให้ได้น้ำหนัก 450 มิลลิกรัม
2. ชั่งน้ำหนักโลหะทองคำบริสุทธิ์ 99.99% และเติมทองแดง 10 มิลลิกรัม และบิสมัท 1 กรัม
3. ชั่งน้ำหนักโลหะทองคำผสม 96.33% และเติมทองแดง 10 มิลลิกรัม และบิสมัท 1 กรัม
4. นำแผ่นเงินบริสุทธิ์ที่เตรียมไว้ในข้อ 1) ห่อบิสมัท ทองคำและทองแดง และกดให้แน่น
5. นำแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัท ณ อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ที่เตรียมไว้ ทองคำและทองแดง โดยเติมบิสมัทเข้าไปส่วนที่ขาดจนครบ 1 กรัม และกดให้แน่น
6. นำแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัท ณ อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ที่เตรียมไว้ ทองคำและทองแดง โดยเติมบิสมัทเข้าไปส่วนที่ขาดจนครบ 1 กรัม และกดให้แน่น



ภาพประกอบ 31 ลักษณะแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมัท 300 และ 400 องศาเซลเซียส

7. นำตัวอย่างวางบน Cupel และนำไปใส่ในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส
8. เมื่อครบเวลา 30 นาที นำตัวอย่างออกจากเตา
9. ถ่ายภาพประกอบของลักษณะเม็ดโลหะที่ได้และลักษณะการกระจายตัวของเม็ดโลหะภายใน Cupel



ภาพประกอบ 32 ลักษณะเม็ดโลหะหลังก้นำออกจากเตาหลอม

10. นำเม็ดโลหะไปชั่งน้ำหนักและจดบันทึกผล
11. วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของเม็ดโลหะด้วยเครื่อง SEM และวิเคราะห์ธาตุที่พื้นผิวของเม็ดโลหะด้วย EDS
12. วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุในเม็ดโลหะด้วยเครื่อง XRF
13. วิเคราะห์องค์ประกอบของเม็ดโลหะด้วยเครื่อง XRD
14. รีดเม็ดโลหะให้เป็นแผ่น
15. วิเคราะห์พื้นลักษณะผิวของแผ่นโลหะด้วย SEM และวิเคราะห์ธาตุที่พื้นผิวของแผ่นโลหะด้วย EDS
16. วิเคราะห์พื้นวิเคราะห์ธาตุของแผ่นโลหะด้วย XRF
17. นำแผ่นโลหะไปทำ Parting ต่อไปจนเหลือแต่ทองคำบริสุทธิ์ และนำไปชั่งเพื่อบันทึกผล โดยต้องอบตัวอย่างก่อนทำก่อนชั่งน้ำหนัก
18. ชั่งน้ำหนักของเม็ดโลหะหลังกระบวนการ Cupellation เปรียบเทียบกับปริมาณโลหะต่างๆ ที่ใช้และปริมาณทองคำที่ได้หลังเสร็จสิ้นกระบวนการ Fire Assay
19. วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของแผ่นทองด้วย SEM
20. วิเคราะห์ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์กับทองคำ

โดยข้อมูลที่ได้จะนำมาปรับให้เป็นค่าเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดโดยเทียบกับค่าที่ทราบอีกครั้งหนึ่งตามสมการ

$$\frac{\% \text{ทองหลังการวิเคราะห์} - \% \text{ทองที่ได้จากวิธี Fire Assay แบบตะกั่ว}}{\% \text{ทองที่ได้จากวิธี Fire Assay แบบตะกั่ว}} \times 100 \quad 1)$$

$$\frac{\text{น้ำหนักหลังการวิเคราะห์} - \text{น้ำหนักก่อนการวิเคราะห์}}{\text{น้ำหนักก่อนการวิเคราะห์}} \times 100 \quad 2)$$

- โดยสมการ 1) ใช้ในการคำนวณค่าความผิดพลาดของทองคำตัวอย่าง
2) ใช้ในการคำนวณค่าความผิดพลาดของทองคำมาตรฐาน



บทที่ 4

ผลการทดลอง

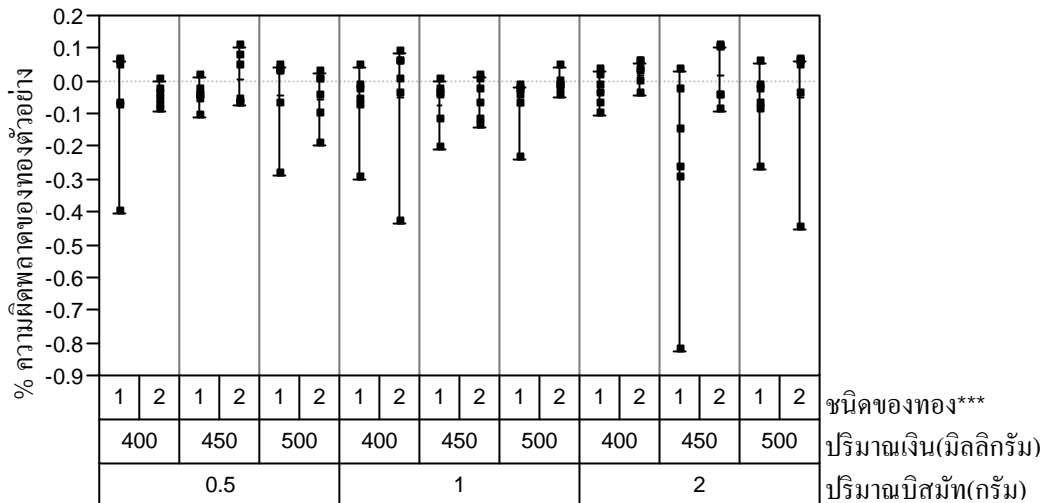
1. การเตรียมสาร

1.1 การเตรียมสภาวะที่เหมาะสมที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการ Cupellation

1.1.1 ปริมาณโลหะเงิน และบิสมัทที่เหมาะสมในกระบวนการ Cupellation

1.1.1.1 ปัจจัยของปริมาณโลหะบิสมัท

เมื่อนำผลการวิเคราะห์ทั้งหมด (ในแต่ละกลุ่มการทดลองทำการวิเคราะห์ 6 ครั้ง) มาจัดภาพประกอบแบบข้อมูลในภาพประกอบของการกระจายตัวของข้อมูลโดยจัดกลุ่มตามปริมาณของบิสมัท ที่ 0.5, 1 และ 2 กรัม จากการนำค่าความผิดพลาดของทองตัวอย่างและทองมาตรฐานซึ่งแยกตามปริมาณของบิสมัทดังกล่าวประกอบ 33 พบว่าในทองมาตรฐานปริมาณบิสมัทที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาด ดังเช่นในปริมาณ บิสมัท 2 กรัมจะมีช่วงการกระจายตัวของข้อมูลที่สูงที่สุด ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความไม่แน่นอนและความผิดพลาดของการวิเคราะห์ที่มากด้วยเช่นกัน ส่วนปริมาณบิสมัท 0.5 และ 1 กรัม มีผลที่ดีดังภาพประกอบ 34 เนื่องจากการกระจายตัวของข้อมูลที่อยู่ในช่วงแคบ ๆ และจะนำไปใช้ในการออกแบบการทดลองในขั้นต่อไป



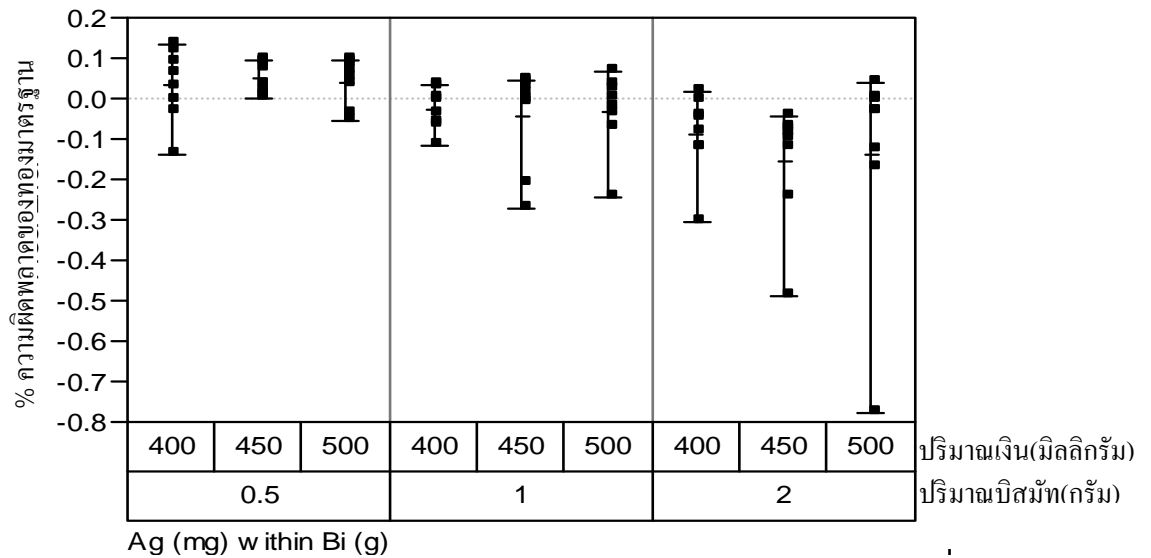
ภาพประกอบ 33 แผนภาพค่าความผิดพลาดของทองตัวอย่างโดยจำแนกตามปริมาณของบิสมัท

หมายเหตุ ทองตัวอย่าง หมายถึงทองคำผสม 96.33% โดยน้ำหนัก

ทองมาตรฐาน หมายถึงทองคำบริสุทธิ์ 99.99% โดยน้ำหนัก

ชนิดของทอง 1 หมายถึงทองตัวอย่างที่ไม่มีทองแดงผสม

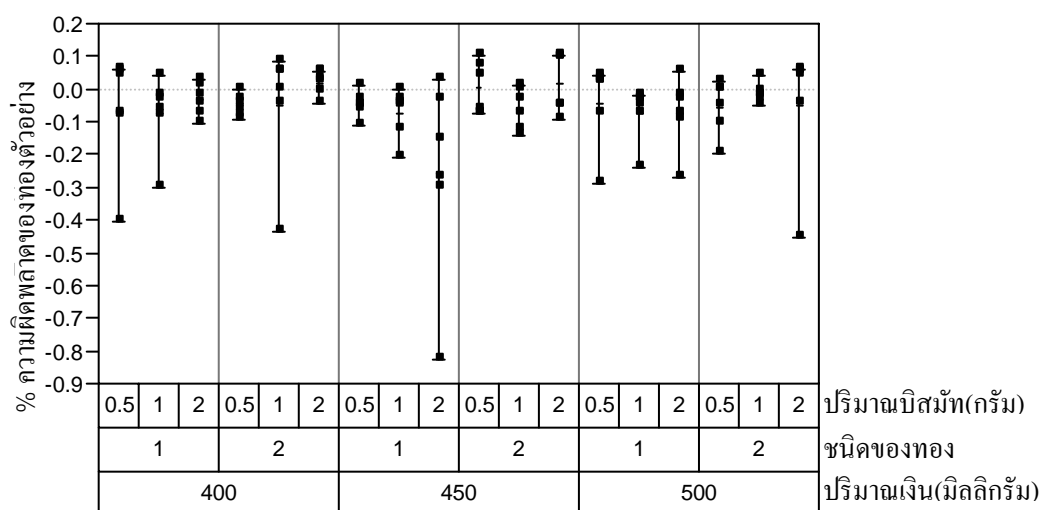
2 หมายถึงทองตัวอย่างที่มีทองแดงผสม



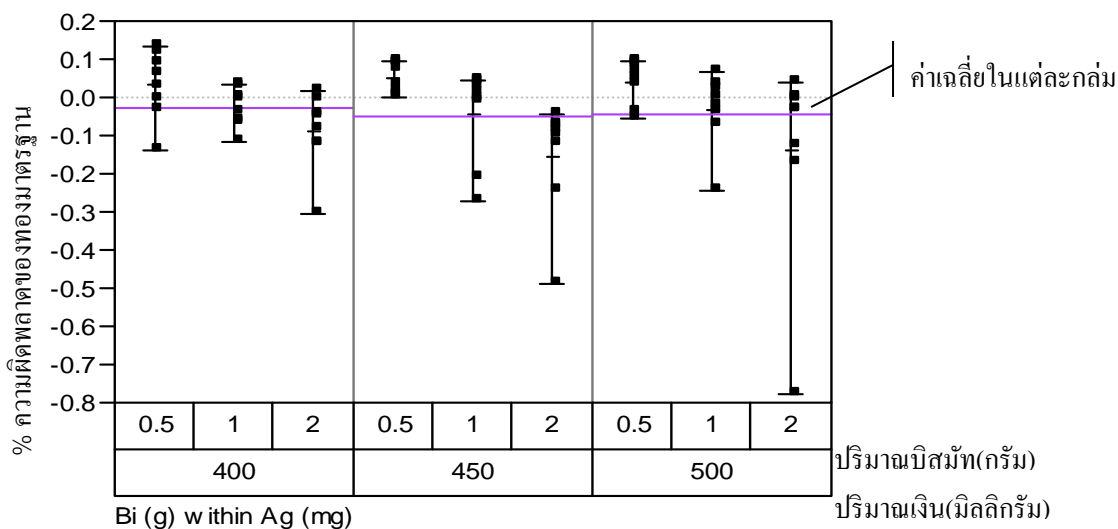
ภาพประกอบ 34 แผนภาพค่าความผิดพลาดของทอมาตรฐานโดยจำแนกตามปริมาณของบิสมัท

1.1.1.2 ปัจจัยของปริมาณโลหะเงิน

เมื่อนำผลการวิเคราะห์ทั้งหมด (ในแต่ละกลุ่มการทดลองทำการวิเคราะห์ 6 ครั้ง) มาจัดภาพประกอบแบบข้อมูลในภาพประกอบของการกระจายตัวของข้อมูลโดยจัดกลุ่มตามปริมาณเงินตามผลของการวิเคราะห์ความผิดพลาดของทอตัวอย่างและทอมาตรฐานพบว่า การกระจายตัวของข้อมูลของการวิเคราะห์ที่ใช้ปริมาณเงิน 400, 450, และ 500 มิลลิกรัม มีการกระจายตัวแบบสุ่มจึงไม่เห็นความแตกต่างหรือแนวโน้มของความสัมพันธ์ใดๆ ของผลการวิเคราะห์ตามปริมาณเงิน ดังภาพประกอบ 35 และ 36



ภาพประกอบ 35 แผนภาพแสดงค่าความผิดพลาดของทอตัวอย่างโดยจำแนกตามปริมาณของเงิน

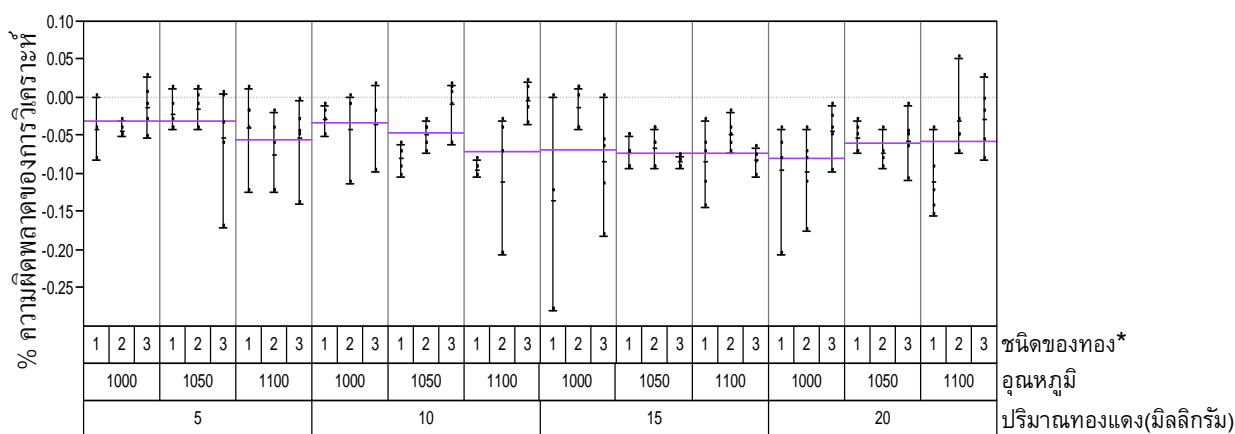


ภาพประกอบ 36 แผนภาพแสดงความผิดพลาดของทองคำมาตรฐานโดยจำแนกตามปริมาณของเงิน

1.1.2 อุณหภูมิและปริมาณทองแดงที่เหมาะสมในกระบวนการ Cupellation

ในการทดลองครั้งนี้ได้ศึกษาถึงปัจจัยของปริมาณทองแดงและอุณหภูมิ เพื่อเพิ่มปัจจัยในการศึกษาและเพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการทำ Fire Assay

ซึ่งผลจากการทดลองพบว่า การเติมปริมาณทองแดงที่ 5 และ 10 มิลลิกรัมที่อุณหภูมิ 1,000 และ 1,050 องศาเซลเซียส ให้ผลการทดลองที่ผิดพลาดน้อย ในขณะที่ผลของการวิเคราะห์ที่ 1,100 องศาเซลเซียสมีความผิดพลาดในการทดลองที่สูงกว่า ดังภาพประกอบ 37



ภาพประกอบ 37 ผลการวิเคราะห์ตามอุณหภูมิและปริมาณทองแดง

หมายเหตุ ชนิดของทอง 1 หมายถึงทองตัวอย่าง ผสม 96.33% ที่ไม่มีทองแดงผสม

2 หมายถึงทองตัวอย่าง ผสม 96.33% ที่มีทองแดงผสม

3 หมายถึงทองมาตรฐาน 99.9%

แต่เนื่องจากที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียสนั้น จะส่งผลให้บางตัวอย่างที่ผ่านขั้นตอน Cupellation นั้น เกิดการหลอมรวมที่ไม่ดี ซึ่งเมื่อนำไปรีดจะทำให้เกิดการแตกและทำให้ผลเกิดความคลาดเคลื่อนได้ ดังภาพประกอบ 38 ซึ่งแตกต่างจากที่อุณหภูมิ 1,050 และ 1,100 องศาเซลเซียสที่ไม่เกิดการแตกของแผ่นขณะรีด ดังภาพประกอบ 39 และ 40



ภาพประกอบ 38 แสดงตัวอย่างที่ใช้อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียสที่เกิดการแตกในขณะรีด ^[12]



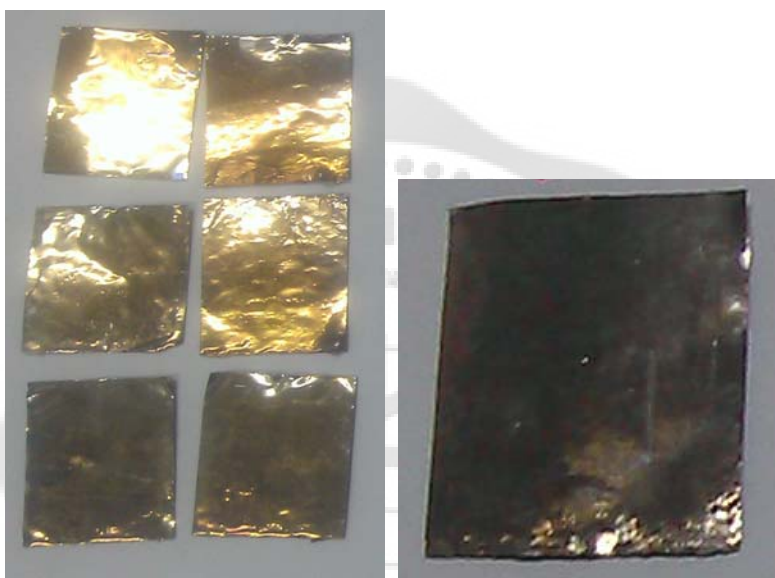
ภาพประกอบ 39 แสดงตัวอย่างที่ใช้อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียสที่ไม่เกิดการแตกในขณะรีด



ภาพประกอบ 40 แสดงตัวอย่างที่ใช้อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียสที่ไม่เกิดการแตกในขณะรีด

ดังนั้นอุณหภูมิที่เหมาะสมจึงควรเป็น 1,050 องศาเซลเซียส แต่เนื่องจากผลการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียสนี้ ผลของปริมาณทองแดง 5 และ 10 มิลลิกรัม มีความผิดพลาดในการวิเคราะห์ผลแตกต่างกันเพียง 0.02 เท่านั้น จึงไม่สามารถสรุปได้ว่าปริมาณทองแดงเท่าใดจึงเหมาะสมกว่ากัน ดังนั้น อุณหภูมิและปริมาณทองแดงที่เหมาะสมสำหรับขั้นตอน Cupellation ในกระบวนการ Fire Assay คือ 1,050 องศาเซลเซียส ที่เติมปริมาณทองแดง 5 และ 10 มิลลิกรัม

1.2 การเตรียมแผ่นเงินเคลือบด้วยบิสมาท์



ภาพประกอบ 41 แผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมาท์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

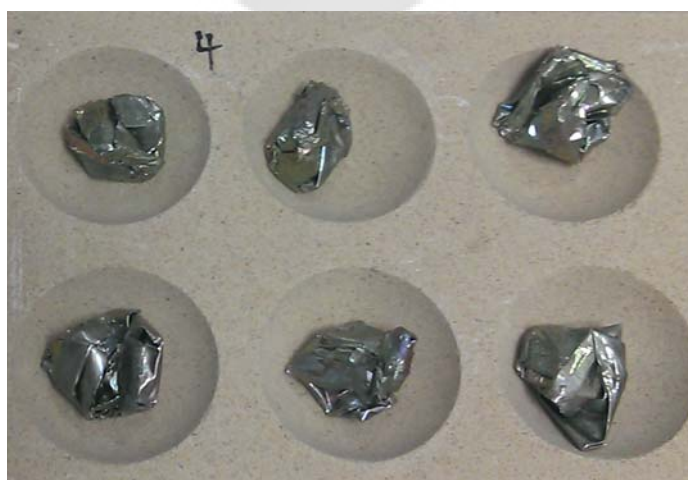


ภาพประกอบ 42 แผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสมาท์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

จากการเตรียมเคลือบบิสม์ทับบนแผ่นเงินที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และ 400 องศาเซลเซียส พบว่าสีของชั้นเคลือบของทั้ง 2 แตกต่างกัน โดยจะมีสีน้ำตาลและเทาอมฟ้า ตามลำดับ และการเคลือบด้วยวิธีจุ่มร้อนนี้ ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส แผ่นเงินจะเกิดการละลายตัวได้ง่าย หากใช้เวลาในการจุ่มนาน และลักษณะของผิวเคลือบที่ได้จากการเคลือบในทั้ง 2 อุณหภูมินั้น บริเวณปลายที่อยู่ด้านล่างในขณะจุ่มความหนาของชั้นเคลือบที่มากกว่าปลายอีกฝั่งที่อยู่ด้านบน เนื่องจากที่ปลายด้านล่างนั้นจะมีหยดของบิสม์ไหลลงเคลือบเกาะติดขึ้นมาด้วย โดยที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสจะมีหยดบิสม์ที่เกาะจะมีขนาดใหญ่กว่า และเมื่อนำไปห่อจึงทำให้บริเวณที่มีหยดบิสม์เกาะเกิดการหลุดหรือแตกออก ซึ่งตัวอย่างที่ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสม์ที่ 300 องศาเซลเซียส จะมีการห่อตัวอย่างที่แน่นกว่าดังภาพประกอบ 43 และการห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสม์ที่ 400 องศาเซลเซียส จะมีการห่อตัวอย่างที่ไม่แน่นเพื่อไม่ให้เม็ดโลหะที่เกาะหลุดหรือแตกดังภาพประกอบ 44

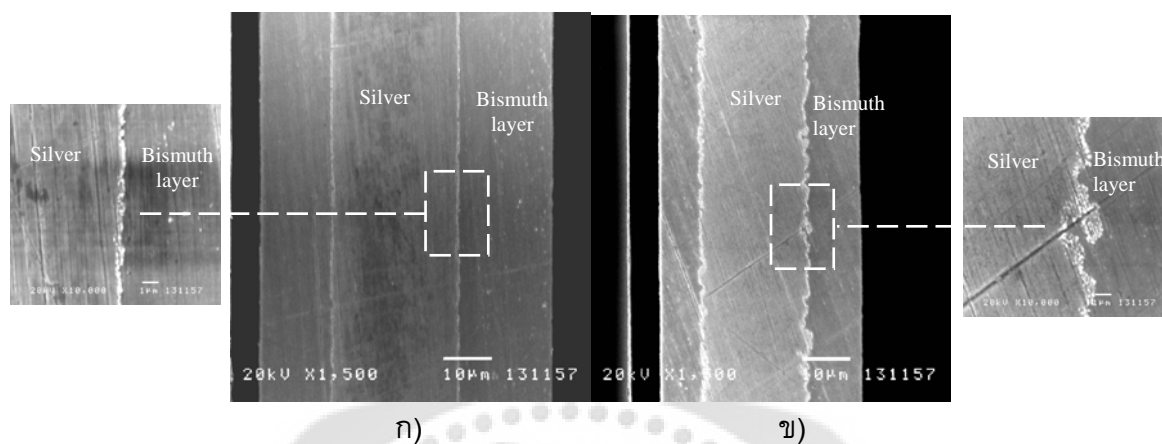


ภาพประกอบ 43 ตัวอย่างที่ห่อด้วยแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสม์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส



ภาพประกอบ 44 ตัวอย่างที่ห่อด้วยแผ่นเงินที่เคลือบด้วยบิสม์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

และเมื่อทำการวัดความหนาของชั้นเคลือบบิสมัทที่เคลือบ ณ อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จะเท่ากับ 14-20 μm ในขณะที่เคลือบ ณ อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 8.5-10.5 μm ดังภาพประกอบ 45



ภาพประกอบ 45 ความหนาของชั้นเคลือบบิสมัทที่อุณหภูมิต่างกัน

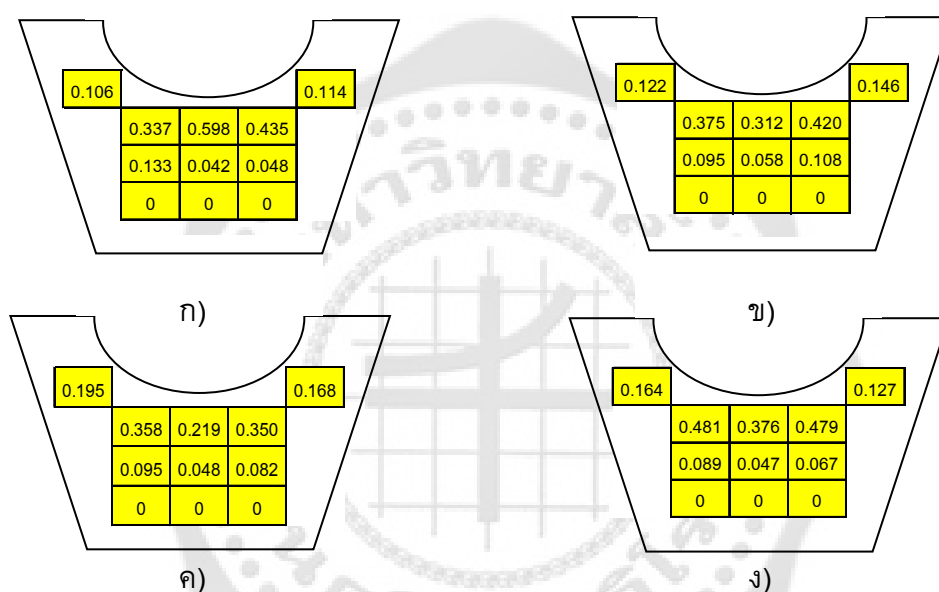
- ก) 300 องศาเซลเซียส
- ข) 400 องศาเซลเซียส

โดยน้ำหนักเฉลี่ยของบิสมัทที่เคลือบ ณ อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสเท่ากับ 0.65 กรัมและ น้ำหนักเฉลี่ยของบิสมัทที่เคลือบ ณ อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเท่ากับ 0.40 กรัม

2. การศึกษาการดูดซับทองแดงภายใน Cupel ในกระบวนการ Cupellation

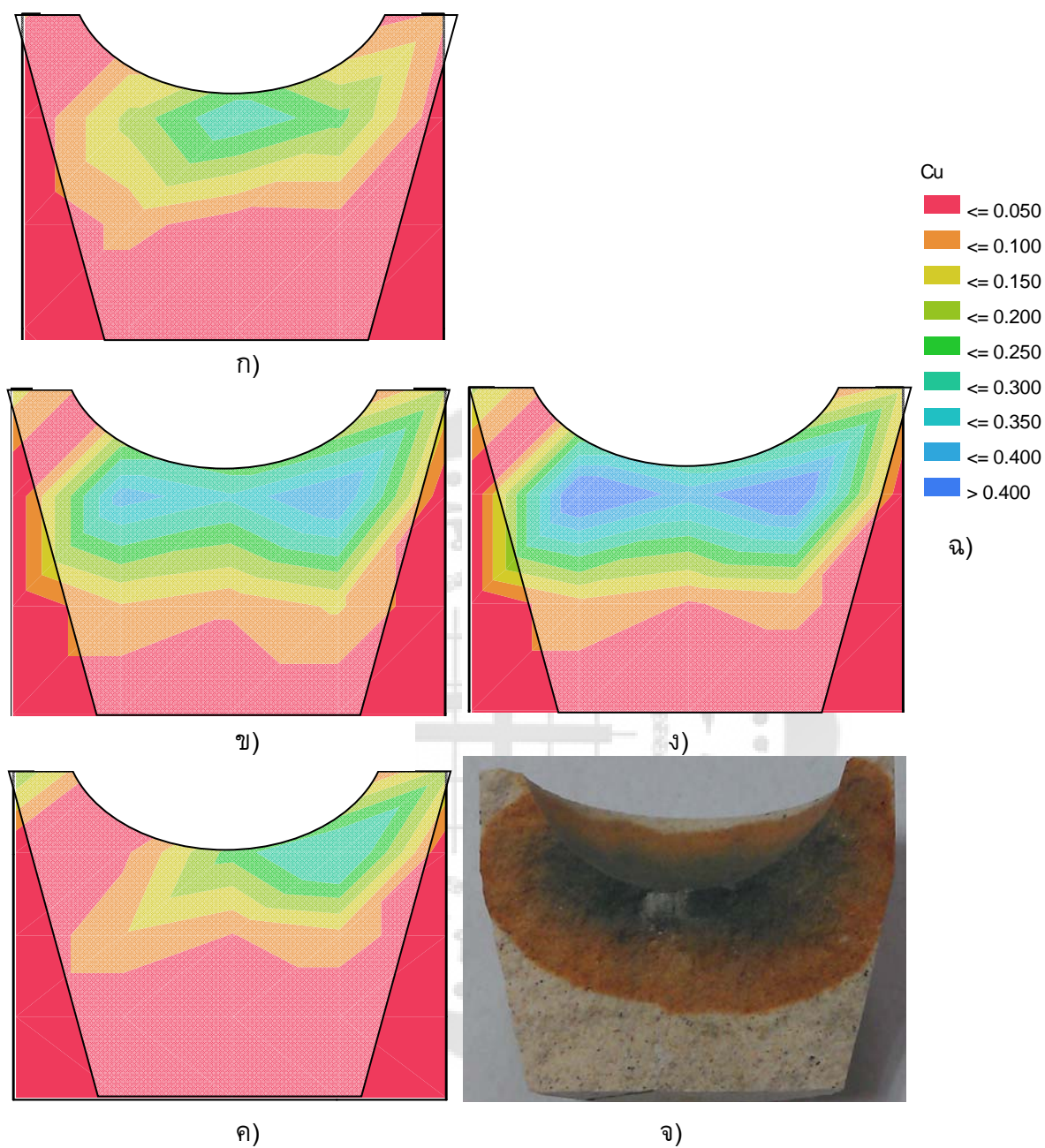
ผลจากการศึกษาการดูดซับทองแดง ภายใน Cupel โดยศึกษาปัจจัยของ ปริมาณของทองแดง และปัจจัยของอุณหภูมิในหาลอมที่ส่งต่อการดูดซับ ด้วยเครื่อง XRF ได้ผลดังภาพประกอบ 46

ซึ่งหากพิจารณาเพียงปัจจัยของอุณหภูมิซึ่งมีการเติมทองแดงที่เท่ากันในปริมาณ 15 มิลลิกรัม จะพบว่าที่อุณหภูมิ 1,100 และ 1,000 องศาเซลเซียส ในภาพประกอบ 47 ก)และค) จะมีการดูดซับที่มากเพียงจุดๆเดียวของ Cupel ในขณะที่อุณหภูมิ 1,050 ภาพประกอบ 47 ข) จะมีการดูดซับที่กระจายตัวเท่ากันทั้ง Cupel



ภาพประกอบ 46 แสดงปริมาณการดูดซับทองแดงภายใน Cupel ณ จุดต่างๆ

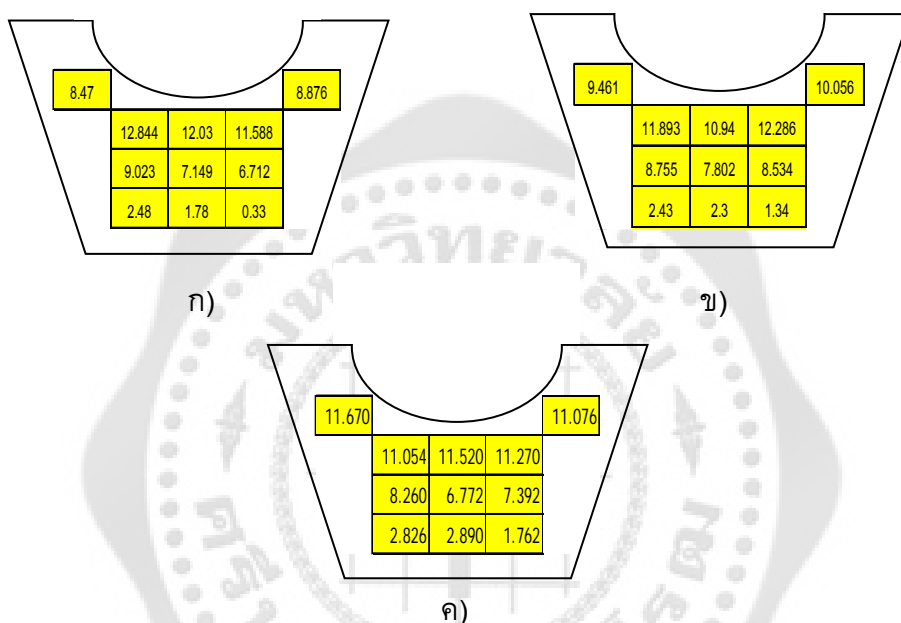
- ก) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส
- ข) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส
- ค) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส
- ง) เติมทองแดง 5 มก. ที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส



ภาพประกอบ 47 แสดงลักษณะทองแดงที่แพร่กระจายอยู่ภายใน Cupel

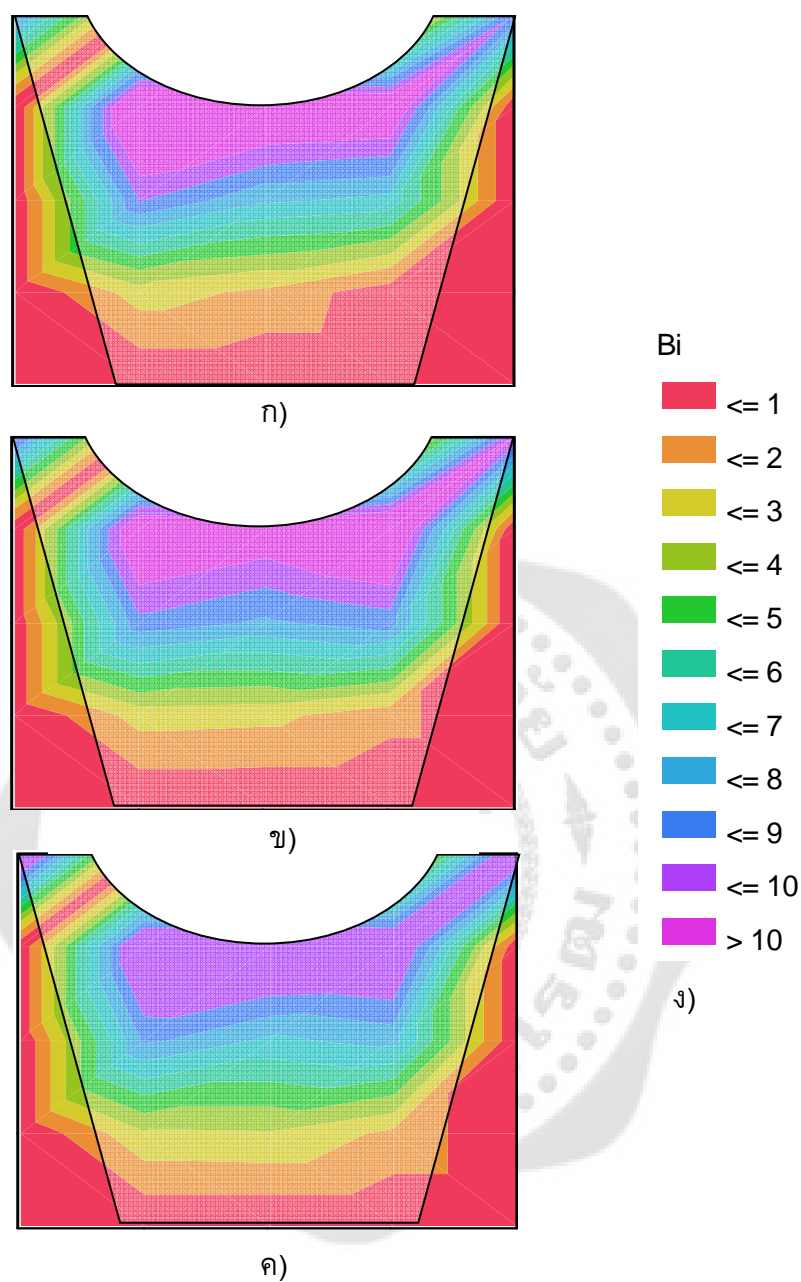
- ก) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส
- ข) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส
- ค) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส
- ง) เติมทองแดง 5 มก. ที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส
- จ) ภาพตัดขวางของ Cupel
- ฉ) สัญลักษณ์สี แสดงถึงปริมาณทองแดง(% โดยน้ำหนัก) ใน Cupel

หากพิจารณาในปัจจัยของปริมาณทองแดงที่อุณหภูมิที่เท่ากันคือ 1,050 องศาเซลเซียส จะพบว่าการเติมทองแดงในปริมาณ 5 มิลลิกรัม จะมีการดูดซับใน Cupel มากกว่าการเติมทองแดงในปริมาณ 15 มิลลิกรัม ดังภาพประกอบ 47 ง) จะมีความเข้มข้นของสีภายในแก้วที่เข้มกว่าหมายถึงมีปริมาณการดูดซับที่มากกว่า ภาพประกอบ 47 ข) ที่มีการเติมทองแดง 15 มิลลิกรัม แต่ถ้าพิจารณาปัจจัยของอุณหภูมิจะพบว่า ที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส จะส่งผลต่อการดูดซับทองแดงดีที่สุด ดังภาพประกอบ 47 ก) ที่มีสีเข้มกว่าภาพประกอบ 47 ค) และ ง) ที่ใช้อุณหภูมิ 1,100 และ 1,000 ตามลำดับ



ภาพประกอบ 48 แสดงปริมาณการดูดซับบิสมีท์ภายใน Cupel ณ จุดต่างๆ

- ก) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส
- ข) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส
- ค) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส



ภาพประกอบ 49 แสดงลักษณะบิสมีท์ที่แพร่กระจายอยู่ภายใน Cupel

- ก) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส
 ข) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส
 ค) เติมทองแดง 15 มก. ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส
 ง) สัญลักษณ์สี แสดงถึงปริมาณทองแดง(% โดยน้ำหนัก) ใน Cupel

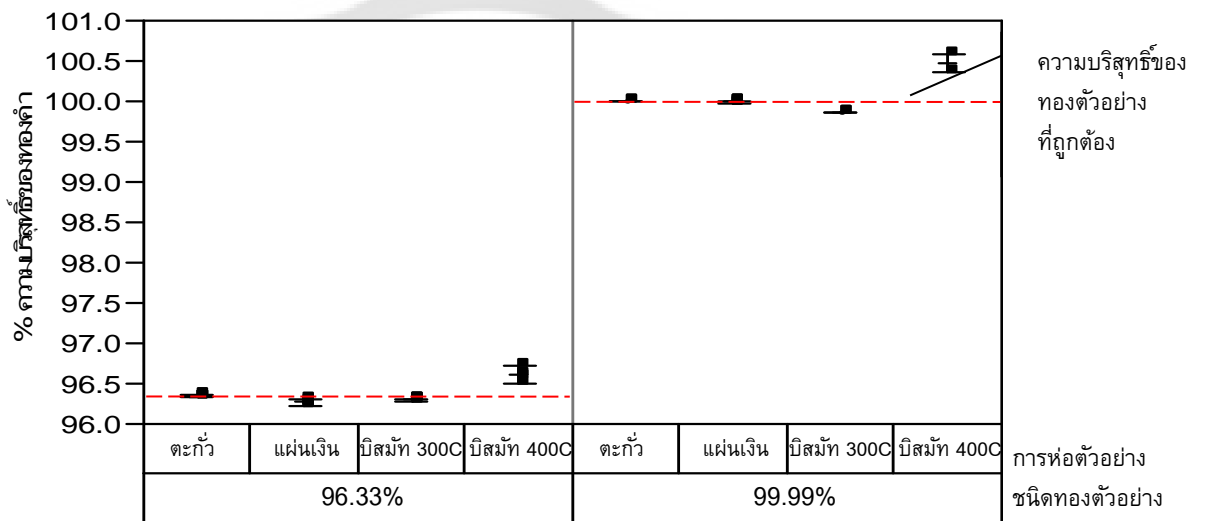
เมื่อพิจารณาปัจจัยของอุณหภูมิต่อการแพร่กระจายของบิสมีท์ใน cupel พบว่าที่อุณหภูมิสูงกว่าการแพร่กระจายของบิสมีท์ในเบ้าจะมีปริมาณมาก โดยปริมาณการแพร่กระจายของ

บิสมีทภายใน Cupel จะลดลงตามอุณหภูมิที่ลดลง ดังแสดงในภาพประกอบ 49 โดยสีม่วงเข้มแสดงถึงปริมาณการแพร่กระจายที่สูงและสีแดงแสดงถึงปริมาณการแพร่กระจายที่ต่ำ

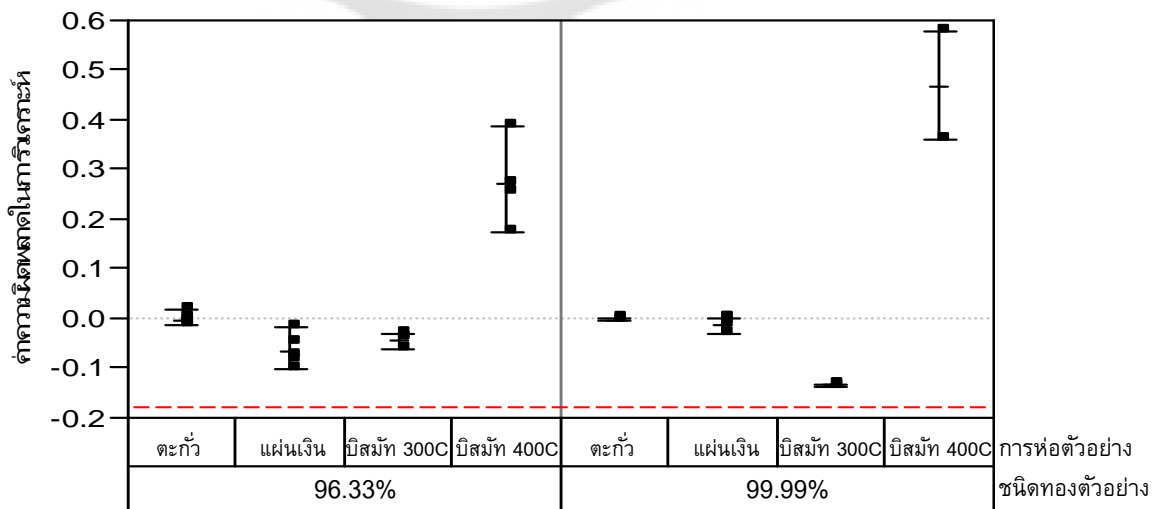
3. การทดลองและวิเคราะห์ Fire Assay ที่ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบด้วยบิสมีทแผ่นเงินกับผงบิสมีท

3.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณทองคำ

ในทองคำตัวอย่าง เมื่อเปรียบเทียบกันในวิธีการห่อตัวอย่างด้วยวิธีการที่แตกต่างกัน การห่อตัวอย่างด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมีทที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสจะให้ผลที่ใกล้เคียงมากกับความบริสุทธิ์ของทองคำตัวอย่าง ที่ได้ผลจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี Fire Assay ที่ใช้ตะกั่ว ดังภาพประกอบ 50 และ 51

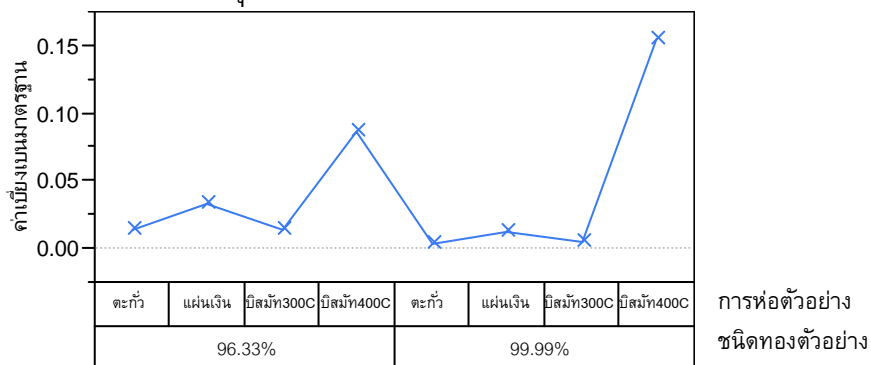


ภาพประกอบ 50 ผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ของทองคำตัวอย่าง



ภาพประกอบ 51 ค่าความผิดพลาดของการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ทองคำ

และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของผลการทดลองพบว่าตัวอย่างที่ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบ บิสมัทที่ 300 องศาเซลเซียส มีค่าน้อยที่สุดซึ่งแสดงถึงความคงที่ของผลการทดลอง

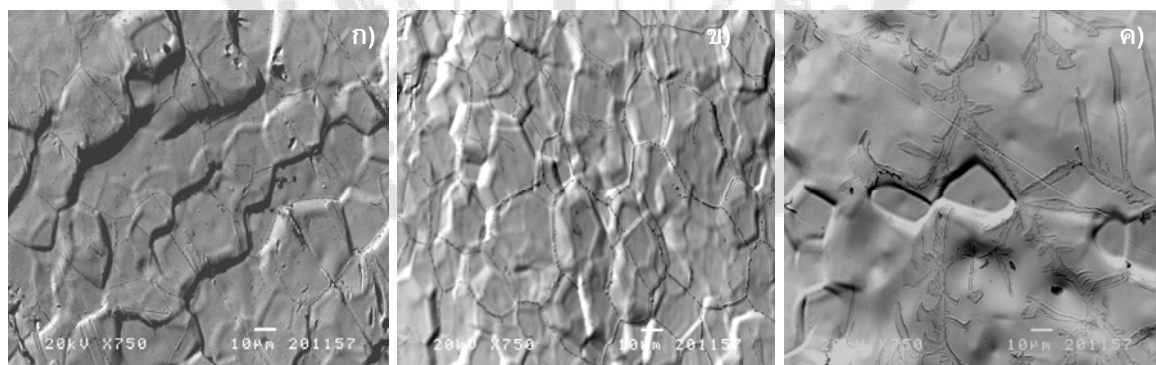


ภาพประกอบ 52 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของผลการทดลอง

3.2 การวิเคราะห์เม็ดโลหะหลังกระบวนการ Cupellation

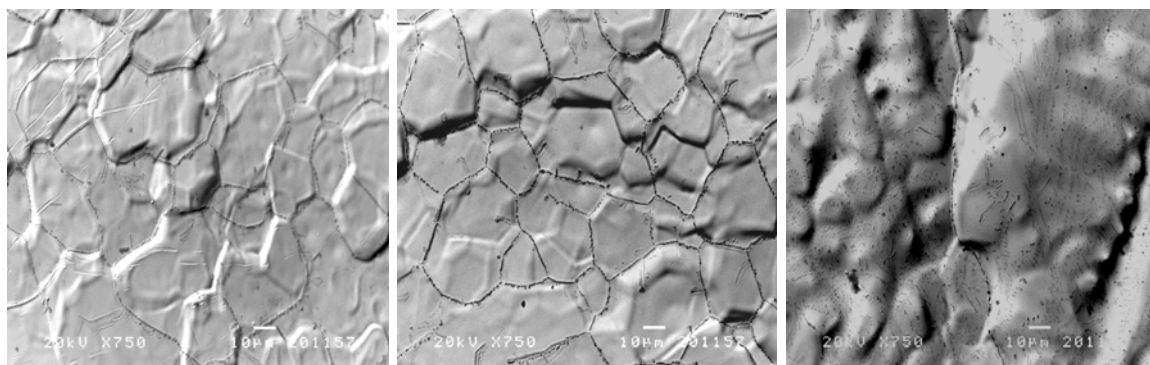
3.2.1 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวเม็ดโลหะด้วย SEM

พื้นผิวของเม็ดโลหะแสดงให้เห็นถึงโครงสร้างของเกรนได้อย่างชัดเจนดังภาพประกอบ 53 และ 54 ยกเว้นเพียงเม็ดโลหะที่ได้จากการห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมัทที่ 400 องศาเซลเซียส ที่แสดงลักษณะของโครงสร้างของเกรนไม่ชัดเจนนักดังภาพประกอบ 53 ค) และ 54 ค)



ภาพประกอบ 53 ลักษณะพื้นผิวตัวอย่างทองคำบริสุทธิ์ 99.9% หลังกระบวนการ Cupellation

- ก) แผ่นเงินปกติ และบิสมัทผง
- ข) แผ่นเงินเคลือบบิสมัทที่ 300 องศาเซลเซียส
- ค) แผ่นเงินเคลือบบิสมัทที่ 400 องศาเซลเซียส



ภาพประกอบ 54 ลักษณะพื้นผิวตัวอย่างทองคำผสม 96.33% หลังกระบวนการ Cupellation

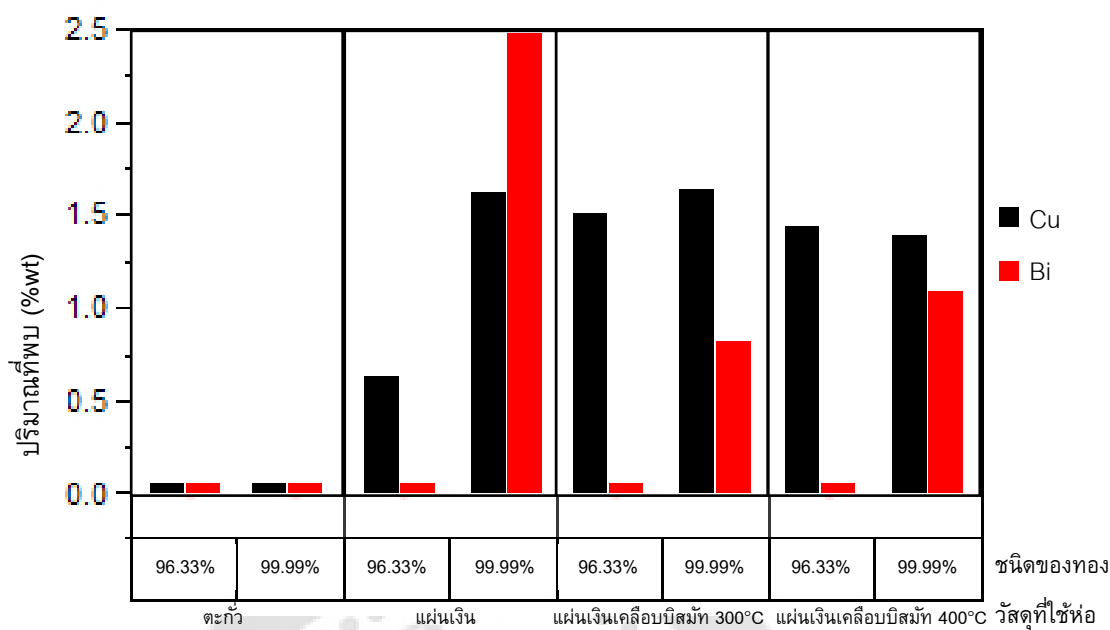
- ก) แผ่นเงินปกติ และบิสมาทผง
- ข) แผ่นเงินเคลือบบิสมาทที่ 300 องศาเซลเซียส
- ค) แผ่นเงินเคลือบบิสมาทที่ 400 องศาเซลเซียส

3.2.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบที่พื้นผิวของเม็ดโลหะด้วย EDS

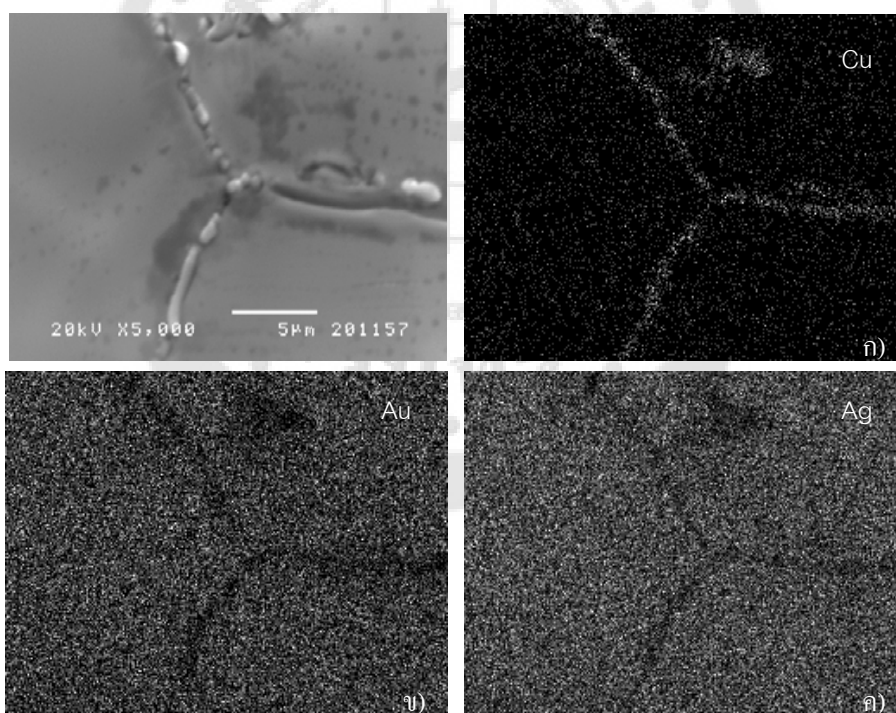
พบว่าในยังคงมีทองแดงหลงเหลืออยู่ ดังภาพประกอบตาราง 3 และภาพประกอบ 55 โดยทองแดงนั้นจะกระจายตัวอยู่ตามขอบเกรน ดังภาพประกอบ 56 และ 57 แต่เมื่อเทียบกับเม็ดทองที่ได้จากกระบวนการ Fire Assay ใช้ตะกั่ว จะไม่พบทองแดงหลงเหลืออยู่ จึงไม่พบสิ่งใดบริเวณขอบเกรน ดังภาพประกอบ 58

ตาราง 3 แสดงปริมาณของธาตุต่างๆ ที่พบบนพื้นผิวเม็ดโลหะด้วยเทคนิค EDS (%โดยน้ำหนัก)

ชนิดการห่อ	ทองตัวอย่าง	ปริมาณ Cu ที่พบ	ปริมาณ Bi ที่พบ
ตะกั่ว	96.33%	0	0
	99.99%	0	0
แผ่นเงิน	96.33%	0.58	0
	99.99%	1.57	2.42
แผ่นเงินเคลือบบิสมาท ที่ 300°C	96.33%	1.45	0
	99.99%	1.58	0.77
แผ่นเงินเคลือบบิสมาท ที่ 400°C	96.33%	1.39	0
	99.99%	1.34	1.03

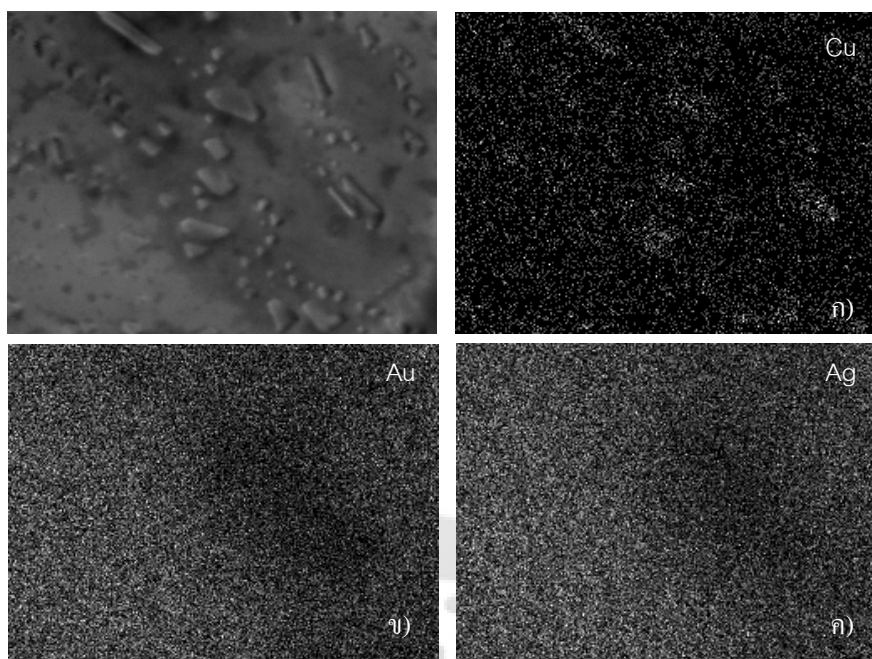


ภาพประกอบ 55 ปริมาณของธาตุที่พบบนผิวเม็ดโลหะด้วยเทคนิค EDS (%โดยน้ำหนัก)



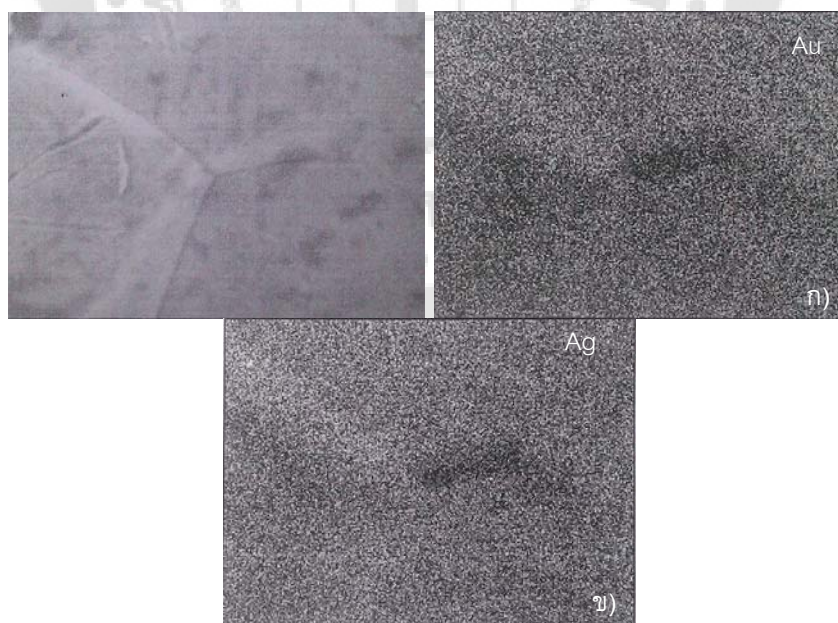
ภาพประกอบ 56 แสดงการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนเม็ดโลหะที่ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมัท ที่ 300 องศาเซลเซียส หลังกระบวนการ Cupellation

- ก) การกระจายตัวของทองแดง
- ข) การกระจายตัวของทองคำ
- ค) การกระจายตัวของเงิน



ภาพประกอบ 57 แสดงการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนเม็ดโลหะที่ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมีท์ ที่ 400 องศาเซลเซียส หลังกระบวนการ Cupellation

ก) การกระจายตัวของทองแดง ข) การกระจายตัวของทองคำ ค) การกระจายตัวของเงิน

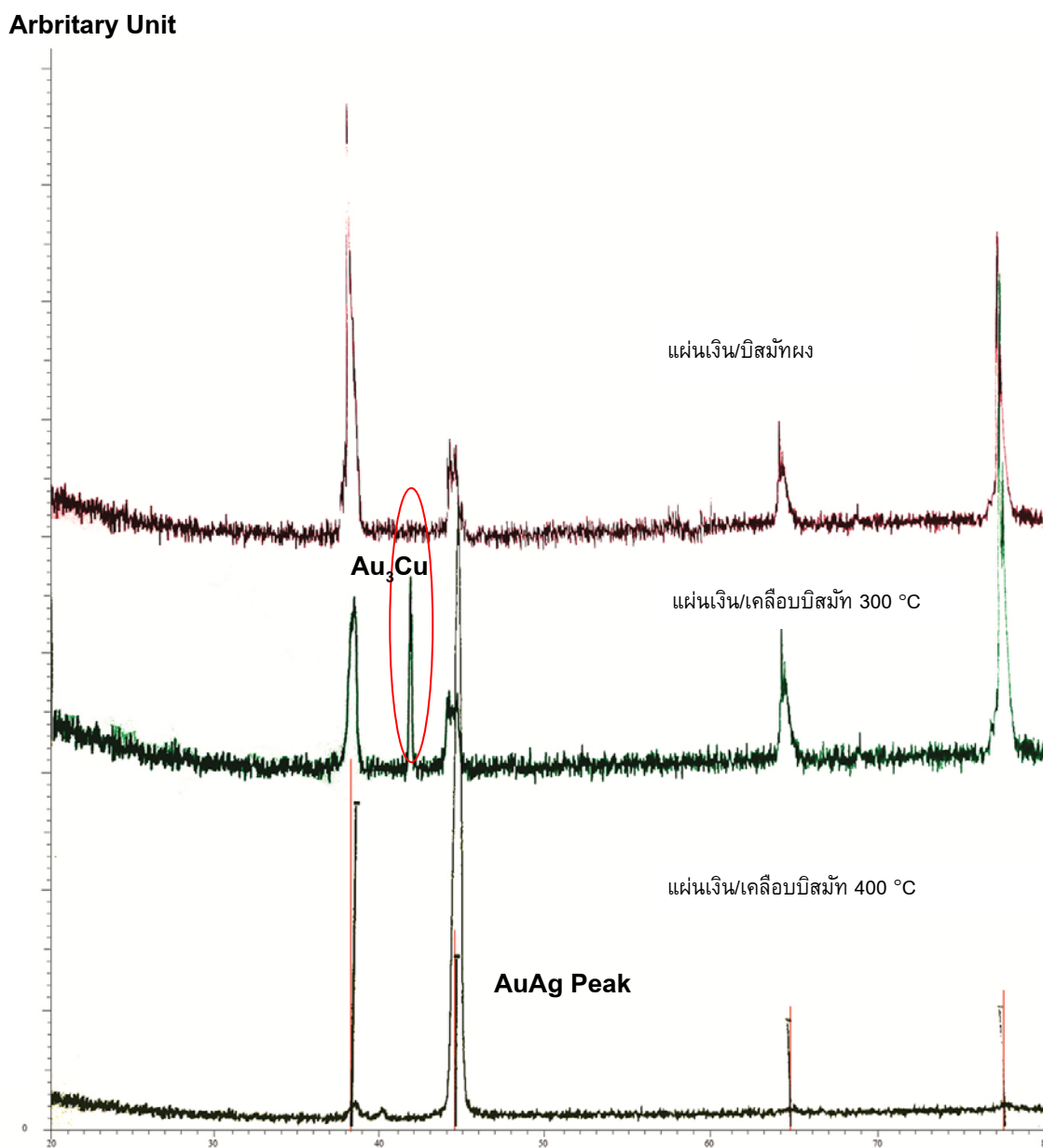


ภาพประกอบ 58 การกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนเม็ดโลหะที่ได้จากกระบวนการ Fire Assay แบบใช้ตะกั่ว

ก) การกระจายตัวของทองคำ ข) การกระจายตัวของเงิน

3.2.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบของเม็ดโลหะด้วย XRD

จากการวิเคราะห์ด้วย XRD โดยเทียบผลการวิเคราะห์กับฐานข้อมูลจาก JCPDS พบว่าจะพบเพียงองค์ประกอบของ เงิน และ ทองคำเป็นหลัก แต่ในเม็ดโลหะที่ได้จากตัวอย่างที่ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมัท ณ 300 องศาเซลเซียส พบว่ามีองค์ประกอบของ Au_3Cu (หมายเลขตามฐานข้อมูล JCPDS 34-1302) ประกอบอยู่ด้วยดังภาพประกอบ 59

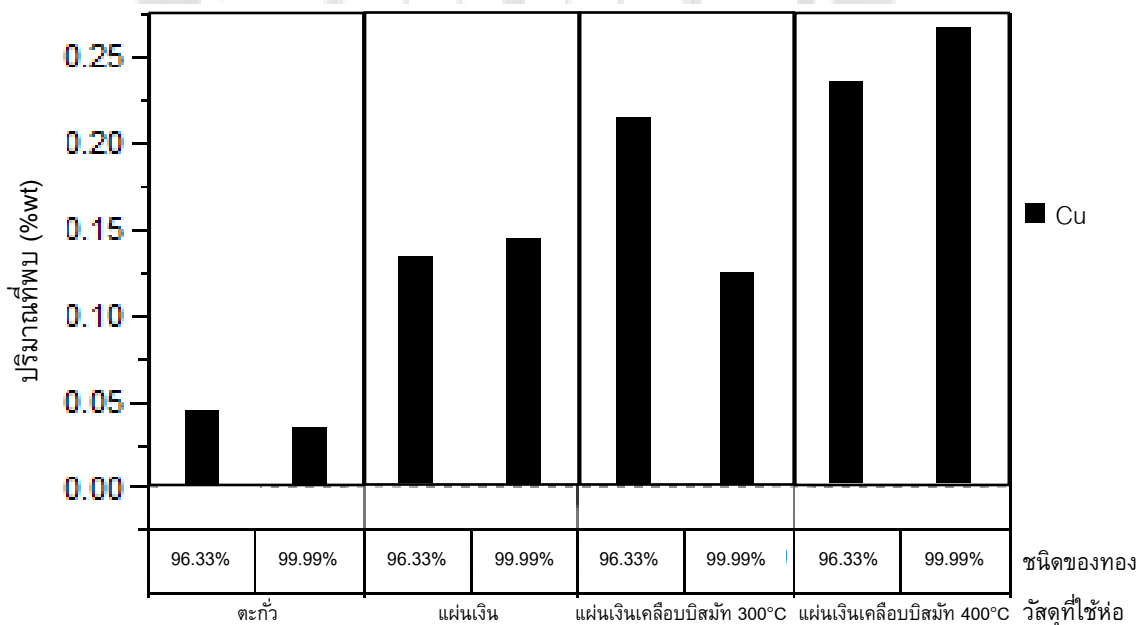


ภาพประกอบ 59 ผลวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD

3.2.4 การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในเม็ดโลหะด้วย XRF

ผลการวิเคราะห์ด้วย XRF แสดงให้เห็นถึงการคงเหลืออยู่ของทองแดงที่คงเหลืออยู่ในเม็ดโลหะที่ได้หลังจากกระบวนการ Cupellation ซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีปริมาณน้อยกว่าเมื่อเทียบกับปริมาณของทองแดงที่พื้นผิว ดังตาราง 4 และภาพประกอบ 60 ตาราง 4 แสดงปริมาณของธาตุต่างๆ ที่พบในเม็ดโลหะด้วยเทคนิค XRF (%โดยน้ำหนัก)

ชนิดการห่อ	ทองตัวอย่าง	ปริมาณ Cu ที่พบ
ตะกั่ว	96.33%	0.04
	99.99%	0.03
แผ่นเงิน	96.33%	0.13
	99.99%	0.14
แผ่นเงินเคลือบบิสมัท ที่ 300°C	96.33%	0.21
	99.99%	0.12
แผ่นเงินเคลือบบิสมัท ที่ 400°C	96.33%	0.23
	99.99%	0.26



ภาพประกอบ 60 ปริมาณของธาตุที่พบบนผิวเม็ดโลหะด้วยเทคนิค EDS (%โดยน้ำหนัก)

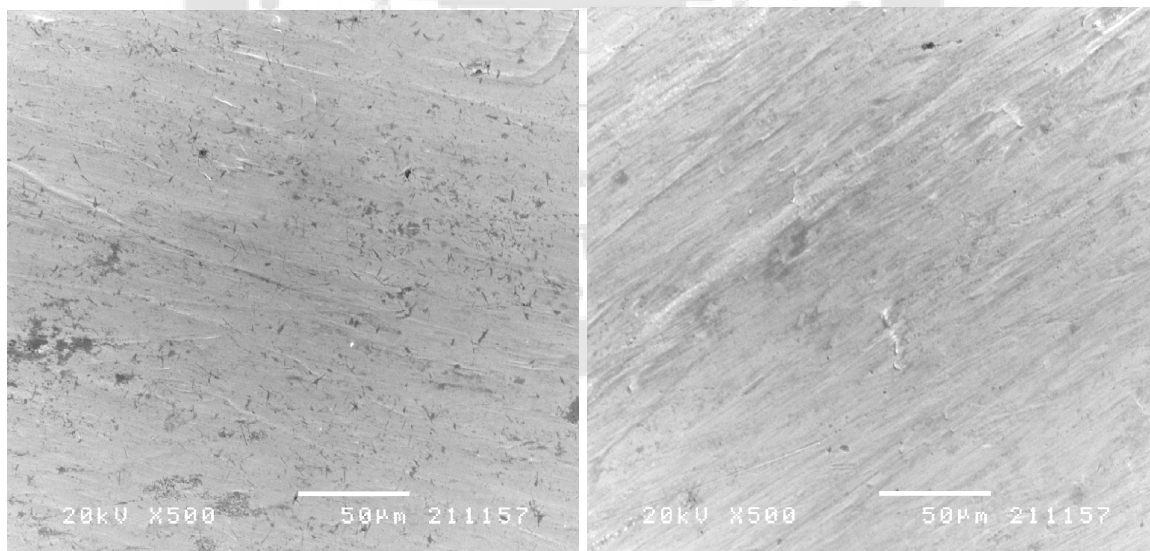
3.3 การวิเคราะห์แผ่นโลหะที่ผ่านการรีดก่อนกระบวนการ Parting

3.3.1 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวแผ่นโลหะด้วย SEM

ลักษณะของพื้นผิวของแผ่นโลหะที่ผ่านการรีดมาพบว่าโครงสร้างเกรนที่เห็นได้อย่างชัดเจนในเม็ดโลหะจะไม่พบบนพื้นผิวของแผ่นโลหะทั้งในตัวอย่างทอง 99.9% และตัวอย่างทอง 96.33% นี้ตั้งภาพประกอบ 62 และ 63



ภาพประกอบ 61 แผ่นโลหะที่ผ่านการรีด



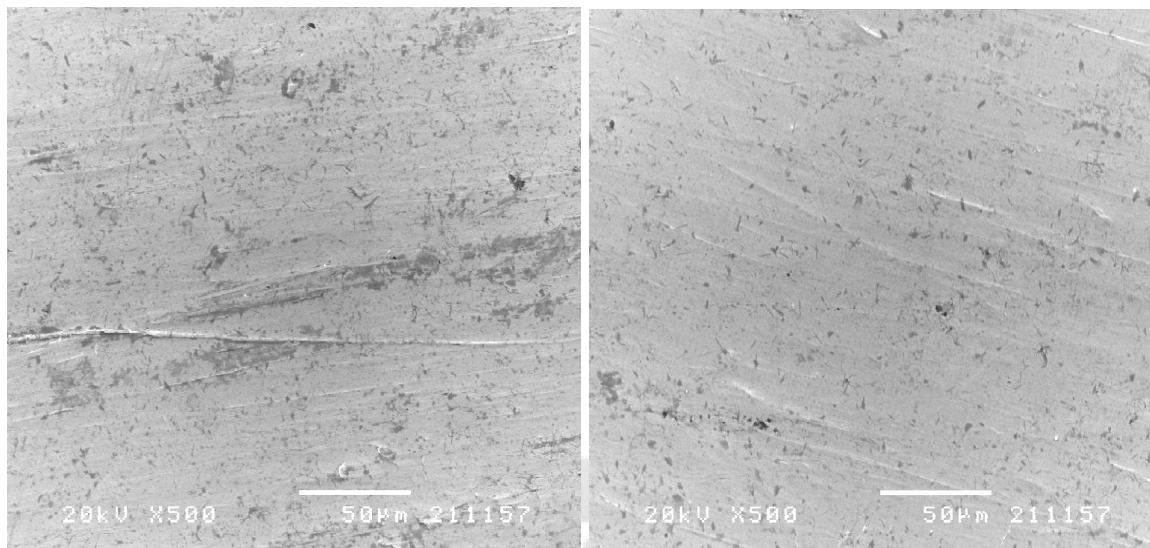
ก)

ข)

ภาพประกอบ 62 พื้นผิวของแผ่นทอง 99.99% หลังการรีด

ก) แผ่นเงินเคลือบบิสมัท 300 องศาเซลเซียส

ข) แผ่นเงินเคลือบบิสมัท 400 องศาเซลเซียส



ก)

ข)

ภาพประกอบ 63 พื้นผิวของแผ่นทอง 96.33% หลังการรีด

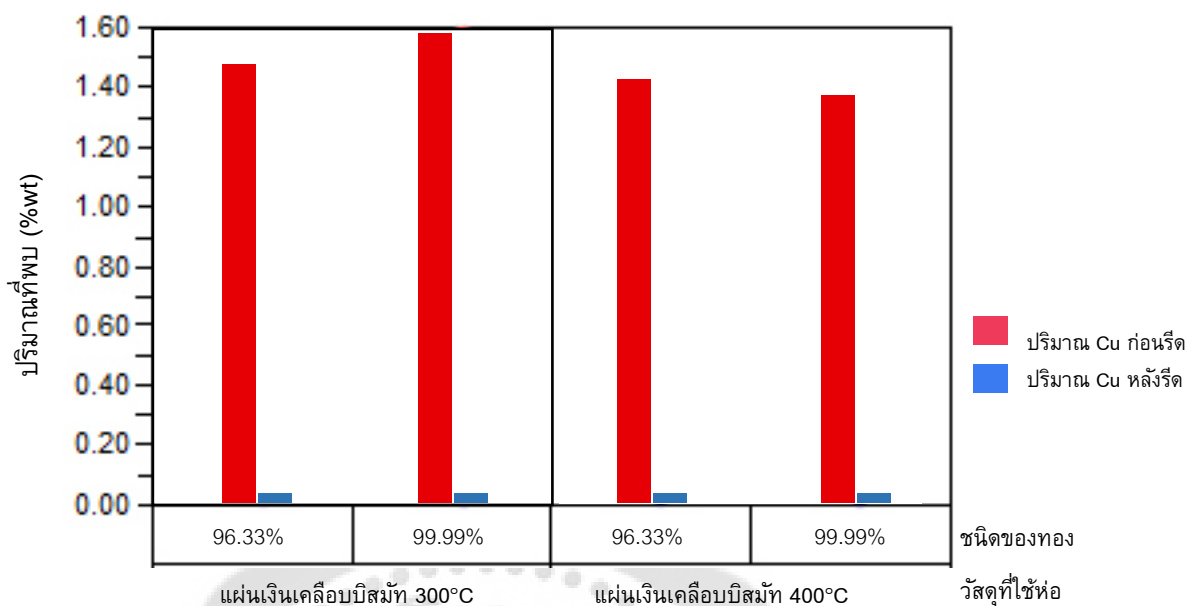
ก)แผ่นเงินเคลือบบิสมัท 300 องศาเซลเซียส

ข)แผ่นเงินเคลือบบิสมัท 400 องศาเซลเซียส

3.3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบที่พื้นผิวของแผ่นโลหะด้วย EDS

ตาราง 5 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณทองแดงที่พบ ก่อนและหลังกระบวนการรีดด้วย EDS

ชนิดการห่อ	ทองตัวอย่าง	ปริมาณ Cu ที่พบ	
		ก่อนรีด	หลังรีด
แผ่นเงินเคลือบบิสมัท ที่ 300°C	96.33%	1.45	0
	99.99%	1.58	0
แผ่นเงินเคลือบบิสมัท ที่ 400°C	96.33%	1.39	0
	99.99%	1.34	0



ภาพประกอบ 64 เปรียบเทียบปริมาณทองแดงที่บนพื้นผิวโลหะก่อนและหลังรีดด้วย EDS

จากการเปรียบเทียบปริมาณของทองแดงที่พื้นผิวของโลหะก่อน-หลัง การรีด พบว่าที่พื้นผิวของแผ่นโลหะหลังการรีดไม่มีทองแดงอยู่ในขณะที่เม็ดโลหะก่อนการรีดนั้นจะพบปริมาณทองแดงอยู่ที่พื้นผิว

3.3.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบที่พื้นผิวของแผ่นโลหะด้วย XRF

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุต่างของแผ่นโลหะที่ผ่านกระบวนการรีดด้วยเครื่อง XRF พบปริมาณทองแดงอยู่ในแผ่นโลหะ ดังตาราง 6

ตาราง 6 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณทองแดงที่พบ ก่อนและหลังกระบวนการรีดด้วย XRF

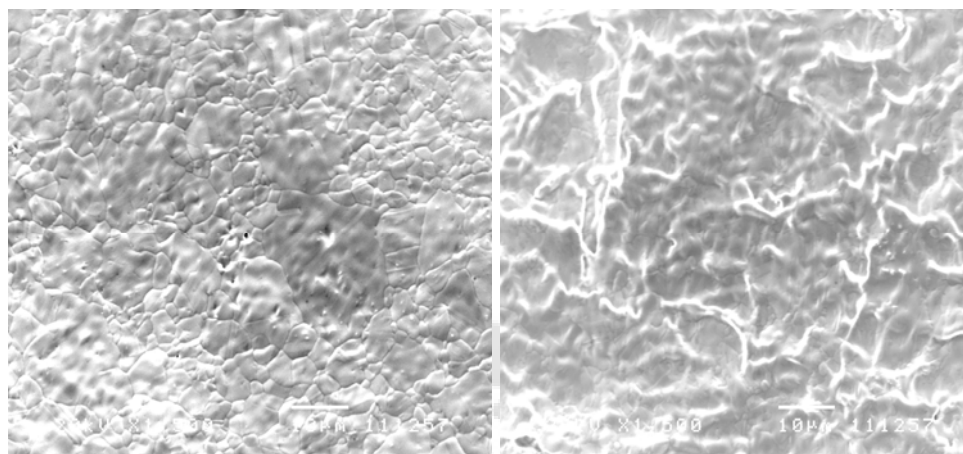
ชนิดการหล่อ	ทองตัวอย่าง	ปริมาณ Cu ที่พบ	
		ก่อนรีด	หลังรีด
แผ่นเงินเคลือบบิสมัท ที่ 300°C	96.33%	0.21	0.3
	99.99%	0.12	0.221
แผ่นเงินเคลือบบิสมัท ที่ 400°C	96.33%	0.23	0.277
	99.99%	0.26	0.291

3.4 การวิเคราะห์แผ่นทองเมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการ Fire Assay

3.4.1 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวแผ่นทองด้วย SEM

จากการวิเคราะห์แผ่นทองด้วยเครื่อง SEM พบว่าผิวของแผ่นทองจะมีความหยาบมากขึ้นกว่าแผ่นโลหะก่อนผ่านขั้นตอน parting แต่ในบางส่วนก็จะเห็นโครงสร้างของเกรนทองคำ

ชัดเจน และจะพบรูบนผิวแผ่นทองคำได้ในบางจุด ซึ่งพื้นผิวที่หยาบขึ้นและรูที่พบนี้เกิดจากการกัดของกรดจันโลหะเงินหลุดออก และบริเวณของแผ่นทองคำหลังเสร็จสิ้นกระบวนการ Fire Assay จะมีลักษณะเป็นรูพรุนเล็กๆ กระจายอยู่บนแผ่นดังภาพประกอบ 65 และ 66



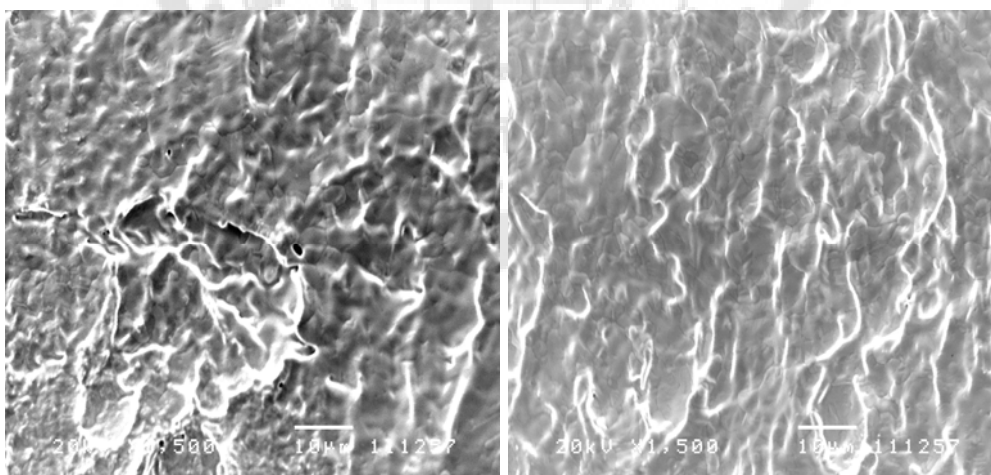
ก)

ข)

ภาพประกอบ 65 ลักษณะพื้นผิวของแผ่นทองคำหลังเสร็จสิ้นกระบวนการ Fire Assay ของตัวอย่างทองคำบริสุทธิ์ 99.9%

ก) ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมัท 300 องศาเซลเซียส

ข) ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมัท 400 องศาเซลเซียส



ก)

ข)

ภาพประกอบ 66 ลักษณะพื้นผิวของแผ่นทองคำหลังเสร็จสิ้นกระบวนการ Fire Assay ของตัวอย่างทองคำผสม 96.33%

ก) ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมัท 300 องศาเซลเซียส

ข) ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมัท 400 องศาเซลเซียส

บทที่ 5

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

1. ศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อความถูกต้องของการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่างด้วยกระบวนการ Fire Assay ที่ใช้สารประกอบบิสมัทเพื่อทดแทนตะกั่ว

จากผลการวิเคราะห์บิสมัทที่มีความเป็นไปได้ในการนำมาทดแทนตะกั่วในการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำด้วยเทคนิค Fire Assay แต่การที่มีบิสมัทปริมาณที่มากจะทำให้การห่อทำได้ยาก และโลหะเกิดการกระเด็นหรือแยกตัวหลังกระบวนการ Cupellation ซึ่งจะส่งผลให้การวิเคราะห์เกิดการคลาดเคลื่อน

จากการทดลองปริมาณของเงินที่ 400 มิลลิกรัม 450 มิลลิกรัม และ 500 มิลลิกรัม พบว่าผลของปริมาณเงินทั้ง 3 ปริมาณไม่ส่งผลต่อผลการวิเคราะห์อย่างมีนัยสำคัญ

จากการทดลองปริมาณของบิสมัทที่ 0.5 กรัม 1 กรัม และ 2 กรัม พบว่าปริมาณบิสมัทที่ 2 กรัมจะให้ผลการวิเคราะห์ที่มีความคลาดเคลื่อนสูงเนื่องมาจากการห่อบิสมัทไม่แน่นสนิท

จากการทดลองปริมาณของทองแดงที่ 5 มิลลิกรัม 10 มิลลิกรัม 15 มิลลิกรัม และ 20 มิลลิกรัม พบว่าปริมาณทองแดงที่เพิ่มสูงขึ้นจะให้ผลการวิเคราะห์ที่มีความคลาดเคลื่อนสูง เนื่องจากมีปริมาณทองแดงคงค้างที่สูงขึ้นตามปริมาณทองแดงที่เพิ่มขึ้น โดยปริมาณทองแดง 5 มิลลิกรัมจะให้ผลความคลาดเคลื่อนที่น้อยที่สุด

จากการทดลองอุณหภูมิในกระบวนการ Cupellation ที่ 1,000 องศาเซลเซียส 1,050 องศาเซลเซียส และ 1,100 องศาเซลเซียส ผลของอุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส และ 1,050 องศาเซลเซียสจะให้ผลการวิเคราะห์ที่ดีที่สุด แต่เนื่องจากที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส บางตัวอย่างจะเกิดการแตกในขณะรีด จึงทำให้ผลการวิเคราะห์เกิดการแกว่งตัวที่สูง อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในขั้นตอนนี้คือ 1,050 องศาเซลเซียส

ดังนั้นอัตราส่วนของบิสมัท : เงิน : ทองแดง ที่เลือกใช้กับเทคนิค Fire Assay ด้วยบิสมัทสำหรับ ทองคำผสม 96.33% โดยน้ำหนัก คือ

- บิสมัท 1 กรัม
- เงิน 450 มิลลิกรัม
- ทองแดง 5 มิลลิกรัม
- อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส

2. การศึกษาการดูดซับทองแดงภายใน Cupel ในกระบวนการ Cupellation

จากผลของการดูดซับปริมาณทองแดงใน Cupel นั้นพบว่าอุณหภูมิในกระบวนการ Cupellation ที่ 1,100 องศาเซลเซียส จะทำให้การดูดซับมีการก่องตัวรวมมากในบริเวณของกลางเบ้า ซึ่งทำให้การดูดซับทองแดงได้ไม่ดี ซึ่งต่างจากการดูดซับของทองแดงที่อุณหภูมิ 1,050 องศา

เซลเซียส ที่มีการกระจายตัวของทองแดงทั่วทั้ง Cupel ในขณะที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส มีการดูดซับทองแดงที่น้อยที่สุด อาจเป็นเพราะบิสมีทยังคงค้างอยู่ภายในเม็ดโลหะอยู่ซึ่งจะสังเกตได้จากการนำเม็ดโลหะไปรีดแล้วเกิดการแตก

ในขณะที่การดูดซับของทองแดงที่มีความเข้มข้นในทองตัวอย่างสูงกว่า (เติมทองแดง 15 มิลลิกรัมต่อสัดส่วนปริมาณบิสมีท 1 กรัม) นั้นจะมีการดูดซับภายใน Cupel ที่ไม่ดี เนื่องจากการใช้บิสมีทในปริมาณ 1 กรัมเพื่อเป็นตัวช่วยพาทองแดงให้ถูกดูดซับใน Cupel นั้นอาจไม่เพียงพอ และด้วยค่าความสามารถของการแพร่ของทองแดงที่ต่ำ (diffusivity $3.92 \times 10^5 \text{ cm}^2/\text{s}$) ยังมีปริมาณมาก การแพร่ก็ยิ่งน้อยลง จึงอาจต้องอาศัยบิสมีทที่ค่าความสามารถในการแพร่ที่สูงกว่า (diffusivity $4.93 \times 10^5 \text{ cm}^2/\text{s}$) เป็นตัวพาให้ทองแดงสามารถแพร่ได้ดีขึ้น ดังนั้นหากในตัวอย่างมีปริมาณทองแดงที่เพิ่มขึ้นจะต้องใช้ปริมาณของบิสมีทที่เพิ่มขึ้น จึงจะช่วยให้สามารถการดูดซับโลหะทองแดงภายใน Cupel ได้ดียิ่งขึ้น

3. ลักษณะการห่อของตัวอย่างในกระบวนการ Cupellation

ในตัวอย่างที่ห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมีทนั้น หลังกระบวนการ Cupellation แล้วยังคงเหลือสารเจือปน (ทองแดง) อยู่ โดยส่วนมากจะอยู่ที่พื้นผิวของเม็ดโลหะ โดยสารเจือปนที่พบนี้มีปริมาณที่มากกว่า เมื่อเทียบกับปริมาณสารเจือปน (ทองแดง) ที่คงเหลือหลังกระบวนการ Cupellation ซึ่งใช้ตะกั่ว

เมื่อผ่านการรีดแล้วจะไม่พบสารเจือปนที่บริเวณพื้นผิวซึ่งแสดงถึงการถูกดันให้สารเจือปนเหล่านี้เข้าไปอยู่ในเนื้อของโลหะซึ่งตรงกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF ที่พบปริมาณทองแดงในแผ่นโลหะตัวอย่าง ซึ่งการที่มีสารเจือปนในปริมาณที่มากนั้นอาจทำให้ในกระบวนการ parting นั้นไม่สามารถขจัดสารเจือปนเหล่านี้ออกได้หมด ทำให้ผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำที่ได้มีค่ามากกว่าค่าจริง

อีกสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ผลของการวิเคราะห์เกิดการผิดพลาดมาจากการไม่รวมตัวเป็นชั้นเดียวกันของตัวอย่างที่วิเคราะห์ มีการแยกออกเป็นส่วนเล็กๆ อยู่ใน cupel ซึ่งเกิดจากการห่อที่ไม่สามารถห่อตัวอย่างได้แน่นสนิท เพราะแผ่นเงินเคลือบบิสมีทที่ได้นั้นบางส่วนจะมีความหนามาก ทำให้ใช้ห่อได้ยากและทำให้การห่อไม่แน่นสนิท จึงทำให้เกิดการกระเด็นของโลหะให้ขั้นตอน Cupellation ขึ้นได้ ทำให้ผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำที่ได้มีค่าน้อยกว่าค่าจริง

และจากการที่พบองค์ประกอบ Au_3Cu ซึ่งมีโครงสร้างแบบ order structure ซึ่งมีสมบัติเปราะอยู่บนผิวเม็ดโลหะ ซึ่งทำให้เมื่อนำไปรีดองค์ประกอบนี้จะเกิดการแตกและหลุดออกไปทำให้ปริมาณทองคำหายไปบางส่วน ส่งผลให้เป็นอีกสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำที่ได้มีค่าน้อยกว่าค่าจริง

การห่อตัวอย่างด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมีทที่ 300 องศาเซลเซียส มีความคลาดเคลื่อน $\pm 0.043\%$ ในขณะที่การห่อตัวอย่างด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสมีทที่ 400 องศาเซลเซียส และการห่อด้วยแผ่นเงินและผงบิสมีทมีความคลาดเคลื่อน ± 0.271 และ ± 0.065 ตามลำดับ เนื่องจากการเคลือบ

บิสหมัทบนแผ่นเงินที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสความหนาของชั้นเคลือบมีความหนาค่อนข้างใกล้เคียงกันในทุกจุด เมื่อนำไปห่อทำให้บิสหมัทมีการกระจายตัวที่ดีกว่าการห่อด้วยแผ่นเงินและผงบิสหมัท และการห่อด้วยแผ่นเงินเคลือบบิสหมัทที่ 400 องศาเซลเซียสความหนาของชั้นเคลือบมีความหนาที่แตกต่างกันในหลายจุดจึงทำให้เกิดการหลุดออกในขณะห่อและทำให้ลักษณะการห่อไม่แน่นจึงทำให้ผลที่ได้มีความคลาดเคลื่อนที่สูง





บรรณานุกรม

บรรณานุกรม

1. E.E.Bugbee. (1922). A text book of Fire Assaying. *John Wiley & Sons Inc.*
2. CHRISTOPHER W. CORTI. Assaying of gold jeweler Choice of technique. World Gold Council.
3. นุชนาท นาคำ. (2548). การวิเคราะห์ทองคำและเงินในโลหะทองคำผสมเงิน. พิมพ์ครั้งที่ 1. สำนักอุตสาหกรรมพื้นฐานกรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่.
4. RoHS Restricted Substance. [Homepage of RoHS Guide Compliance]. Retrieved Jan 28, 2014, from <http://www.rohsguide.com/rohs-substances.htm>
5. CPSC Announces New, Lower Limit for Lead Content in Children's Products. (2011, July 15). [Homepage of United States Consumer Product Safety Commission]. Retrieved Jan 28, 2014, from <http://www.cpsc.gov/en/Newsroom/News-Releases/2011/CPSC-Announces-New-Lower-Limit-for-Lead-Content-in-Childrens-Products1>.
6. Pareja-Carrera et al. (2014). Lead (Pb) in sheep exposed to mining pollution: Implications for animal and human health. *Ecotox Environ Saf.* 108: 210–216.
7. Sally Bradberry and Allister Vale. (2007). Lead. *Medicine.* 35: 627-628.
8. Hada Dapul and Danielle Laraque. Lead Poisoning in Children. *Advances in Pediatrics.* 61: 313-333.
9. CD. Carrington. (2013). Toxic Metals: Lead. *Encyclopedia of Food Safety.* 2: 349-351.
10. IC Aguilar-Dorado, et al. (2014). Eryptosis in lead-exposed workers. *Toxicology and Applied Pharmacology.* 281: 195-202.
11. ฐัญญาปณีย์ นกุลสวัสดิ์ และคณะ. (2554). ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการทดสอบความบริสุทธิ์ของทอง. มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ.
12. ผศ. ดร. ณรงค์ ประไพรักษ์สิทธิ์ และคณะ. (2557). การพัฒนาวิธีวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของทองคำด้วยเทคนิค Fire Assay แบบปลอดตะกั่ว. สถาบันวิจัยและพัฒนาอัญมณีและเครื่องประดับแห่งชาติ.
13. M.A. McGuire. THE CLASSICAL FIRE ASSAY. Danbury, Connecticut: Newmpnt Exploration Limited.
14. MM Torres, et al. (2008). Some problems and potentials of the study of cupellation remains: the case of post-medieval Montbéliard, France. *ArcheoSciences.* 32: 59- 70.

15. ISO/CD 11426. (2010). Jewellery – Determination of gold in gold jewellery alloys – Cupellation method (fire assay).
16. David W. Francisco. (1994). Fire Refining Precious Metals Assay Method. *U.S. patent* 5,279,644.
17. Zack Kelly and Funsho Ojebuoboh.(2002). Producing Bismuth Trioxide and Its Application in Fire Assaying. *Minor Metals*. 42-45.
18. R.R. Barefoot and J.C. Van Loom. (1999). Recent advances in the determination of platinum group elements and gold. *Talanta*. 49: 1-14.
19. A. Frimpong, et al. (1995). Recovery of Precious Metals Using Nickel Sulfide Fire Assay Collection : Problems at Nanogram per Gram Concentrations.
20. P. Battaini, E. Bemporad and D. De Felicis. (2014). The fire assay reloaded. *Gold Bull*. 47: 9-20.
21. Yanjing Su, et al. (2003). Investigation on synthesis of Bi-based thin films on flat sputter-deposited Ag film by melting process. *Physica C*. 384: 81-92.
22. Dong-Ho Kim et al. (2006). Structure and electrical transport properties of bismuth thin films prepared by RF magnetron sputtering. *Applied Surface Science*. 252: 3525–3531.
23. M.O. Boffoue, et al. (2000). Structure and transport properties of polycrystalline Bi films. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 61: 1979-1983.
24. รศ. แม้น อมรสิทธิ์ และคณะ. (2534). หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. พิมพ์ครั้งที่ 1 , กรุงเทพฯ: ห้างหุ้นส่วนจำกัด โรงพิมพ์ชวนพิมพ์.
25. บทความสมาคมนิวเคลียร์แห่งประเทศไทย. การวิเคราะห์โดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X ray Fluorescence Spectroscopy). สืบค้นจาก <http://www.nst.or.th/article/article494/article49418.htm> [2 มกราคม 2557]
26. เวคิน นพนิตย์. จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน: การประยุกต์ทางวิทยาศาสตร์ชีวภาพ.
27. บัญชา ธนบุญสมบัติ, ศุภกาญจน์ คำมณี. จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง ประตูลูกโลกระดับจุลภาค. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ: ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC); 2544. หน้า 4.
28. Backscatter Imaging. Retrieved Nov 1, 2014, from URL: http://www.semitracks.com/reference/FA/die_level/imaging/backscatter/backscatter.htm
29. Electron Microscope (กล้องจุลทรรศน์ที่ใช้อิเล็กตรอน). Retrieved Nov 1, 2014, from URL: http://www.electron.rmutphysics.com/science-news/index.php?Itemid=1&id=122&option=com_content&task=view

30. ถาม-ตอบ (ห้องปฏิบัติการจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่งและจุลวิเคราะห์ที่ MTEC).
Retrieved March 1, 2009, from URL: <http://www.mtec.or.th/labs/sem/faq.html>
31. วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา, และคณะ. เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์ : ทฤษฎีและหลักการทำงานเบื้องต้น. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2543. หน้า 288-306.
32. พรรณทิพย์ ห่อศรีสัมพันธ์. การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD. สืบค้นเมื่อวันที่ 15 พฤศจิกายน 2557 จาก <http://www.forensic2.go.th/fpd21/XRD.htm>
33. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. X-ray Diffractometer (XRD). สืบค้นเมื่อวันที่ 15 พฤศจิกายน 2557 จาก http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/GettingStratOf_XRD1.htm
34. K. Wongpreedee, et al. (2014). The Observations of Fire Assay without Lead for Gold Jewelry Application. The 4th International Gem & Jewelry Conference.





ภาคผนวก

ISO 11426 : Jewellery – Determination of gold in gold jewellery alloys – Cupellation method (fire assay)

คือมาตรฐานในการคำนวณปริมาณทองคำในอัลลอยทองคำที่ใช้ในการทำเครื่องประดับด้วยกระบวนการ Cupellation (Fire Assay) ที่กำหนดขึ้นโดยองค์การมาตรฐานสากล(International Organization for Standardization) โดยเป็นมาตรฐานที่กำหนดถึงวิธีการหาปริมาณทองคำที่มีเปอร์เซ็นต์ 333 ถึง 999 ส่วน ใน 1,000 ส่วน โดยข้อกำหนดในส่วนต่าง ๆ มีดังนี้

1. สารที่ใช้ในการวิเคราะห์

- 1) กรดไนตริกเข้มข้น 33% โดยต้องมีส่วนผสมของธาตุในกลุ่มฮาโลเจนต่ำ
- 2) กรดไนตริกเข้มข้น 49% โดยต้องมีส่วนผสมของธาตุในกลุ่มฮาโลเจนต่ำ
- 3) ตะกั่วเกรดสำหรับวิเคราะห์ ซึ่งไม่มีโลหะมีค่าหรือบิสมัทปน ซึ่งมีลักษณะเป็นแผ่นหรือเม็ด
- 4) โลหะเงิน ที่มีความบริสุทธิ์ 99.9% ซึ่งไม่มีโลหะมีค่าเช่นทองคำ หรือแพลตินัมเจือปน
- 5) ทองคำบริสุทธิ์สำหรับตัวอย่างมาตรฐาน
 - ถ้าทองคำตัวอย่างมีความบริสุทธิ์ 33.3 - 99.0 % ให้ใช้ทองคำที่มีความบริสุทธิ์อย่างน้อย 99.99%
 - ถ้าทองคำตัวอย่างมีความบริสุทธิ์มากกว่า 99.0 % ให้ใช้ทองคำที่มีความบริสุทธิ์อย่างน้อย 99.999%
- 6) พัลลาเดียมสำหรับตัวอย่างมาตรฐาน ต้องมีความบริสุทธิ์อย่างน้อย 99.9% และไม่มีทองคำและโลหะในกลุ่มแพลตินัมเจือปน
- 7) นิกเกิลสำหรับตัวอย่างมาตรฐาน ต้องมีความบริสุทธิ์อย่างน้อย 99.9% และไม่มีทองคำและโลหะในกลุ่มแพลตินัมเจือปน
- 8) ทองแดงสำหรับตัวอย่างมาตรฐาน ต้องมีความบริสุทธิ์อย่างน้อย 99.9% และไม่มีโลหะมีค่าเช่นทองคำ หรือแพลตินัมเจือปน
- 9) โซเดียมเตตระโบเรต ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) ที่ไม่มีน้ำเจือปน หรือไม่ชื้น

2. เครื่องมือในการวิเคราะห์

- 1) เตาหลอมสำหรับ Cupellation ที่สามารถรักษาสภาพบรรยากาศแบบมีออกซิเจน
- 2) เบ้าแมกนีเซียมออกไซด์ (Cupel) ปกติใช้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 22 มิลลิเมตร สำหรับการดูดซับตะกั่ว 6 กรัม หรือขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 26 มิลลิเมตร สำหรับการดูดซับตะกั่ว 10 กรัม
- 3) ขวดแก้วสำหรับ parting ที่มีลักษณะเป็นตะกร้าหรือมีลักษณะเป็นหลุม
- 4) เบ้าสำหรับอบอ่อน ต้องทำจากวัสดุที่ทนความร้อนสูง
- 5) ที่คืบเบ้าใส่เตาหลอม cupellation
- 6) คีมสำหรับตัดโลหะ

- 7) ทังโลหะสำหรับทุบที่พื้นผิวเรียบเงา
- 8) ค้อนทุบ ที่มีน้ำหนักอย่างน้อย 400 กรัม และพื้นผิวเรียบเงา
- 9) เครื่องรีดสำหรับเครื่องประดับ
- 10) แปรงทำความสะอาด

นอกจากนี้ยังใน ISO 11426 ยังได้กำหนดขั้นตอนการปฏิบัติงานไว้อย่างละเอียดดังนี้

1. การเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์

ชั่งน้ำหนัก 125 – 250 มิลลิกรัม โดยทำอย่างน้อย 2 ตัวอย่าง และห่อด้วยแผ่นตะกั่ว ซึ่งถ้าน้ำหนักตัวอย่างต่ำกว่า 200 มิลลิกรัม ใช้ตะกั่ว 4 กรัม ถ้าน้ำหนักตัวอย่างมากกว่า 200 – 250 กรัม ใช้ตะกั่ว 6 กรัม และเติมโลหะเงินเข้าไป 2.3 – 3 เท่า ของน้ำหนักทองคำบริสุทธิ์ในตัวอย่าง โดยต้องห่อให้แน่น

2. การเตรียมตัวอย่างตัวอย่างมาตรฐาน

ชั่งน้ำหนักเหมือนตัวอย่างวิเคราะห์ โดยทำอย่างน้อย 2 ตัวอย่าง โดยใช้ปริมาณทองคำและเงินต้องเท่ากับในตัวอย่างวิเคราะห์ (ปริมาณเงินนับรวมที่มีอยู่ในทองคำตัวอย่างและที่เติมเพิ่มขึ้นไป) ควรเติมทองแดงไปด้วยถ้ามีผสมอยู่ในทองคำตัวอย่าง

3. ขั้นตอน Cupellation

วางตัวอย่างวิเคราะห์และตัวอย่างมาตรฐานที่ห่อด้วยตะกั่วแน่นแล้วบน Cupel ชนิดแมกนีเซียมออกไซด์ซึ่งได้ทำการอบมาแล้วที่อุณหภูมิ 1,000 °C จากนั้นนำ Cupel ที่มีตัวอย่างวิเคราะห์และตัวอย่างมาตรฐานภายในเตาเผา โดยให้ความคมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 1,050 – 1,150 °C เป็นเวลา 25 นาที ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนเพียงพอ เมื่อครบเวลานำ Cupel ออกจากเตา รอจนเม็ดโลหะเย็นก่อนจึงค่อยนำออกจาก Cupel ปิดเศษผงที่ติดอยู่กับเม็ดโลหะออกให้หมด และนำไปทุบให้แบนและนำไปอบอ่อนให้เม็ดโลหะแดงก่อนนำไปรีด รีดจนความหนาเหลือประมาณ 0.12 – 0.15 มิลลิเมตร และม้วนแผ่นโลหะให้กลม

4. ขั้นตอน Parting

ใส่แผ่นโลหะลงในบีกเกอร์ และเติมกรดไนตริกเข้มข้น 33% ลงไปในปริมาณ 20 มิลลิลิตร และนำไปต้มเป็นเวลา 15 นาที จนหมดไอของไนตริก แล้วล้างด้วยน้ำอุ่น ต้มอีกครั้งด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 49% ปริมาณ 20 มิลลิลิตร เมื่อต้มจนเสร็จแล้วนำแผ่นทองคำใส่ในเบ้าทำให้แห้ง และนำไปอบที่ 500 – 850 °C เป็นเวลา 5 นาที รอจนเย็นแล้วนำไปชั่งน้ำหนัก

โดยข้อกำหนดของขั้นตอนในการปฏิบัติงานนั้นเป็นขั้นตอนการปฏิบัติงานพื้นฐานสำหรับทองคำสีเหลืองที่ไม่มีส่วนประกอบของนิกเกิลหรือพัลลาเดียม หรือไม่ได้ถูกระบุไว้เป็นกรณีพิเศษ ซึ่งได้มีการระบุประเภทหรือชนิดของทองคำที่จะนำมาทดสอบไว้อีก 4 กรณี โดยจะมีการปรับเปลี่ยนขั้นตอนการปฏิบัติงานไปตามชนิดของทองคำที่นำมาทดสอบซึ่งจะมีขั้นตอนการปฏิบัติงานแตกต่างไปจากเดิมเล็กน้อย ตามที่ได้ระบุไว้ดังนี้

1. ทองคำสีขาวที่มีส่วนผสมของนิกเกิล

ใช้ทองคำตัวอย่าง 125-250 มิลลิกรัม โดยเติมเงินในปริมาณ 2.3-3 เท่า และห่อด้วย ตะกั่ว 2 กรัม พร้อมทั้งใส่ตะกั่วเพิ่มอีก 15 กรัม และใส่โซเดียมเตตระโบเรต ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) 1.5-2 กรัม โดยใส่รวมในเบ้าหลอม และนำไปเข้าเตาเผาที่ 1,000 °C โดยต้องให้มีออกซิเจนอย่างเพียงพอ เมื่อ ผ่านไป 20-30 นาที ให้เพิ่มอุณหภูมิเป็น 1,100 °C อีก 2 นาที แล้วจึงนำออกมาได้ รอจนเย็นแล้วจึง แยกเม็ดโลหะกลับตะกั่วออก และนำเม็ดโลหะไปทำ Cupellation อีกครั้งโดยใช้ Cupel ที่มีขนาดใหญ่กว่าปกติ

2. ทองคำสีขาวที่มีส่วนผสมของพัลลาเดียม

เมื่อหลังจากทำ Cupellation และ Parting แล้วในครั้งแรกแล้วโลหะที่ได้จะยังคงมี พัลลาเดียมอยู่ จึงต้องนำไปทำ Cupellation อีกครั้ง โดยใช้ตะกั่ว 4 กรัม และเติมเงิน 2.5 เท่า และเติมทองแดงลงไปอีก 50 มิลลิกรัม และนำไป Parting อีกครั้ง

3. ทองคำที่มีปริมาณเงินผสมอยู่มากกว่า 40%

ขั้นตอนการปฏิบัติงานเช่นเดียวกับทองคำสีเหลือง โดยให้วิเคราะห์ปริมาณเงินและ ทองคำเบื้องต้นก่อนและเติมปริมาณเงินรวมแล้วให้อยู่ในช่วง 2.3-3 เท่าและดำเนินการตามขั้นตอน ปกติ

4. ทองคำที่มีความบริสุทธิ์ 99.9%

ชั่งน้ำหนักตัวอย่างประมาณ 250 มิลลิกรัม โดยใส่ทองแดง 20 ± 5 มิลลิกรัม และเงิน 2.3-3 เท่า และใส่ตะกั่วประมาณ 2 กรัม แล้วนำไปทำ Cupellation และ Parting ตามขั้นตอนปกติ

นอกจากนี้ในมาตรฐาน ISO 11426 ยังได้กำหนดไว้ว่าถ้าหากผลการวิเคราะห์มีความ คลาดเคลื่อนสูงกว่า 0.05% สำหรับทองคำสีเหลืองและทองคำสีแดง , 0.1% สำหรับทองคำสีขาว และ 0.02% สำหรับทองคำที่มีความบริสุทธิ์มากกว่า 99.0% จะต้องทำการ Fire Assay ซ้ำอีกครั้ง



ประวัติย่อผู้วิจัย

ชื่อ ชื่อสกุล	นายพันธุ์พจน์ ฤทัยธนานนท์
วันเดือนปีเกิด	2 ตุลาคม พ.ศ. 2527
สถานที่เกิด	กรุงเทพมหานคร
สถานที่อยู่ปัจจุบัน	21/587 ซอยรามคำแหง 142 แขวงสะพานสูง เขตสะพานสูง กรุงเทพมหานคร 10240
ตำแหน่งหน้าที่การงานในปัจจุบัน	พนักงานบริษัทผลิตเครื่องประดับ
สถานที่ทำงานปัจจุบัน	Spokes Jewelry Services Co., Ltd. เลขที่ 58 ชั้นที่ 2 ซอยสุขาภิบาล 2 ซอย 31 แขวงดอกไม้ เขตประเวศ กรุงเทพมหานคร 10250
ประวัติการศึกษา	
พ.ศ.2542	สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนต้น จากโรงเรียนวัดนวลนรดิศ
พ.ศ.2545	สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนวัดนวลนรดิศ
พ.ศ.2550	สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วท.บ. วัสดุศาสตร์ (อัญมณีเครื่องประดับ) จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ