

สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยบูรพา  
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131



## รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

เรื่อง

การพัฒนาชุดทดสอบภาคสนามสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักด้วยอนุภาคนาโนบิสมัทเพื่อเฝ้าระวังและติดตามคุณภาพของน้ำทะเลบริเวณชายฝั่ง

Development of a portable device for trace-heavy metals analysis using bismuth nanoparticles to monitor and control the quality of seawater in coastal area

โดย

ศศิธร มั่นเจริญ และการะเกด เทศศรี

มหาวิทยาลัยบูรพา  
2556

169339

14 ต.ค. 2557

344589

รหัสโครงการ : 137859

รับบริการ  
23 ส.ค. 2558

อภินันทนาการ



## รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

เรื่อง : การพัฒนาชุดทดสอบภาคสนามสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักด้วยอนุภาคนาโนบิสมัทเพื่อเฝ้าระวังและติดตามคุณภาพของน้ำทะเลบริเวณชายฝั่ง  
Development of a portable device for trace-heavy metals analysis using bismuth nanoparticles to monitor and control the quality of seawater in coastal area

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัยประจำปี 2556 – 2557

ปีพ.ศ. 2556: จำนวน 500,200 บาท

หัวหน้าโครงการ: ดร.ศศิธร มั่นเจริญ

ผู้ร่วมโครงการ: ดร.การะเกด เทศศรี

## กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติที่สนับสนุนทุนวิจัยประเภททุนวิจัยงบประมาณแผ่นดินประจำปีงบประมาณ 2556 – 2557

ขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพาที่ให้ความอนุเคราะห์เครื่องมืออุปกรณ์ และสถานที่ในการดำเนินการวิจัย

ขอขอบคุณนางสาวจุฑามาศ บุญตั้งแต่ง, นางสาวศศิกร ชื่นศิริ, นางสาวกัลยากร เรืองวิเศษ และนางสาวธิดารัตน์ ผลสุวรรณ นิสิตระดับปริญญาโทและตรีสำหรับการเป็นผู้ช่วยวิจัยในโครงการวิจัยนี้

คณะผู้วิจัย  
กันยายน 2557

## สารบัญ

	หน้า
บทที่ 1	
ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการวิจัย	3
บทที่ 2	
ทฤษฎี และกรอบแนวความคิด	4
เทคนิคสตรipping โวลแทมเมทรี (Stripping Voltammetry)	6
ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง	8
บทที่ 3	
เครื่องมือ และสารเคมี	11
การเตรียมสารเคมี	12
วิธีดำเนินการทดลอง	14
บทที่ 4	
การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัท	21
การเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท	28
ความเป็นไปได้ในการวิเคราะห์ปริมาณด้วยขั้วไฟฟ้าที่เตรียมขึ้น	31
บทที่ 5	
	33

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	ชื่อ, รุ่น, บริษัท และประเทศของเครื่องมือที่ใช้ในโครงการวิจัย	11
3.2	ชื่อ, เกรด, บริษัท และประเทศของสารเคมีที่ใช้ในโครงการวิจัย	12
3.3	ปริมาณสารละลายมาตรฐานตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสี เข้มข้นอย่างละ 100 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ เพื่อใช้สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐาน	13

## สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	(ก) ภาพจำลองขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีทใช้เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานสำหรับชุดทดสอบภาคสนามต้นแบบ และ (ข) ภาพด้านหน้าของขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีท	5
2.2	(ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาของเทคนิคสตริปปีงโวลแทมเมทรี และ(ข) ตัวอย่างโวลแทมโมแกรม	7
2.3	ตัวอย่างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาของเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมทรี	7
2.4	สัญญาณที่ได้จากเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมทรี (สแควร์เวฟโวลแทมโมแกรม)	8
3.1	ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีทชนิดทรงกลม (a) วิธีที่ 1 และ (b) วิธีที่ 2	15
3.2	ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีทชนิดแท่งโดยการศึกษาลำดับในการให้ความร้อน (a) ก่อนหรือ (b) หลังการหยดบิสมีทไนเตรทเพนตะไฮเดรต	16
3.3	ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีทชนิดแผ่น	17
3.4	ขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีทด้วยวิธีที่ 1	18
3.5	ขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีทด้วยวิธีที่ 2	19
3.6	ขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีทด้วยวิธีที่ 3	19
3.7	การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแอนโอดิก-สตริปปีงโวลแทมเมทรี โดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีท	20
4.1	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของอนุภาคนาโนบิสมีทชนิดทรงกลมที่สังเคราะห์ด้วย a) วิธีที่ 1 และ b) วิธีที่ 2	21
4.2	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของอนุภาคนาโนบิสมีทชนิดทรงกลมที่สังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 1 ที่อัตราส่วนระหว่างบิสมีท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน เท่ากับ a) 1 : 1 และ 2) 1 : 2	22
4.3	โวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์สังกะสี (Zn), แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟ-แอนโอดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรีโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีทชนิดทรงกลมที่อัตราส่วนระหว่างบิสมีท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน เท่ากับ a) 1:2 และ b) 1:1	22
4.4	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย a) 500 เท่า และ b) 2500 เท่า	23
4.5	การวิเคราะห์องค์ประกอบของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดชนิด SEM/EDX สำหรับ a) อนุภาคที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลมขนาดเล็ก และ b) อนุภาคที่มีลักษณะเป็นแผ่นสี่เหลี่ยมขนาดใหญ่	24

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.6	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย a) 500 และ b) 4000 เท่า	24
4.7	การวิเคราะห์องค์ประกอบของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดชนิด SEM/EDX	25
4.8	โวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์สังกะสี (Zn), แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) ความเข้มข้นอย่างละ 10 ppb ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแคว์เวฟ-แอนโนติกสตริบปีงโวลแทมเมทรีโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงแท่ง	25
4.9	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) สำหรับการศึกษาลำดับการให้ความร้อน a) ก่อนหรือ b) หลังการหยดบิสมัทในเตรทเพนตะไฮเดรตในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัท	26
4.10	ภาพถ่ายอนุภาคนาโนบิสมัทที่สังเคราะห์ได้จากการศึกษาอุณหภูมิที่แตกต่างกัน a) 164 °C และ b) 175 °C	26
4.11	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สำหรับอนุภาคนาโนบิสมัทที่สังเคราะห์ได้จากการศึกษาอุณหภูมิที่แตกต่างกัน a) 164 °C และ b) 175 °C	27
4.12	โวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์สังกะสี (Zn), แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) ความเข้มข้นอย่างละ 10 ppb ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแคว์เวฟ-แอนโนติกสตริบปีงโวลแทมเมทรีโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงแท่งที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 175 °C (บน) และ 164 °C (ล่าง)	27
4.13	ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สำหรับการศึกษาอนุภาคนาโนชนิดแผ่น	28
4.14	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของสัญญาณโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์สังกะสี (Zn), แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแคว์เวฟ-แอนโนติกสตริบปีงโวลแทมเมทรีโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลม ที่มีการเตรียมแตกต่างกัน: การหยดแนฟิออน ก่อนอนุภาคนาโนบิสมัท (สีเขียว), การหยดอนุภาคนาโนบิสมัทก่อนแนฟิออน (สีฟ้า) และการนำอนุภาคนาโนบิสมัทผสมกับแนฟิออน (สีแดง)	29
4.15	โวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดสังกะสี, แคดเมียม และตะกั่ว ความเข้มข้นอย่างละ 20 ppb ที่สภาวะการตรวจวัด Deposition potential: -1.4 V, Deposition time: 420 s, Amplitude: 25 mV, Frequency: 25 Hz และ Potential step: 4 mV โดยใช้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากอนุภาคนาโนชนิดทรงกลมนี้หน้าแตกต่างกัน	30

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.16	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของสัญญาณของสังกะสี (สีฟ้า), แคดเมียม (สีแดง) และตะกั่ว (สีเขียว) และน้ำหนักของอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่ใช้เตรียมชีวไฟฟ้า	30
4.17	กราฟมาตรฐานของสังกะสีที่ทำการตรวจวัดด้วยชีวไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่สภาวะการตรวจวัด Deposition potential: -1.4 V, Deposition time: 420 s, Amplitude: 25 mV, Frequency: 25 Hz และ Potential step: 4 mV	31
4.18	กราฟมาตรฐานของแคดเมียมที่ทำการตรวจวัดด้วยชีวไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่สภาวะการตรวจวัด Deposition potential: -1.4 V, Deposition time: 420 s, Amplitude: 25 mV, Frequency: 25 Hz และ Potential step: 4 mV	31
4.19	กราฟมาตรฐานของตะกั่วที่ทำการตรวจวัดด้วยชีวไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่สภาวะการตรวจวัด Deposition potential: -1.4 V, Deposition time: 420 s, Amplitude: 25 mV, Frequency: 25 Hz และ Potential step: 4 mV	32

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ปัจจุบันทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อมของประเทศไทยมีแนวโน้มเสื่อมโทรมลงอย่างรวดเร็ว ซึ่งทำให้เกิดปัญหาต่างๆ ตามมาอย่างมากมายและนับวันยิ่งทวีความรุนแรงมากขึ้นเรื่อยๆ ทั้งนี้อาจมีสาเหตุมาจากการเจริญเติบโตทางเศรษฐกิจและการขยายตัวของชุมชนอย่างรวดเร็ว อีกทั้งมนุษย์มีพฤติกรรมการใช้ทรัพยากรธรรมชาติที่ขาดความรู้ความเข้าใจในการอนุรักษ์ทรัพยากรธรรมชาติเหล่านี้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งทรัพยากรน้ำ ซึ่งพบว่าปัญหามลพิษทางน้ำเป็นปัญหาทางสิ่งแวดล้อมที่สำคัญของประเทศไทย ดังนั้นการแก้ไขปัญหาโดยการป้องกันหรือลดมลพิษที่แหล่งน้ำธรรมชาติต่างๆ จึงมีความจำเป็นอย่างยิ่ง

แหล่งน้ำเค็มจัดเป็นแหล่งน้ำธรรมชาติบนผิวโลกชนิดหนึ่ง โดยมีแหล่งที่มาจากมหาสมุทรและทะเล [1] จากประกาศคณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ [2] ได้แบ่งมาตรฐานคุณภาพของน้ำทะเลแต่ละประเภทแตกต่างกันออกไปโดยอาศัยปัจจัยทางกายภาพ, ปัจจัยทางชีวภาพและปัจจัยทางเคมี ซึ่งปัจจัยทางเคมีที่ใช้ในการกำหนดมาตรฐานคุณภาพของน้ำทะเล ได้แก่ ความเค็ม, ความเป็นกรด-เบส, ปริมาณสารเคมีต่างๆ เช่น บีโตรเลียมไฮโดรคาร์บอน, ไนเตรท, ฟอสเฟต, ยาฆ่าแมลงและยาปราบศัตรูพืช รวมทั้งโลหะหนักต่างๆ ด้วยเหตุนี้โลหะหนักจึงถูกจัดเป็นมลพิษชนิดหนึ่งและหากพบในปริมาณที่เกินกว่ามาตรฐานกำหนด [2] ก็สามารถก่อให้เกิดปัญหาต่อมนุษย์และสิ่งมีชีวิตอื่นได้อย่างมากมาย [3] โดยโลหะหนักต่างๆ ที่ใช้กำหนดมาตรฐานคุณภาพของน้ำทะเล ได้แก่ ปรอท, แคดเมียม, ตะกั่ว, ทองแดง, แมงกานีสและสังกะสี เป็นต้น ดังนั้นการติดตามปริมาณของโลหะหนักเหล่านี้จึงสามารถใช้เป็นดัชนีชี้วัดคุณภาพของแหล่งน้ำทะเลได้อีกด้วย

อย่างไรก็ตามวิธีวิเคราะห์ที่นิยมใช้ในการหาปริมาณของโลหะหนักเหล่านี้ในน้ำทะเล ได้แก่ วิธี cold-vapor/hydride generation atomic absorption spectrometry [4-6], วิธี hydride generation atomic fluorescence spectrometry [7], วิธี inductively coupled plasma coupled to mass spectrometry [8-11] และวิธี electrothermal atomic absorption spectrometry [12-14] ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้เครื่องมือที่มีขนาดใหญ่, ราคาแพง, ผู้ทำการทดลองต้องมีความเชี่ยวชาญพิเศษและในบางกรณีต้องมีขั้นตอนการแยกสาร (Separation) และการเพิ่มความเข้มข้น (Pre-concentration) ก่อนการตรวจวัด อีกทั้งยังเป็นวิธีที่ต้องนำสารตัวอย่างกลับมาวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการซึ่งอาจทำให้เกิดการปนเปื้อนในแต่ละขั้นตอนและสามารถเกิดความผิดพลาดในขณะขนส่งได้ด้วย นอกจากนี้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ล่าช้าซึ่งส่งผลให้ไม่สามารถป้องกันหรือแก้ไขปัญหาต่างๆ ที่เกิดขึ้นได้ทันเวลาและเพื่อแก้ปัญหาดังกล่าวเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าจึงได้รับความนิยมมากขึ้น ทั้งนี้เพราะเป็นเทคนิคที่มีศักยภาพในการพัฒนาให้มีขนาดเล็กได้ง่าย (Miniaturization) และโลหะสามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิซันหรือรีดักชันได้ดี ซึ่ง

ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้า (Electrode) ดังนั้นงานวิจัยส่วนใหญ่จึงพยายามพัฒนาขั้วไฟฟ้าให้มีพื้นที่ผิวที่ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาซึ่งจะส่งผลให้ขั้วไฟฟ้าที่มีการตอบสนองสูง [15]

ด้วยเหตุผลดังกล่าวทำให้คณะผู้วิจัยมีความสนใจที่จะพัฒนาวิธีวิเคราะห์ที่อาศัยหลักการทางเคมีไฟฟ้าด้วยการพัฒนาการเตรียมขั้วไฟฟ้าโดยการลดขนาดลงสู่อนุภาคนาโนเพื่อเพิ่มอัตราส่วนของพื้นที่ผิวต่อปริมาตร (Surface to volume ratio) มีผลทำให้ประสิทธิภาพการตรวจวัดเพิ่มขึ้น ซึ่งโครงการวิจัยนี้ต้องการพัฒนาการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทให้มีวิธีเตรียมที่ง่าย, มีรูปร่างและขนาดสม่ำเสมอ, มีสภาพไว (Sensitivity) และมีความเสถียร (Stability) สูงเหมาะที่จะวิเคราะห์โลหะหนักปริมาณน้อยและน้อยมาก (Trace and ultra-trace analysis) เช่น แคดเมียม, ตะกั่วและสังกะสีในน้ำทะเลได้ นอกจากนี้คณะผู้วิจัยมีความสนใจที่จะพัฒนาต่อยอดขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทที่พัฒนาขึ้นนี้ให้สามารถใช้ในการวิเคราะห์ภาคสนาม (On-site analysis) จึงทำให้โครงการวิจัยนี้มีศักยภาพในการติดตามและเฝ้าระวังการเปลี่ยนแปลงปริมาณโลหะหนักในน้ำทะเลเพื่อเป็นแนวทางในการปฏิบัติและวางแผนการจัดการการบริหารสิ่งแวดล้อมเพื่อป้องกันและแก้ไขปัญหาเสื่อมโทรมของแหล่งน้ำทะเลซึ่งเป็นทรัพยากรธรรมชาติที่สำคัญของประเทศได้อีกทางหนึ่งด้วย

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 6.1 เพื่อสังเคราะห์และเตรียมอนุภาคนาโนบิสมัทที่มีความเสถียรและมีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์โลหะหนักปริมาณน้อยในน้ำทะเลได้ (สำหรับปีงบประมาณ 2556)
- 6.2 การออกแบบและพัฒนาชุดทดสอบภาคสนามต้นแบบโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทที่พัฒนาขึ้นให้มีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ที่รวดเร็วขึ้น เพื่อให้วิธีการตรวจวัดคุณภาพน้ำทะเลเป็นไปด้วยความรวดเร็วและทำให้การป้องกันปัญหามลพิษทางน้ำทำได้ทันทั่วทั้งที่ (สำหรับปีงบประมาณ 2557)

## 1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

สำหรับในปีงบประมาณ 2556 ขอบเขตของโครงการวิจัยมีดังนี้ คือ  
ส่วนที่ 1: การสังเคราะห์และสร้างขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท

### ส่วนที่1: การสังเคราะห์และสร้างขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท

- 1.3.1 เตรียมอนุภาคนาโนของบิสมัทรูปร่างที่แตกต่างกัน เช่น ทรงกลมหรือแท่ง ที่มีขนาดอยู่ในช่วง 3-50 นาโนเมตร
- 1.3.2 การวิเคราะห์คุณลักษณะและโครงสร้างทางพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทที่พัฒนาขึ้น
- 1.3.3 ศึกษาผลของขนาดและรูปร่างรวมทั้งปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพในการตรวจวัดโลหะหนัก เช่น แคดเมียม, ตะกั่ว และสังกะสี เป็นต้น

1.3.4 เพื่อศึกษาและเปรียบเทียบผลของการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักระหว่างการวิเคราะห์ด้วยข้อไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทที่พัฒนาขึ้นและเทคนิคมาตรฐานหรือวิธีการที่เป็นที่ยอมรับ

#### 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการวิจัย

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	ดัชนีชี้วัดความสำเร็จ
<ul style="list-style-type: none"> <li>● ได้วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทที่ประยุกต์ใช้เป็นข้อไฟฟ้าสำหรับการวิเคราะห์โลหะแคดเมียม ตะกั่ว และสังกะสี</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>● มีผลงานวิจัยตีพิมพ์</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● อยู่ในขั้นตอนของการร่างต้นฉบับบทความวิจัยเพื่อตีพิมพ์ลงในวารสาร</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>● การผลิตนิสิต</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● ผลิตนิสิตในระดับปริญญาตรี (สำเร็จการศึกษาแล้ว) จำนวน 3 คน คือ <ul style="list-style-type: none"> <li>- นางสาวศศิกร ชื่นศิริ</li> <li>- นางสาวธิดารัตน์ ผลสุวรรณ</li> <li>- นางสาวกัลยากร เรืองวิเศษ</li> </ul> </li> <li>● ผลิตนิสิตในระดับปริญญาโท (กำลังศึกษาอยู่) จำนวน 1 คน คือ <ul style="list-style-type: none"> <li>- นางสาวจุฑามาศ บุญตั้งแต่ง</li> </ul> </li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>● การนำเสนอผลงานในการประชุมวิชาการ</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● นำเสนอผลงานวิชาการในรูปแบบโปสเตอร์ในการประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 6 เมื่อวันที่ 20-21 มีนาคม 2557 ณ มหาวิทยาลัยบูรพา (ได้รับรางวัลรองชนะเลิศอันดับ 1 การนำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ กลุ่มสาขาเคมี)</li> </ul>

## บทที่ 2

# ทฤษฎี กรอบแนวความคิด และวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 ทฤษฎี และกรอบแนวความคิด

#### 2.1.1 การพัฒนาขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท

ขั้วไฟฟ้าปรอท (Mercury electrode) ได้รับความยอมรับอย่างกว้างขวางว่ามีประสิทธิภาพสูงในการตรวจวัดโลหะหนัก เนื่องจากสามารถเกิดเป็นโลหะผสมกับโลหะต่างๆมากมาย อย่างไรก็ตาม เนื่องจากความเป็นพิษของปรอทและความยากลำบากในการกำจัดเมื่อเกิดการปนเปื้อน ทำให้นักวิทยาศาสตร์ได้ให้ความสำคัญกับการค้นคว้าเพื่อหาวัสดุใหม่มาทดแทนปรอท [16-19]

เมื่อไม่นานมานี้ บิสมัทซึ่งมีสมบัติและประสิทธิภาพคล้ายกับปรอทคือสามารถเกิดเป็นโลหะผสมกับโลหะต่างๆได้เช่นกัน นอกจากนี้ยังมีประสิทธิภาพในการตรวจวัดสูงและยังเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมอีกด้วย ดังนั้นบิสมัทจึงกลายเป็นวัสดุที่นิยมใช้สำหรับการเตรียมเป็นขั้วไฟฟ้าแทนปรอทและในปัจจุบันงานวิจัยส่วนมากเน้นการพัฒนาขั้วไฟฟ้าบิสมัทในรูปของขั้วไฟฟ้าบิสมัทฟิล์ม (Bismuth film electrode) [20] อย่างไรก็ตาม เป็นที่น่าสนใจว่าวัสดุนาโนซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง (High specific surface area) และพลังงานพื้นผิวสูง (Surface free energy) ซึ่งเป็นลักษณะที่มีประสิทธิภาพเหนือกว่าการเตรียมในรูปของฟิล์มมาประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ทางเคมี ยังไม่มีการศึกษาค้นคว้ากันเท่าที่ควร

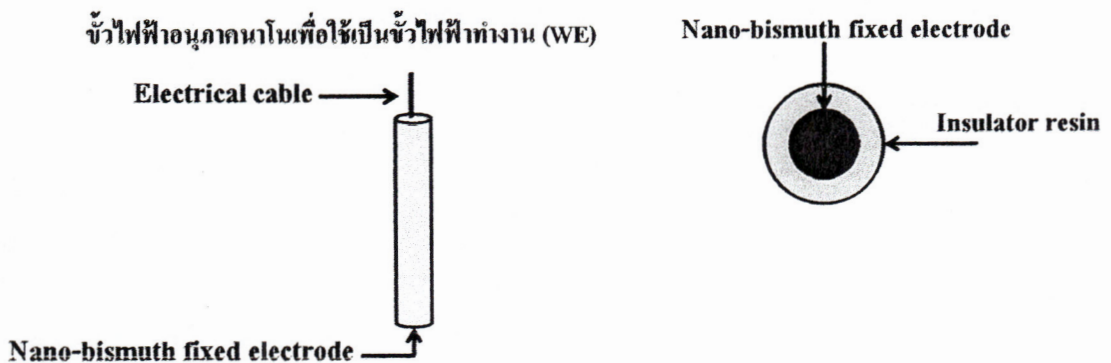
การตรวจวิเคราะห์โลหะหนักโดยใช้วิธีทางเคมีไฟฟ้า จะเห็นว่าปฏิกิริยาออกซิเดชัน/รีดักชันของโลหะหนักจะเกิดขึ้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าเท่านั้น และการที่ขั้วไฟฟ้ามีพื้นที่ผิวมากแสดงให้เห็นว่ามีตำแหน่งที่ว่างไวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้ามากกว่า ซึ่งสามารถส่งผลให้ได้ขั้วไฟฟ้าที่มีการตอบสนองสูงหรือมีสภาพไวในการวิเคราะห์สูง และเป็นที่ยอมรับกันว่าปริมาณพื้นที่ผิวสุทธิที่ว่างไวในการเกิดปฏิกิริยา (Specific surface area) ขึ้นอยู่กับขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคนาโนที่ทำขั้วไฟฟ้า ดังนั้นการลดขนาดอนุภาคลงสู่ระดับนาโนจึงมีผลทำให้ประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาโดยมวล เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ขนาดอนุภาคที่แตกต่างกัน แสดงถึงความแตกต่างของอัตราส่วนจำนวนอะตอมที่ ขอบ (Edge) มุม (Corner) และผิวหน้า (Facet) ที่แตกต่างกันด้วย โดยการลดลงของขนาดอนุภาคทำให้จำนวนอะตอมที่ไม่อิ่มตัว (Unsaturated sites) ที่ตำแหน่งขอบหรือมุมมีอัตราส่วนที่เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับอะตอมอะตอมที่ผิวหน้า ซึ่งอะตอมที่ตำแหน่งเหล่านี้มีจำนวนอะตอมที่ล้อมรอบ (Coordination number) น้อยจึงมีความสามารถในการดูดซับและว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งส่งผลให้ประสิทธิภาพในการตรวจวัดเพิ่มขึ้น มีรายงานการวิจัยเกี่ยวกับการใช้ขั้วไฟฟ้าผลึกเดี่ยว (Single crystal electrode) ในการศึกษาปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า [21] แสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าที่ขั้วไฟฟ้าเป็นปฏิกิริยาที่ว่องไวต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างพื้นผิว (Surface sensitive reaction) ดังนั้นในกรณีของอนุภาคนาโนผลกระทบของโครงสร้างที่สำคัญนอกจากขนาดของอนุภาคโลหะที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าแล้วการจัดเรียงของอะตอมบนพื้นผิวที่แตกต่างกัน (Shape effect) ก็ควรส่งผลต่อประสิทธิภาพและความจำเพาะในการตรวจวัดด้วย เป็นไปได้ว่าการจัดเรียงตัวของ

อะตอมพื้นผิวเพียงแบบใดแบบหนึ่ง เช่น รูปร่างแบบลูกบาศก์ รูปแผ่นสามเหลี่ยม จะเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพ ความจำเพาะ รวมถึงความสามารถในการแยกของสัญญาณด้วย

โครงการวิจัยในส่วนที่ 1 (ปีงบประมาณ 2556) จะเตรียมอนุภาคนาโนของบิสมัทที่มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่แคบ (Narrow size distribution), มีขนาดต่างๆ ในช่วงตามที่ต้องการ (Size controlled synthesis nanobismuth) นอกจากนี้จะเตรียมอนุภาคนาโนของบิสมัทรูปร่างต่างๆ (Shape controlled synthesis) เช่น รูปลูกบาศก์, รูปแผ่น, รูปแท่งและรูปทรงกลม เป็นต้น อนุภาคนาโนที่เตรียมได้จะถูกนำไปเตรียมเป็นขั้วไฟฟ้าเพื่อศึกษาผลของขนาดและรูปร่างต่อประสิทธิภาพในการตรวจวัดโลหะหนักเช่น ตะกั่ว แคดเมียม สังกะสี เป็นต้น โดยอนุภาคนาโนเหล่านี้จะถูกนำไปยึดอยู่บนตัวรองรับคาร์บอนพื้นที่ผิวสูง (Activated carbon) และใช้พอลิเมอร์นำไฟฟ้า เช่น แนนฟิออน (Nafion) เป็นตัวประสานระหว่างขั้วไฟฟ้าและบิสมัทบนคาร์บอนรองรับ จะเรียกขั้วไฟฟ้านี้ว่า Nano-bismuth fixed electrode โดยผลการทดลองคาดหวังว่าขนาดที่เล็กลงของบิสมัทในระดับนาโนจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน/รีดักชัน ทำให้มีความไวในการตอบสนองต่อสัญญาณได้ดีกว่าและขนาดอนุภาคที่เหมาะสมจะส่งผลให้ขั้วไฟฟ้ามีความเสถียรสูงด้วย นอกจากนี้การเกิดปฏิกิริยาเฉพาะบนพื้นที่ผิวที่มีการจัดเรียงอะตอมแบบใดแบบหนึ่งในแต่ละรูปร่าง จะช่วยเพิ่มสภาพไวในการวิเคราะห์หรือมีการตอบสนองสัญญาณที่ความเข้มข้นต่ำ รวมทั้งช่วยให้ความสามารถในการแยกของสัญญาณดีขึ้น เนื่องจากลดผลการเกิดสัญญาณบนอนุภาคที่มีการจัดเรียงของอะตอมบนพื้นที่ผิวที่หลากหลาย โดยคาดหวังว่าอิเล็กโทรดที่พัฒนาขึ้นนี้จะมีประสิทธิภาพสูงเพียงพอที่จะนำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนักปริมาณน้อยหรือน้อยมาก (Trace and ultratrace analysis) และมีศักยภาพพอที่จะนำมาใช้กับระบบการวิเคราะห์ภาคสนามได้อีกด้วย จากรูปที่ 1 แสดงภาพจำลองขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทที่พัฒนาขึ้นมาสำหรับชุดทดสอบภาคสนามต้นแบบ

(ก) ภาพด้านข้าง

(ข) ภาพด้านหน้า



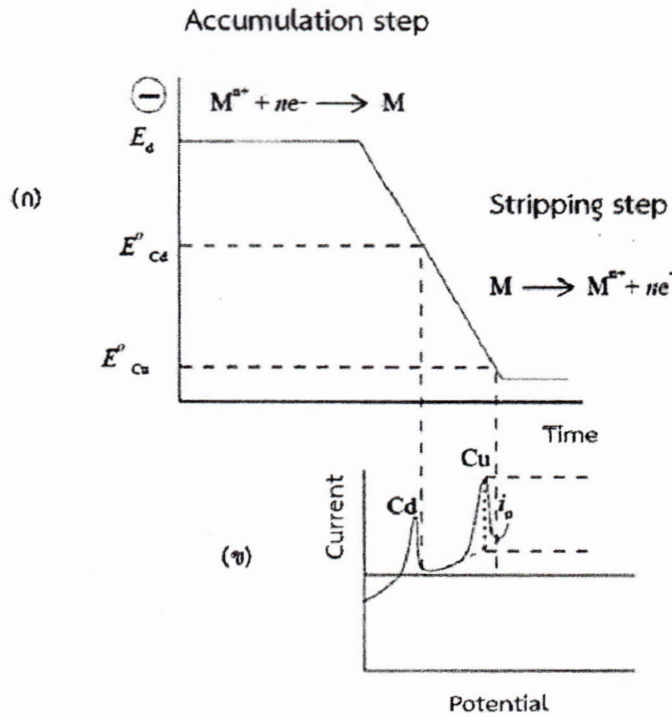
รูปที่ 2.1 (ก) ภาพจำลองขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทใช้เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานสำหรับชุดทดสอบภาคสนามต้นแบบ และ (ข) ภาพด้านหน้าของขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท

## 2.2.2 การวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า

จากที่กล่าวแล้วข้างต้น วิธีการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักที่อาศัยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่นิยมใช้มีหลากหลายวิธี ได้แก่ เทคนิคโวลแทมเมตรี (Voltammetry), แอมเพอโรเมตรี (Amperometry) ซึ่งเป็นเทคนิคที่สามารถตรวจวัดโลหะหนักปริมาณน้อยถึงน้อยมากได้ (Trace and ultra trace metals analysis) [3, 22-23] โดยเฉพาะอย่างยิ่งเทคนิคสตรippingโวลแทมเมตรีซึ่งสามารถตอบสนองต่อสารที่มีความเข้มข้นระดับต่ำได้ดี ( $10^{-6}$ – $10^{-12}$  โมลาร์) และจากรายงานวิจัย [22, 23] พบว่าระดับความเข้มข้นของโลหะหนักที่มีอยู่ในน้ำทะเลประเภทต่างๆ นั้นจะมีระดับที่ต่ำกว่า  $10^{-8}$  โมลาร์ ดังนั้นการเลือกใช้เทคนิคสตรippingโวลแทมเมตรีจึงจัดเป็นเทคนิคที่มีความเหมาะสม แต่อย่างไรก็ตามเมื่อความเข้มข้นของโลหะหนักที่ต้องการวิเคราะห์ในน้ำทะเลนั้นมีความเข้มข้นที่ต่ำมาก หากต้องมีขั้นตอนการเก็บตัวอย่างแล้วนำมาวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ อาจทำให้เกิดการปนเปื้อนได้ ดังนั้นนักวิทยาศาสตร์จึงได้พยายามที่จะพัฒนาการทดลองที่เป็นอัตโนมัติหรือสามารถวิเคราะห์ได้จากภาคสนามเพื่อลดปัญหาดังกล่าว แต่อย่างไรก็ตามระบบวิเคราะห์ภาคสนามที่ได้รับการพัฒนาขึ้นมานั้นเป็นระบบที่ใหญ่และค่อนข้างซับซ้อนรวมทั้งมีราคาที่สูงอีกด้วย

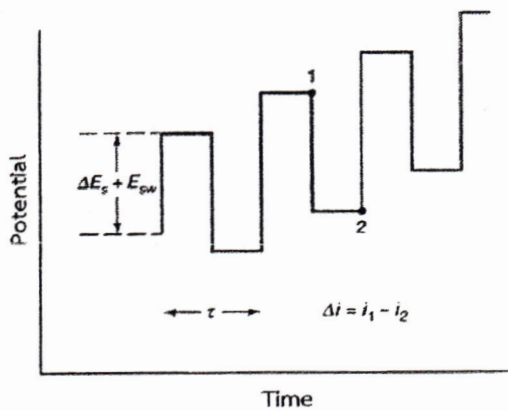
## 2.2 เทคนิคสตรippingโวลแทมเมตรี (Stripping Voltammetry)

เทคนิคสตรippingโวลแทมเมตรีเป็นเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าชนิดหนึ่งที่มีความนิยมอย่างมากในการวิเคราะห์โลหะ ทั้งนี้เพราะสามารถวิเคราะห์ได้อย่างรวดเร็ว ใช้ปริมาณสารตัวอย่างเพียงเล็กน้อย นอกจากนี้ยังพบว่าเทคนิคสตรippingโวลแทมเมตรีมีความไวในการวิเคราะห์สูงสุดเมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคต่างๆ ใน โวลแทมเมตรีปัจจุบัน เพราะนอกจากกำจัดกระแสไฟฟ้าคาปาซิทีฟได้แล้ว ยังประกอบด้วยขั้นตอนที่เรียกว่า Accumulation step หรือบางครั้งอาจเรียกว่า Pre-concentration step ซึ่งทำให้โลหะที่เจือจาง เกิดการยึดเกาะที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode) ทำให้มีความเข้มข้นมากขึ้นซึ่งเพิ่มความไวให้กับการวิเคราะห์ อีกขั้นตอนหนึ่งคือ ขั้นตอนสตรipping ซึ่งขั้นนี้จะให้ศักย์ไฟฟ้าเพื่อทำให้สารที่เกาะอยู่ที่ผิวขั้วไฟฟ้าละลายออกมาสู่สารละลาย (Stripping) ตัวอย่างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาของขั้นตอนต่างๆ ในเทคนิคสตรipping และตัวอย่างโวลแทมโมแกรมที่ได้แสดงดังรูปที่ 2.2(ก) และ 2.2(ข) ตามลำดับ

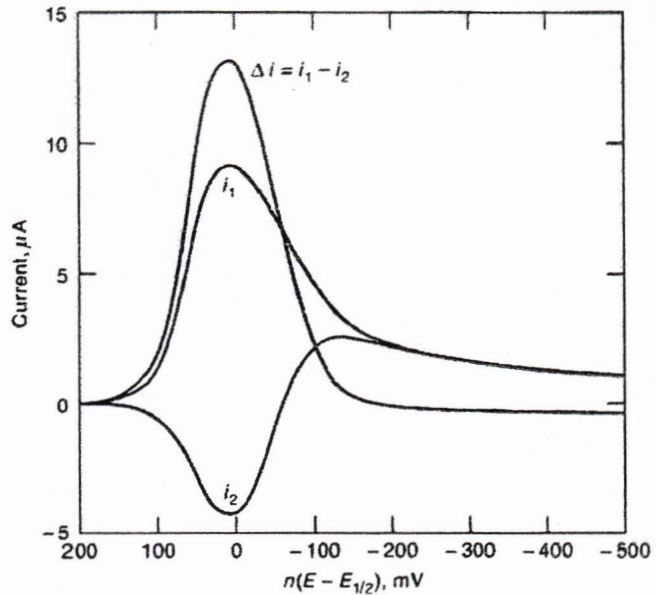


รูปที่ 2.2 (ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาของเทคนิค stripping โวลแทมเมตรี และ(ข) ตัวอย่างโวลแทมโมแกรม

ในโครงการวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรีสำหรับขั้นตอนการ stripping ซึ่งเทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรีจะมีการให้ศักย์ไฟฟ้าในลักษณะที่เป็นพัลส์ ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ซึ่งข้อดีของการให้ศักย์ไฟฟ้าลักษณะนี้จะมีสภาพไวในการวิเคราะห์สูง และสำหรับกระแสที่วัดได้ จากจุดที่ 1 และ 2 (รูปที่ 2.3) คือ  $i_1$  และ  $i_2$  (รูปที่ 2.4) ตามลำดับ หลังจากหักลบกันจะได้โวลแทมโมแกรมดังเส้น  $\Delta i$  ดังรูปที่ 2.4 ซึ่งความสูงของสัญญาณจะแปรผันโดยตรงกับความเข้มข้น



รูปที่ 2.3 ตัวอย่างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาของเทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรี



รูปที่ 2.4 สัญญาณที่ได้จากเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี (สแควร์เวฟโวลแทมโมแกรม)

### 2.3 ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

เนื่องจากโครงการวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 2 ส่วนหลักคือ ส่วนที่ 1 คือการสังเคราะห์และสร้างขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทและส่วนที่ 2 คือการออกแบบและสร้างชุดทดสอบภาคสนามต้นแบบ ดังนั้นการทบทวนวรรณกรรมสำหรับผลการศึกษาในปีงบประมาณ 2556 นี้ จะขอลกล่าวถึงเฉพาะวรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับส่วนที่ 1 เท่านั้น

ขั้วไฟฟ้าบิสมัทฟิล์มได้ถูกเสนอว่าเป็นทางเลือกที่เป็นไปได้เพื่อใช้แทนขั้วไฟฟ้าปรอทที่ใช้กันอยู่ทั่วไปสำหรับการตรวจวัดโลหะหนักที่ปนเปื้อน เนื่องด้วยสมบัติเฉพาะที่ดีของบิสมัท คือ มีความเป็นพิษต่ำมาก ไม่ว่องไวต่อออกซิเจนที่ปนอยู่ในน้ำ สามารถประยุกต์ใช้ได้กับการตรวจวัดที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าในช่วงที่กว้างกว่าขั้วไฟฟ้าอื่น สัญญาณที่ได้มีความว่องไวสูงและแยกออกจากกันได้ดี (Good resolution) จึงเป็นแรงสนับสนุนให้มีการค้นคว้าอย่างต่อเนื่องในหลายกลุ่มวิจัย ปัจจุบันมีรายงานวิธีเตรียมขั้วไฟฟ้าบิสมัทฟิล์มมากมาย ทั้งแบบ *in situ* และ *ex situ* เช่นโดยการปลดปล่อยบิสมัทจากบิสมัทออกไซด์ที่ผสมอยู่ในวัสดุที่ใช้ทำแท่งคาร์บอนหรือการทำให้เกิดบิสมัทฟิล์มบนวัสดุรองรับต่างๆ เช่น screen-printed carbon electrode, glassy carbon, carbon fiber, carbon paste, graphite, gold, platinum หรือแม้แต่การใช้ลวดบิสมัทของผลึกผสม (Polycrystalline bismuth wire) ที่หุ้มด้วยเทฟลอน (Teflon) ก็มีรายงานการศึกษาเช่นกัน [24] อย่างไรก็ตามความว่องไวของขั้วไฟฟ้าบิสมัทฟิล์มก็ยังมีข้อจำกัดในการนำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนักในปริมาณน้อย

Lee และผู้ร่วมงาน [25] รายงานการเตรียมขั้วไฟฟ้าบิสมัทที่มีความว่องไวมากกว่าขั้วไฟฟ้าแบบฟิล์มโดยใช้อนุภาคนาโนบิสมัทที่มีรูปร่างทรงกลม ขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร ซึ่งเตรียมจากวิธีการควบแน่นของแก๊ส โดยอนุภาคนาโนบิสมัทจะถูกยึดอยู่บนคาร์บอนอิเล็กโทรด (Fixed electrode) ด้วย

สารละลายแนฟิออน (Nafion) ผลการศึกษาจากเทคนิค Anodic stripping voltammetry พบว่า ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทมีการตอบสนองและความเสถียรที่สูง อีกทั้งยังมีการแยกสัญญาณที่ดี มีค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD) เท่ากับ  $0.15 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  และ  $0.07 \mu\cdot\text{L}^{-1}$  สำหรับแคดเมียมและสังกะสี ตามลำดับ นอกจากนี้ Lee และผู้ร่วมงาน [26] ยังศึกษาผลของขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคนาโนบิสมัทต่อสมบัติในการเป็นขั้วไฟฟ้า (Nano-fixed electrode) โดยใช้อนุภาคนาโนบิสมัทที่มีขนาดประมาณ 45–280 นาโนเมตร ที่มีการกระจายตัวต่างกัน โดยศึกษาด้วยเทคนิค Anodic stripping voltammetry พบว่าโวลเทมโมแกรมที่ได้มีการแยกอย่างชัดเจนและมีความเที่ยงที่ดี โดยพบพีคที่ความต่างศักย์  $-1.2$  โวลต์,  $0.8$  โวลต์ และ  $0.6$  โวลต์ (เทียบกับขั้วไฟฟ้ามาตรฐาน SCE) สำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันของสังกะสี, แคดเมียมและตะกั่ว ตามลำดับ และพบว่าเมื่อขนาดอนุภาคนาโนบิสมัทมีขนาดเล็กลงและมีการกระจายตัวของขนาดในวงแคบจะส่งผลทำให้ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาดีขึ้นและค่าขีดจำกัดการตรวจวัดลดต่ำลงหรือมีสภาพไวในการวิเคราะห์ที่ดีขึ้น ทั้งนี้เพราะเป็นผลมาจากการเพิ่มขึ้นของพื้นที่ผิวที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้า (Electrochemical-active surface area) นอกจากนี้ Lee และคณะ [27] ได้ศึกษาผลของความเสถียรต่อการสลายตัวของขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทที่เตรียมโดยวิธี Fixed electrode โดยเทคนิค square-wave anodic stripping voltammetry ร่วมกับเทคนิคอื่นๆ ทาง สเปกโทรสโคปี พบว่าพีคออกซิเดชันของสังกะสี, แคดเมียมและตะกั่วลดลง 81%, 68% และ 59% ตามลำดับ หลังจากการวัดครั้งที่ 100 (ประมาณ 400 นาทีหลังจากเริ่มต้น) และพบว่าอนุภาคนาโนบิสมัทเกิดการเปลี่ยนแปลง นอกจากนี้นักวิจัยยังพบว่าบิสมัทเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็น  $\text{BiOCl}/\text{Bi}_2\text{O}_2\text{CO}_3$  ซึ่งเป็นผลทำให้ประสิทธิภาพลดลง นอกจากนี้บิสมัทยังสามารถเกิดเป็น  $\text{BiOCl}$  ที่พีเอช (pH) เท่ากับ 3 และเกิดเป็น  $\text{Bi}(\text{OH})_3$  ที่พีเอชเท่ากับ 7 ส่งผลให้ประสิทธิภาพลดลงอีกด้วย และยังคงศึกษาต่อเนื่องเพื่อพัฒนาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าในการตรวจวัดโลหะหนักพบว่า ความเสถียรของอนุภาคนาโนบิสมัทขึ้นอยู่กับปริมาณของแนฟิออนที่เติมเพื่อให้เกิดการยึดเหนี่ยว โดยปริมาณที่เหมาะสมคือประมาณ  $200 \mu\text{L}$  ซึ่งให้อนุภาคนาโนบิสมัทมีการกระจายตัวที่ดี ไม่เกาะรวมกัน (Dispersion stability) ซึ่งการเติมมากเกินไปพบว่าจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสของอนุภาคนาโนบิสมัท โดยตรวจพบ  $\text{Bi}_2\text{O}_2\text{CO}_3$  ปนอยู่ นอกจากนี้ยังพบว่าขีดจำกัดการตรวจวัดของขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทจากการศึกษาด้วยเทคนิค square wave anodic stripping voltammetry (SWASV) พบมีค่าประมาณ  $3.20 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $0.31 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  และ  $0.42 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  สำหรับสังกะสี, แคดเมียมและตะกั่ว ตามลำดับ ซึ่งมีค่าต่ำมาก ดังนั้นการใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทจึงมีศักยภาพในการตรวจวัดโลหะหนักปริมาณน้อยได้

แต่อย่างไรก็ตามเท่าที่ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง ไม่พบรายงานการศึกษารูปร่างที่แตกต่างกันของอนุภาคนาโนบิสมัทกับประสิทธิภาพและความว่องไวของสัญญาณในการการตรวจวัดโลหะหนัก ทั้งนี้เนื่องมาจากปัจจุบันยังมีรายงานการเตรียมอนุภาคนาโนของโลหะบิสมัทที่มีขนาดใกล้เคียงกันและรูปร่างต่างๆ กัน ออกมาไม่มากนัก เช่น Wang, W.Z. และคณะ [28] สามารถสังเคราะห์ควบคุมผลึกที่มีโครงสร้างระดับนาโนของบิสมัทที่มีขนาดและรูปร่างต่างๆ กัน เช่น รูปทรงกลม, รูปลูกบาศก์และรูปแผ่นสามเหลี่ยมโดยการควบคุมอัตราส่วนของอัตราส่วนจำนวนโมลของเกลือบิสมัทและสารที่ใช้เป็นสเตบิลไลเซอร์และใช้สารพวกที่มีหมู่ไฮดรอกซิลหลายหมู่ เช่น เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol) เป็นตัวรีดิวซ์ นอกจากนี้ Wang, Y.K. และคณะ [29] เสนอวิธีใหม่ในการเตรียมนาโนบิสมัทใน N,N-dimethylforma-

mide โดยการรีดิวซ์  $\text{Bi}^{3+}$  โดยโซเดียมโบโรไฮไดรด์ ( $\text{NaBH}_4$ ) ในสถานะที่มี poly-vinylpyrrolidone (PVP) เป็นสเตบิไลเซอร์ การควบคุมอัตราส่วนโดยโมลของ PVP ต่อความเข้มข้นของ  $\text{BaCl}_2$  ทำให้ได้อนุภาคนาโนของบิสมัทที่มีการกระจายตัวของขนาดที่แคบและที่สำคัญอนุภาคนาโนของบิสมัทที่เตรียมได้มีขนาดเล็กอยู่ในช่วง 6-13 นาโนเมตร

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการทดลอง

#### 3.1 เครื่องมือ และสารเคมี

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องมือในขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัท และการศึกษาลักษณะพื้นผิว และรูปร่างของอนุภาคนาโนบิสมัทรวมทั้งขั้นตอนการนำอนุภาคนาโนบิสมัทไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนักทั้ง 3 ชนิด ได้แก่ สังกะสี แคดเมียม และตะกั่ว ด้วยเทคนิคสตริปปีงโวลเทมเมตรี โดยอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 ชื่อ, รุ่น, บริษัท และประเทศของเครื่องมือที่ใช้ในโครงการวิจัย

ลำดับ	เครื่องมือ, รุ่น	บริษัท, ประเทศ
1	เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge), Neofuge15	Heal Force Bio-Meditech Holdings LTD, China
2	เครื่องกวนแม่เหล็ก (Hot plat stirrer), Model C-MAG HS7	IKAWorks (Asia) SdnBhd, Malasia
3	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope : SEM), LEO 1450 VP	LEO.CO.LTD, China
4	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope : TEM), JEM-2100	JEOL LTD, Japan
5	เครื่องเขย่าสารโดยใช้คลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic sonicate), Model VGT- 1620 QTD	Protonicintertade CO.,LTD, Hongkong
6	เครื่องทดสอบทางเคมีไฟฟ้า (Potentiostat), PGSTAT-20	Metrohm, Switzerland
7	เครื่องทดสอบทางเคมีไฟฟ้า (Potentiostat), PGATA-204	Metrohm, Switzerland
8	ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์	Metrohm, Switzerland
9	ขั้วไฟฟ้าสวดแพลทินัม	
10	ขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน	Metrohm, Switzerland
11	เครื่องกลั่นน้ำบริสุทธิ์ รุ่น Ultrapure Water System Easy pure LF	Branstead

ตารางที่ 3.2 ชื่อ, เกรด, บริษัท และประเทศของสารเคมีที่ใช้ในโครงการวิจัย

ลำดับ	สารเคมี	เกรด	บริษัท, ประเทศ
1	บิสมีทไนเตรตเพนตะไฮเดรต ( $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )	เกรดวิเคราะห์	Sigma-aldrich, Mexico
2	โพลีไวนิลไพโรลิโดน ( $\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}$ )	เกรดวิเคราะห์	Sigma-aldrich, China
3	เอทิลีนไกลคอล ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ )	เกรดวิเคราะห์	QReC, New Zealand
4	ไฮดราซีนไฮเดรต ( $\text{H}_6\text{N}_2\text{O}$ )	เกรดห้องปฏิบัติการ	Rankem, India
5	เอทานอล ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ )	เกรดวิเคราะห์	Baker analyzed, Malaysia
6	โซเดียมอะซิเตตไตรไฮเดรต ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )	เกรดวิเคราะห์	Ajax Finechem, Australia
7	กรดแอสติค ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )	เกรดวิเคราะห์	QReC, New Zealand
8	แวนิลีน	เกรดวิเคราะห์	Sigma-aldrich, USA
9	สังกะสี (Zn)	เกรดแอสตันดาร์ด	lobachemie, India
10	แคดเมียม (Cd)	เกรดแอสตันดาร์ด	Ajax Finechem, New Zealand
11	ตะกั่ว (Pb)	เกรดแอสตันดาร์ด	Ajax Finechem, New Zealand

### 3.2 การเตรียมสารเคมี

#### 3.2.1 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์แอสติคพีเอช 4.0 ปริมาตร 500 mL

เตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตตความเข้มข้น 0.1 M โดยชั่งโซเดียมอะซิเตตหนัก 0.68 g ละลายในน้ำกลั่นเล็กน้อย เติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดบอกปริมาตร จากนั้นเตรียมสารละลายกรดแอสติคความเข้มข้น 0.1 M โดยตวงกรดแอสติคเข้มข้น 1.4 mL เติมน้ำกลั่นในขวดวัดปริมาตรขนาด 250.00 mL ที่มีน้ำบรรจุอยู่ 100 mL แล้วปรับปริมาตรให้ถึงขีดบอกปริมาตร ทำการเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์โดยตวงสารละลายโซเดียมอะซิเตตความเข้มข้น 0.1 M ปริมาตร 205 mL และตวงสารละลายกรดแอสติคความเข้มข้น 0.1 M ปริมาตร 45 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500.00 mL จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร แล้วทำการทดสอบค่าพีเอชด้วยเครื่องวัดค่าพีเอช (pH meter)

#### 3.2.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$

##### 3.2.2.1 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว

ปิเปตสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น  $1000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  ปริมาตร  $5.00 \text{ mL}$  ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด  $50.00 \text{ mL}$  จากนั้นปรับปริมาตรให้ถึงขีดบอกปริมาตรด้วยสารละลายบัฟเฟอร์แอสซิเตทพีเอช 4.0

### 3.2.2.2 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมเข้มข้น  $1000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  ปริมาตร  $5.00 \text{ mL}$  ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด  $50.00 \text{ mL}$  จากนั้นปรับปริมาตรให้ถึงขีดบอกปริมาตรด้วยสารละลายบัฟเฟอร์แอสซิเตทพีเอช 4.0

### 3.2.2.3 สารละลายมาตรฐานสังกะสี

ปิเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสีเข้มข้น  $1000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  ปริมาตร  $5.00 \text{ mL}$  ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด  $50.00 \text{ mL}$  จากนั้นปรับปริมาตรให้ถึงขีดบอกปริมาตรด้วยสารละลายบัฟเฟอร์แอสซิเตทพีเอช 4.0

## 3.2.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานผสมของตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสี สำหรับกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมของสังกะสี แคดเมียม และตะกั่วที่ความเข้มข้นต่างๆเพื่อใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐานโดยทำการปิเปตสารละลายมาตรฐานตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสี เข้มข้น  $100 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  ปริมาตรต่างๆ ตามตารางที่ 3.3 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด  $25.00 \text{ mL}$  แล้วปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกปริมาตร

ตารางที่ 3.3 ปริมาตรสารละลายมาตรฐานตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสี เข้มข้นอย่างละ  $100 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  เพื่อใช้สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐาน

ความเข้มข้นสารละลายผสมตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสี ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	ปริมาตรสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ( $\mu\text{L}$ )		
	ตะกั่ว	แคดเมียม	สังกะสี
4	1.0	1.0	1.0
6	1.5	1.5	1.5
8	2.0	2.0	2.0
10	2.5	2.5	2.5
12	3.0	3.0	3.0
14	3.5	3.5	3.5

ตารางที่ 3.3 (ต่อ)

ความเข้มข้นสารละลายผสมตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสี ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	ปริมาณสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ( $\mu\text{L}$ )		
	ตะกั่ว	แคดเมียม	สังกะสี
16	4.0	4.0	4.0
18	4.5	4.5	4.5
20	5.0	5.0	5.0
22	5.5	5.5	5.5
26	6.5	6.5	6.5
30	7.5	7.5	7.5
40	10.0	10.0	10.0
50	12.5	12.5	12.5

3.3 วิธีดำเนินการทดลอง

3.3.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัท

(ก) ชนิดทรงกลม

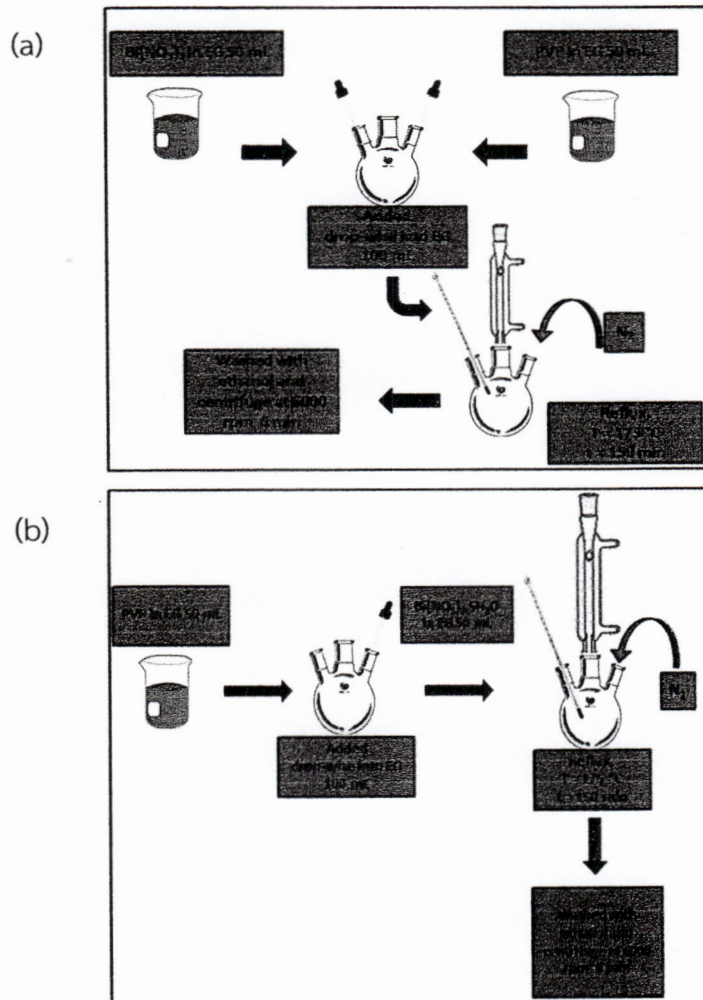
- การศึกษาวิธีสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลม

สำหรับการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลม ดังนี้

วิธีที่ 1: ชั่งบิสมัทไนเตรท ( $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) มา 4.85 g ละลายในเอทิลีนไกลคอล (EG) 50 mL จากนั้นชั่งโพลีไวนิลไพโรลิโดน (PVP) 1.0 กรัมละลายในเอทิลีนไกลคอล 50 mL นำสารละลายทั้งสองมาหยดลงในขวดสามคอที่มีเอทิลีนไกลคอลอยู่ 100 mL โดยหยดอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นทำการรีฟลักซ์สารละลายที่อุณหภูมิ (T) 175 °C เป็นเวลา 150 นาที หลังจากนั้นค่อยเทใส่เอทานอลโดยอัตราส่วนเท่าๆ กัน (1:1) แล้วทำการเขย่าสารด้วยเครื่องเขย่าสารด้วยเสียงความถี่สูง 5000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 นาที แล้วล้างด้วยเอทานอลซ้ำหลายๆ ครั้ง และเมื่อล้างเอทานอลครั้งสุดท้ายแล้วทำการหมุนเหวี่ยงที่ 6000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 6 นาที จากนั้นทำให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน และเก็บในภาชนะปิดภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน สำหรับขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมด้วยวิธีนี้แสดงได้ดังรูปที่ 3.1 (a)

วิธีที่ 2: ชั่งบิสมัทไนเตรดเพนตะไฮเดรต ( $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) มา 4.85 g ละลายในเอทิลีนไกลคอล (EG) ปริมาตร 50 mL จากนั้นชั่งโพลีไวนิลไพโรลิโดน (PVP) แล้วละลายในเอทิลีนไกลคอล 50 mL นำ

สารละลายโพลีไวนิลไพโรลิโดนมาเทลงในขวดสามคอที่มีเอทิลีนไกลคอลอยู่ 100 mL จากนั้นหยดสารละลายบิสมัทไนเตรตเพนตะไฮเดรตโดยหยดอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นทำการรีฟลักซ์สารละลายดังกล่าวที่อุณหภูมิ (T) ต่างๆ เป็นเวลา 150 นาที หลังจากนั้นค่อยเทใส่เอทานอลโดยอัตราส่วนเท่าๆ กัน (1:1) แล้วทำการหมุนเหวี่ยง (centrifuge) ที่ 5000 rpm 3 นาที แล้วล้างด้วยเอทานอลซ้ำหลายๆ ครั้ง และเมื่อล้างเอทานอลครั้งสุดท้ายแล้วทำการ หมุนเหวี่ยงที่ 6000 rpm 6 นาที ทำให้แห้ง และเก็บในภาชนะปิดภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน จากรูปที่ 3.1 (b) แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลม



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลม (a) วิธีที่ 1 และ (b) วิธีที่ 2

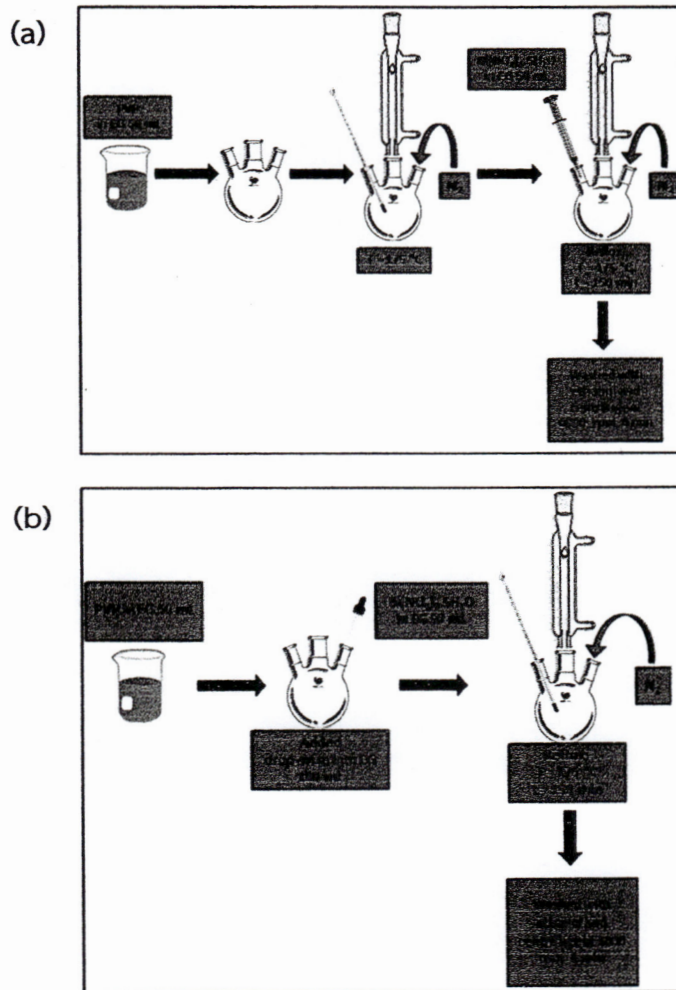
- การศึกษาอัตราส่วนระหว่างบิสมัท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน (Bi : PVP)

ทำการทดลองเช่นเดียวกับเช่นเดียวกับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมแบบวิธีที่ 2 โดยปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างบิสมัท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน เป็น 1 : 1 และ 1 : 2 ตามลำดับ

(ข) ชนิดทรงแท่ง

ทำการทดลองเช่นเดียวกับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมวิธีที่ 2 (ข้อ 3.3.1) ซึ่งวิธีนี้มีแนวโน้มในการได้อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นทรงแท่ง จากนั้นทำการศึกษาดังต่อไปนี้

- การศึกษาลำดับการให้ความร้อนก่อนหรือหลังการหยดบิสมัทไนเตรทเพนตะไฮเดรต การทดลองนี้ได้ทำการปรับเปลี่ยนลำดับในการให้ความร้อน (a) ก่อน และ (b) หลังจากการหยดบิสมัทไนเตรทเพนตะไฮเดรต จากรูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงแท่งโดยการศึกษาลำดับในการให้ความร้อนก่อนหรือหลังการหยดบิสมัทไนเตรทเพนตะไฮเดรต



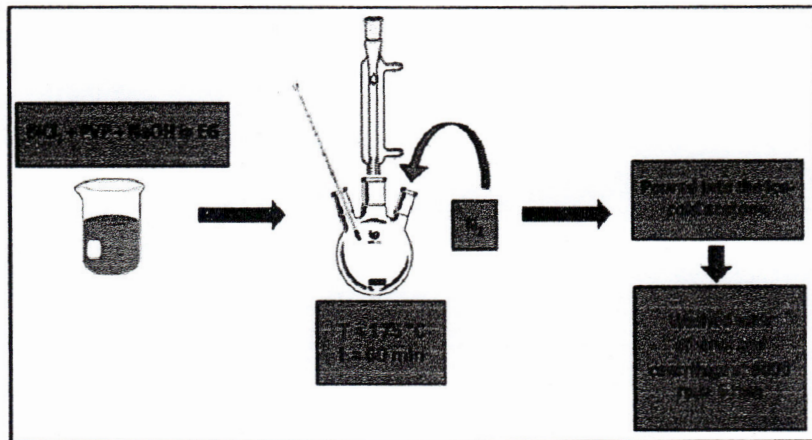
รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งโดยการศึกษาลำดับในการให้ความร้อน (a) ก่อนหรือ (b) หลังการหยดบิสมัทไนเตรทเพนตะไฮเดรต

- การศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่ง

สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งนี้ได้ใช้ขั้นตอนการสังเคราะห์ดังรูปที่ 3.2 (b) คือการให้ความร้อนหลังจากการหยดบิสมัทไนเตรทเพนตะไฮเดรต โดยการทดลองนี้ทำการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งระหว่าง 164 °C และ 175 °C

### (ค) ชนิดแผ่น

ซึ่งบิสมัทคลอไรด์ ( $\text{BiCl}_3$ ) หนัก 0.063 g, โพลีไวนิลไพโรลิโดนหนัก 0.111 g และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NaOH}$ ) หนัก 0.032 g นำมาละลายในเอทิลีนไกลคอลปริมาตร 25 mL แล้วทำการรีฟลักซ์สารละลาย ที่อุณหภูมิ 175 °C เป็นเวลา 60 นาที หลังจากนั้นเทสารละลายที่รีฟลักซ์เสร็จแล้วใส่ลงในอะซิโตนเย็นแล้วทำการหมุนเหวี่ยงที่ 5000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 3 นาที แล้วล้างด้วยเอทานอลซ้ำหลายๆ ครั้ง และเมื่อล้างเอทานอลครั้งสุดท้ายแล้วทำการหมุนเหวี่ยงที่ 6000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 6 นาที จากนั้นทำให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน และเก็บอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ในภาชนะปิดภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน จากรูปที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแผ่น



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแผ่น

### 3.3.2 การเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท

นำขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน (Glassy carbon : GCE) ซึ่งใช้เป็นวัสดุช่วยสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทมาขัดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3  $\mu\text{m}$  ล้างด้วยน้ำกลั่น จากนั้นทำให้แห้งแล้วทำการเตรียมตามลำดับ ดังต่อไปนี้

#### (ก) การศึกษาลำดับการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท

สำหรับการศึกษาลำดับการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทแบ่งออกเป็น 3 วิธี ดังนี้

- วิธีที่ 1: เคลือบวัสดุช่วย (GCE) ด้วยอนุภาคนาโนบิสมัทแล้วตามด้วยแนฟิออน

นำขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน (Glassy carbon : GCE) ซึ่งใช้เป็นวัสดุช่วยสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทมาขัดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3  $\mu\text{m}$  ล้างด้วยน้ำกลั่น จากนั้นทำให้แห้ง ซึ่งอนุภาคนาโนบิสมัทที่สังเคราะห์ขึ้น (ที่มีรูปร่างต่างๆ) จากนั้นนำมากระจายตัวในเอทานอล 10 mL นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสารโดยใช้เสียงความถี่สูง (sonicator) เป็นเวลา 5 นาที พร้อมกับเขย่า

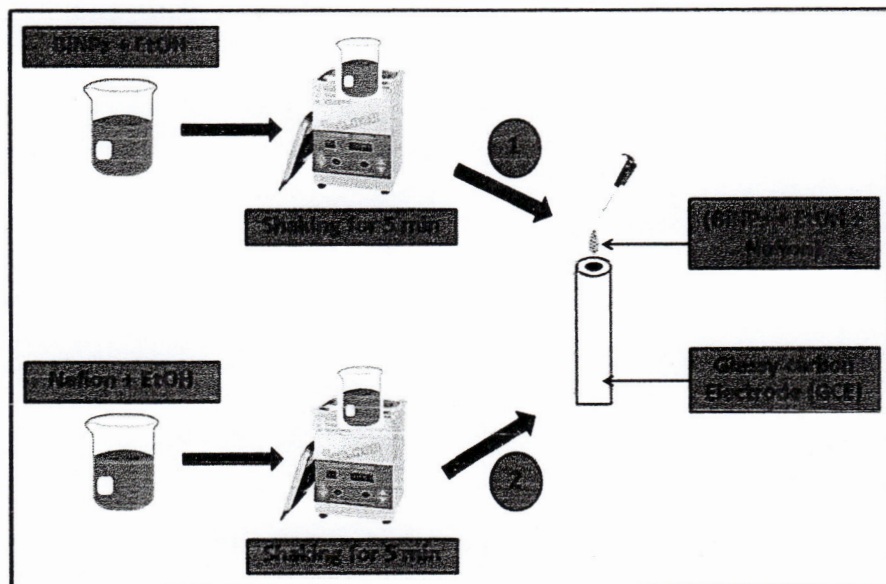
แฉฝอออน 100  $\mu\text{L}$  (คนละบีกเกอร์) จากนั้บปีเปตออนุภาคนาโนบิสม่ทมา 5  $\mu\text{L}$  หยดลงบนขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน ทัง้ให้แห่งที่อุณหภูมิห้อง แล้วตามด้วยการหยดแฉฝอออน 5  $\mu\text{L}$  ทัง้ให้แห่งที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำขั้วไฟฟ้าที่ได้ไปใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนักต่อไป สำหรับแบบจำลองขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสม่ทด้วยวิธีที่ 1 นี้แสดงดังรูปที่ 3.4

- วิธีที่ 2: เคลือบวัสดุขั้วด้วยแฉฝอออนแล้วตามด้วยอนุภาคนาโนบิสม่ท

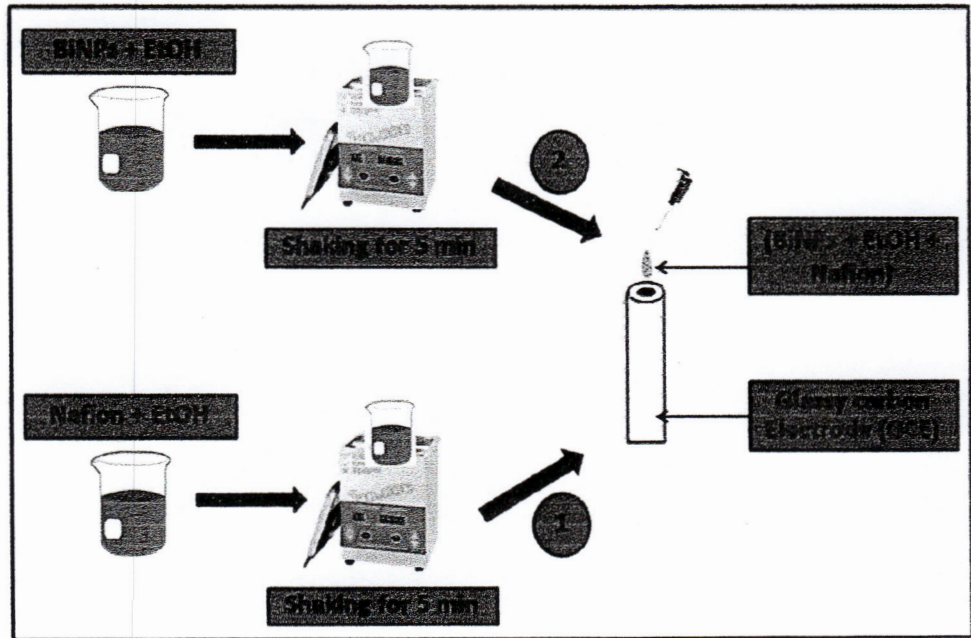
นำขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน (Glassy carbon : GCE) ซึ่งใช้เป็นวัสดุขั้วสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสม่ทมาขัดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3  $\mu\text{m}$  ล้างด้วยน้ำกลั้้น จากนั้นทำให้แห่ง ซึ่งอนุภาคนาโนบิสม่ทที่สังเคราะห์ขึ้น (ที่มีรูปร่างต่างๆ) จากนั้นนำมากระจายตัวในเอทานอล 10 mL นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสารโดยใช้เสียงความถี่สูง (sonicator) เป็นเวลา 5 นาที พร้อมกับเขย่าแฉฝอออน 100  $\mu\text{L}$  (คนละบีกเกอร์) จากนั้นปีเปตแฉฝอออนมา 5  $\mu\text{L}$  หยดลงบนขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน ทัง้ให้แห่งที่อุณหภูมิห้อง แล้วตามด้วยการหยดอนุภาคนาโนบิสม่ท 5  $\mu\text{L}$  ทัง้ให้แห่งที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำขั้วไฟฟ้าที่ได้ไปใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนักต่อไป สำหรับแบบจำลองขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสม่ทด้วยวิธีที่ 2 นี้แสดงดังรูปที่ 3.5

- วิธีที่ 3: เคลือบวัสดุขั้วด้วยอนุภาคนาโนบิสม่ทผสมแฉฝอออน

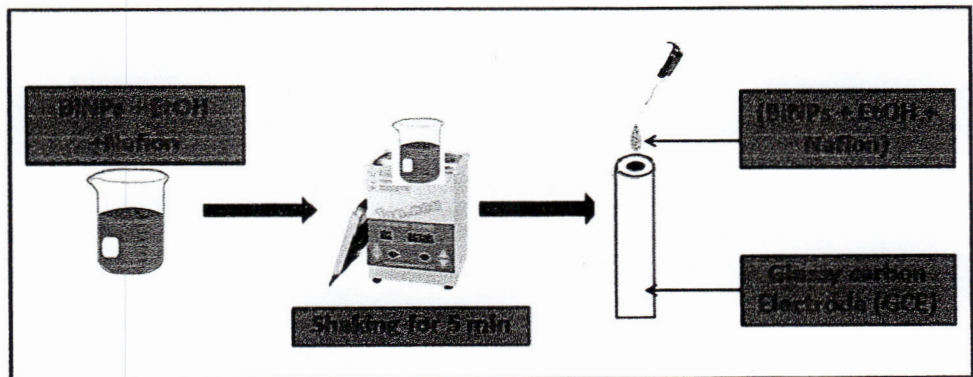
นำขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน (Glassy carbon : GCE) ซึ่งใช้เป็นวัสดุขั้วสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสม่ทมาขัดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3  $\mu\text{m}$  ล้างด้วยน้ำกลั้้น จากนั้นทำให้แห่ง ซึ่งอนุภาคนาโนบิสม่ทที่สังเคราะห์ขึ้น (ที่มีรูปร่างต่างๆ) จากนั้นนำมากระจายตัวในเอทานอล 10 mL แล้วหยดแฉฝอออน 100  $\mu\text{L}$  นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสารโดยใช้เสียงความถี่สูง (sonicator) เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นปีเปตสารละลายดังกล่าวมา 5  $\mu\text{L}$  หยดลงบนขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน ทัง้ให้แห่งที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำขั้วไฟฟ้าที่ได้ไปใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนักต่อไป สำหรับแบบจำลองขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสม่ทด้วยวิธีที่ 3 นี้แสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสม่ทด้วยวิธีที่ 1



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทด้วยวิธีที่ 2



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทด้วยวิธีที่ 3

(ข) การศึกษาน้ำหนักอนุภาคนาโนบิสมัทที่เหมาะสม

ซึ่งอนุภาคนาโนบิสมัทที่สังเคราะห์ได้หนัก 0.002 g แล้วนำไปกระจายตัวในเอทานอล 10 มิลลิลิตร จากนั้นปิเปตแฉฝออน 100  $\mu\text{L}$  ใส่ลงในเอทานอลดังกล่าว แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสาร ด้วยเสียงความถี่สูงเป็นเวลา 5 นาที แล้วปิเปตสารละลายดังกล่าวปริมาตร 5  $\mu\text{L}$  หยดลงบนผิวหน้าของ ขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน ทิ้งให้แห้งเป็นเวลา 5 นาที แล้วนำขั้วไฟฟ้าไปวิเคราะห์โลหะหนักต่อไป จากนั้น ทำการทดลองซ้ำโดยการปรับเปลี่ยนน้ำหนักของอนุภาคนาโนบิสมัทเป็น 0.005, 0.010, 0.015 และ 0.020 g ตามลำดับ

### 3.3.2 การตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค สตรีปปีงโวลแทมเมตรี

เมื่อเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท (ข้อ 3.3.2) แล้ว จากนั้นนำตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค สตรีปปีงโวลแทมเมตรีซึ่งมีขั้นตอนในการศึกษา ดังนี้

ขั้นตอน 1: Accumulation step มีสภาวะการทดลองดังนี้

- Deposition potential: -1.4 V
- Deposition time: 420 s\*
- Equilibration time: 10 s

หมายเหตุ \* ในขั้นตอน Deposition time ระบบจะมีการกวาดสารละลายอย่างสม่ำเสมอตลอดเวลา

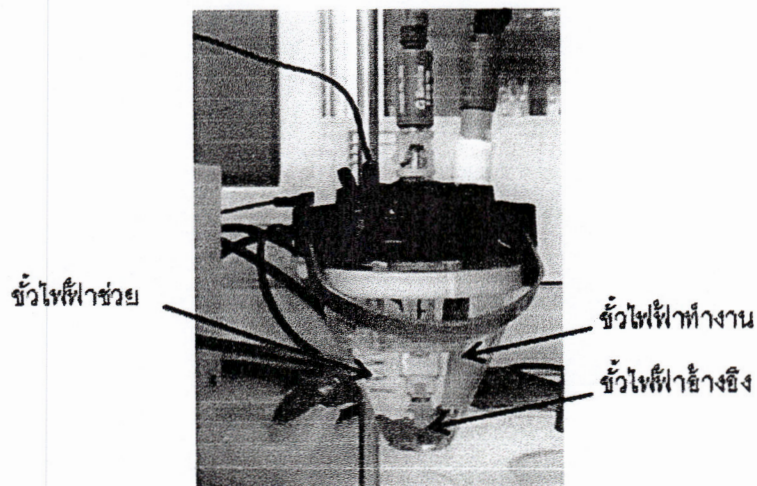
ขั้นตอน 2: Stripping step มีสภาวะการทดลองดังนี้

- Scan potential: -1.4 – (-0.2) V
- Amplitude: 25 mV
- Frequency: 25 Hz
- Potential step: 4 mV

ขั้นตอน 3: Cleaning step มีสภาวะการทดลองดังนี้

- Cleaning potential: 0.3 V
- Cleaning time: 30 s

จากรูปที่ 3.7 แสดงการติดตั้งอุปกรณ์ในการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแอนอดิก-สตรีปปีงโวลแทมเมตรี โดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท (ขั้วไฟฟ้าทำงาน), ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์ (ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง) และขดลวดแพลทินัม (ขั้วไฟฟ้าช่วย)



รูปที่ 3.7 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแอนอดิก-สตรีปปีงโวลแทมเมตรี โดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท

## บทที่ 4

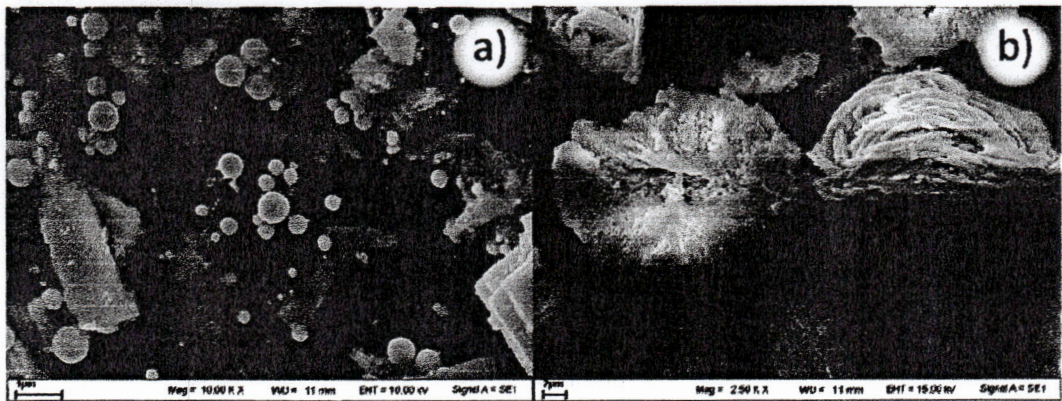
### ผลการทดลอง

#### 4.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัท

##### 4.1.1 ชนิดทรงกลม

(ก) ผลของวิธีการเตรียมอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่แตกต่างกัน

เมื่อทำการทดลองตามข้อ 3.3.1 (ก) โดยปรับเปลี่ยนวิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน เมื่อนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นี้ไปส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า การสังเคราะห์วิธีที่ 1 ได้รูปร่างของอนุภาคนาโนบิสมัทเป็นทรงกลมมากกว่าการสังเคราะห์วิธีที่ 2 (ดังแสดงในรูปที่ 4.1) ซึ่งการสังเคราะห์วิธีที่ 2 เมื่อพิจารณารูปที่ 4.1 b) จะสังเกตเห็นว่าอนุภาคมีขนาดใหญ่ และมีรูปร่างเป็นทรงแท่งรวมกันอยู่จนมีขนาดใหญ่ ดังนั้นวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 1 จึงน่าจะเหมาะแก่การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทรูปทรงกลม และวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 2 น่าจะเหมาะแก่การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทรูปทรงแท่ง แต่อย่างไรก็ตามต้องมีการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมอื่นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัททั้งสองชนิดต่อไปอีกด้วย

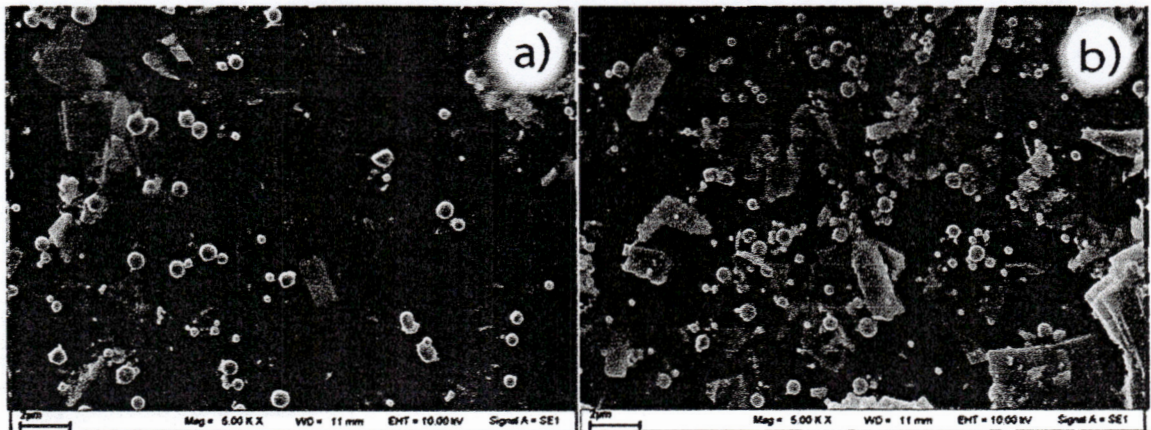


รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่สังเคราะห์ด้วย a) วิธีที่ 1 และ b) วิธีที่ 2

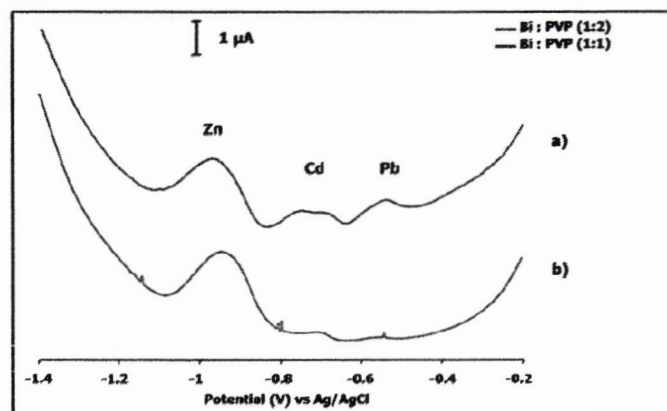
(ข) ผลการศึกษาอัตราส่วนระหว่างบิสมัท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน (Bi : PVP)

เมื่อทำการทดลองตามข้อ 3.3.1 (ก) วิธีที่ 1 โดยปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างบิสมัท : โพลีไวนิลไพโรลิโดนที่ 1 : 2 และ 1 : 1 เมื่อนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นี้ไปส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าที่อัตราส่วน 1 : 2 (Bi : PVP) และที่อัตราส่วน 1 : 1 (Bi : PVP) จะสังเกตเห็นได้ว่าขนาดอนุภาคของอนุภาคนาโนบิสมัททั้งสองอัตราส่วนนั้นมีขนาดใกล้เคียงกัน คือ  $0.587 \pm 0.211 \mu\text{m}$  และ  $0.672 \pm 0.261 \mu\text{m}$  ตามลำดับ (ดังรูปที่ 4.2) อย่างไรก็ตามพบว่าขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มี

ขนาดค่อนข้างใหญ่ และยังมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่สูงอีกด้วย และเมื่อพิจารณาจากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ทั้งสอง จะเห็นว่านอกจากมีอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมแล้ว ยังมีวัตถุที่มีลักษณะเป็นแผ่นใหญ่รูปร่างต่างแตกต่างกันปะปนอยู่กับอนุภาคนาโนบิสมัทที่สังเคราะห์ได้ด้วย ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นโพลีไวนิลไพโรลิโดน ที่อาจเกิดจากการล้างออกไม่ดี จึงทำให้เกิดเป็นวัตถุแผ่นใหญ่ที่ปะปนมา และเมื่อนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไปทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแคว์เวฟ-แอนโนติกสตริบปีงโวลแทมเมตรี พบว่าโวลแทมโมแกรมที่อัตราส่วน 1:2 จะมีสภาพไวมากกว่าที่อัตราส่วน 1:1 ดังรูปที่ 4.3 จะเห็นว่าอัตราส่วนระหว่างบิสมัท : โพลีไวนิลไพโรลิโดนเท่ากับ 1 : 2 เหมาะสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลม นอกจากนี้พบว่าเมื่อโพลีไวนิลไพโรลิโดนมีปริมาณมากขึ้นจะส่งผลต่อขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ [33]



รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่สังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 1 ที่อัตราส่วนระหว่างบิสมัท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน เท่ากับ a) 1 : 1 และ b) 1 : 2



รูปที่ 4.3 โวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์สังกะสี (Zn), แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแคว์เวฟ-แอนโนติกสตริบปีงโวลแทมเมตรีโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่อัตราส่วนระหว่างบิสมัท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน เท่ากับ a) 1:2 และ b) 1:1

4.1.2 ชนิดทรงแท่ง

วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีทชนิดทรงกลมวิธีที่ 2 (ข้อ 3.3.1) ซึ่งวิธีนี้มีแนวโน้มในการได้อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นทรงแท่ง และเมื่อทำการศึกษาดังต่อไปนี้

(ก) การศึกษาลำดับการให้ความร้อนก่อนหรือหลังการหยดบิสมีทไนเตรทเพนตะไฮเดรต

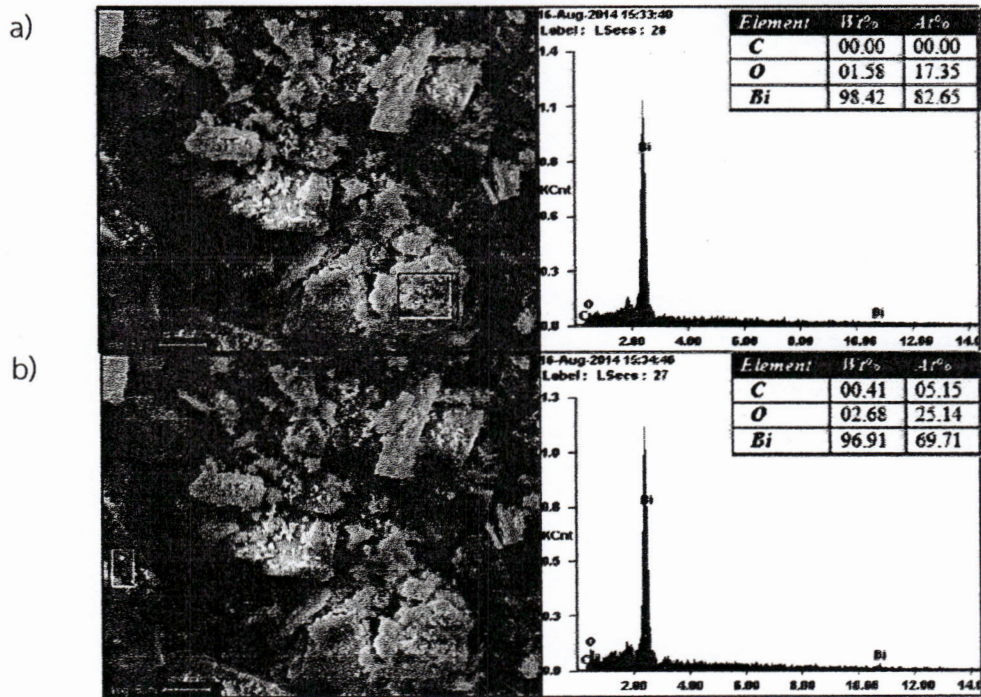
จากการทดลองนี้ได้ทำการปรับเปลี่ยนลำดับในการให้ความร้อนก่อนและหลังจากการหยดบิสมีทไนเตรทเพนตะไฮเดรต พบว่าเมื่อให้ความร้อนก่อนหยดบิสมีทไนเตรทเพนตะไฮเดรตอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดใหญ่ (รูปที่ 4.4) และมีลักษณะเป็นแผ่นสี่เหลี่ยม นอกจากนี้เมื่อพิจารณาจะสามารถสังเกตเห็นส่วนที่เป็นอนุภาคนาโนขนาดเล็กผสมอยู่ ซึ่งมีลักษณะเป็นแผ่นกลม และเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย SEM/EDX พบว่าทั้งสองรูปร่าง คือแผ่นสี่เหลี่ยม และแผ่นกลมเล็กมีบิสมีทเป็นองค์ประกอบ ดังรูปที่ 4.5 นอกจากนี้ยังพบว่าสำหรับการให้ความร้อนก่อนการหยดบิสมีทไนเตรทเพนตะไฮเดรต ลักษณะของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จะมีอยู่ 2 ลักษณะ คือ (1) เกิดอนุภาคสีดำลักษณะเป็นคอลลอยด์ปริมาณเล็กน้อย ซึ่งคาดว่าอนุภาคของนาโนบิสมีท และ (2) อนุภาคสีขาวผสมสีเทาซึ่งมีปริมาณมากติดอยู่บริเวณกันของขวดสามคอ ซึ่งอนุภาคที่เป็นสีขาวผสมสีเทานี้คาดว่าจะเป็โพลีไวนิลไพโรลิโดนที่ไม่เกิดปฏิกิริยากับบิสมีท



รูปที่ 4.4 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย a) 500 และ b) 2500 เท่า

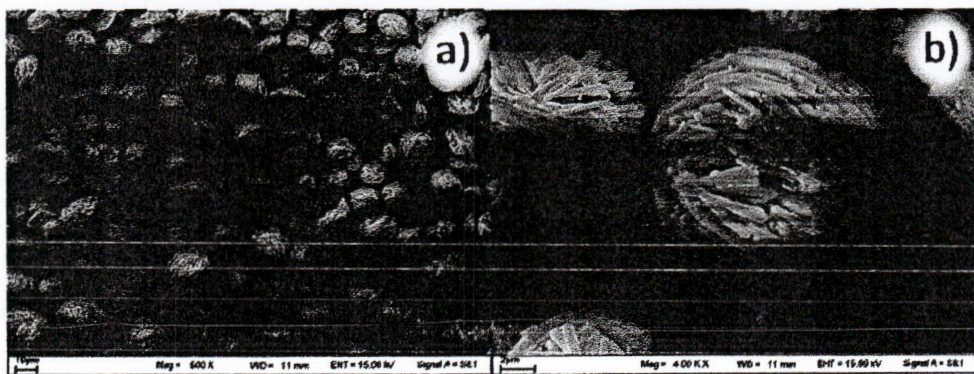
615.92  
๗2๑๗  
๘.3

344589

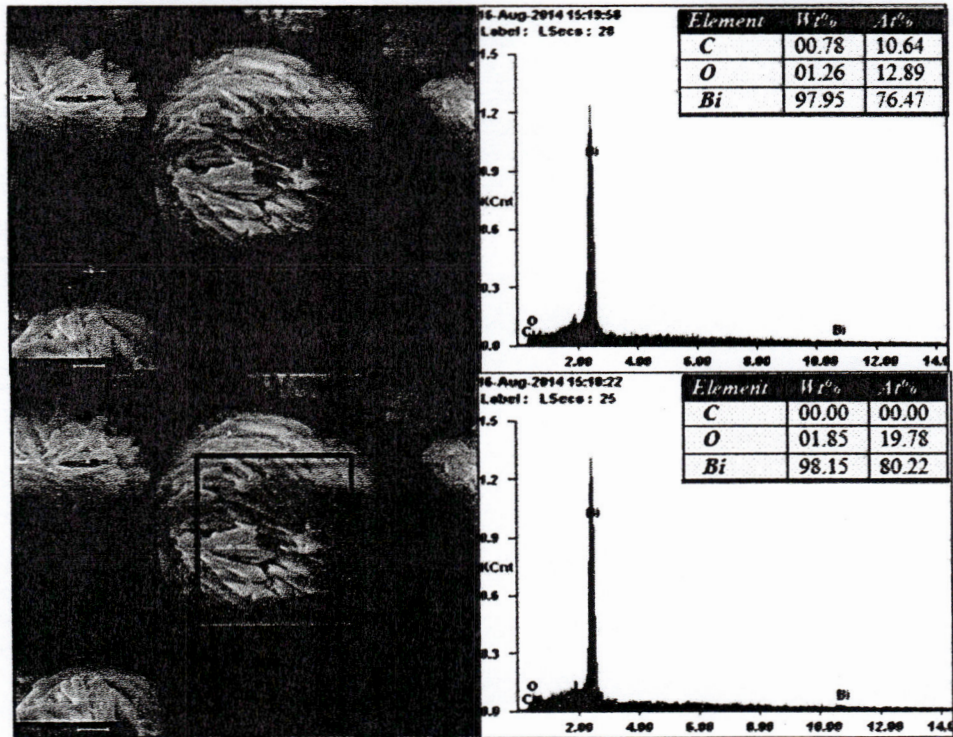


รูปที่ 4.5 การวิเคราะห์องค์ประกอบของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดชนิด SEM/EDX สำหรับ a) อนุภาคที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลมขนาดเล็ก และ b) อนุภาคที่มีลักษณะเป็นแผ่นสี่เหลี่ยมขนาดใหญ่

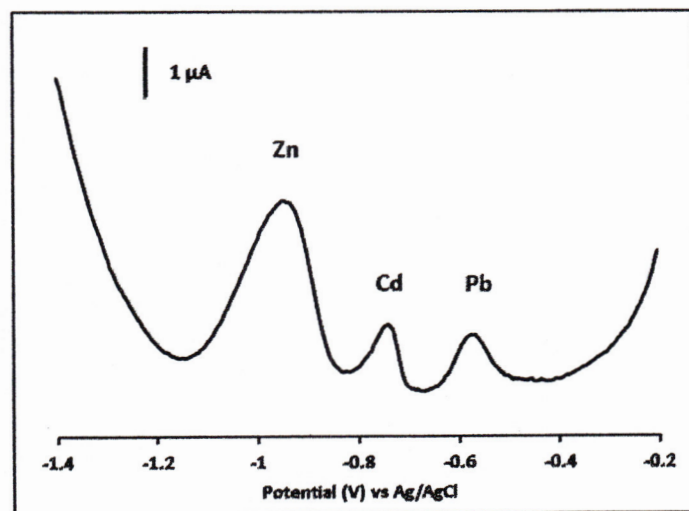
เมื่อพิจารณาอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จากการทดลองที่มีการให้ความร้อนหลังหยดบิสมัทในเตรทเพนตะไฮเดรต พบว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงแท่งที่มารวมตัวกันเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ ดังรูปที่ 4.6 และเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย SEM/EDX พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีบิสมัทเป็นองค์ประกอบเป็นส่วนใหญ่ (ดังรูปที่ 4.7) นอกจากนี้เมื่อนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นี้ไปสร้างเป็นขั้วไฟฟ้า โดยทำการตรวจวิเคราะห์สังกะสี, แคดเมียม และตะกั่ว พบว่าให้สภาพไวในการวิเคราะห์ที่ดี ดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย a) 500 และ b) 4000 เท่า

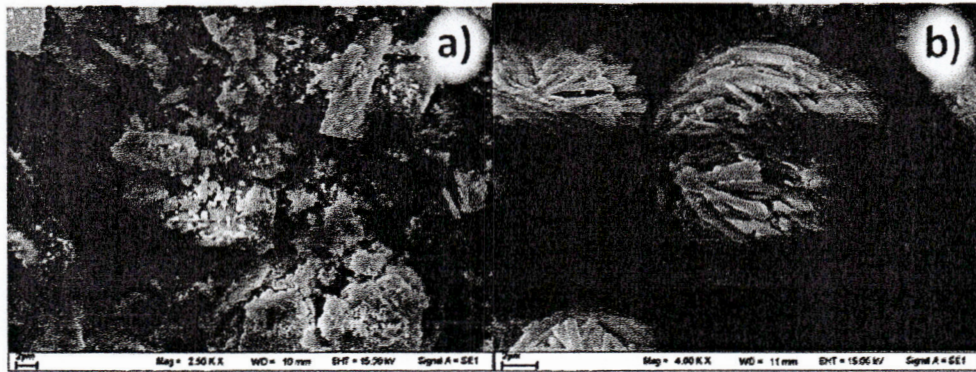


รูปที่ 4.7 การวิเคราะห์องค์ประกอบของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดชนิด SEM/EDX



รูปที่ 4.8 โวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์สังกะสี (Zn), แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) ความเข้มข้นอย่างละ 10 ppb ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแคว์เวฟ-แอนโนติกสตริปปีงโวลแทมเมตรีโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดตรงแท่ง

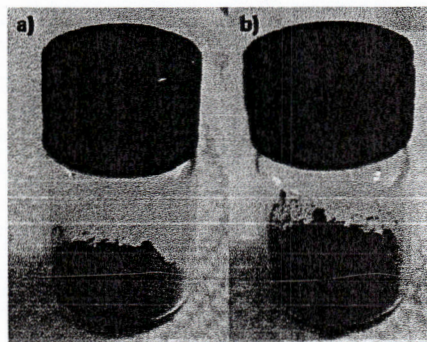
จากรูปที่ 4.9 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) สำหรับการศึกษาลำดับการให้ความร้อนก่อนหรือหลังการหดยบิสมีทไนเตรทเพนตะไฮเดรต ซึ่งจะเห็นว่าสำหรับการสังเคราะห์ที่มีการให้ความร้อนหลังจากการหดยบิสมีทไนเตรทเพนตะไฮเดรตมีแนวโน้มของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะเป็นทรงแท่งที่มีรวมตัวกัน อย่างไรก็ตามจะต้องทำการศึกษาปัจจัยอื่นที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ต่อไป



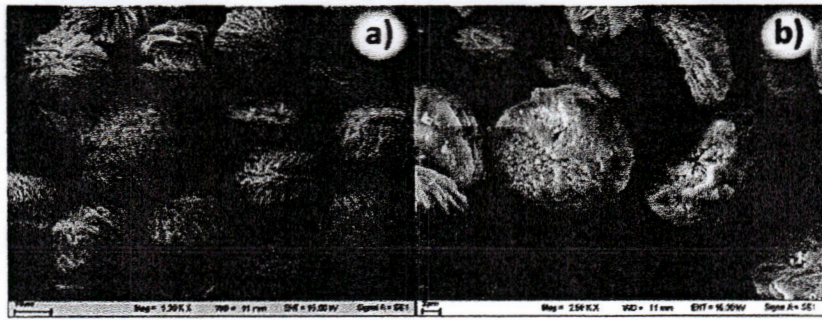
รูปที่ 4.9 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) สำหรับการศึกษาลำดับการให้ความร้อน a) ก่อนหรือ b) หลังการหดยบิสมีทไนเตรทเพนตะไฮเดรตในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีท

- การศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีทชนิดแท่ง

จากการทดลองการศึกษานุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีทชนิดแท่ง (ข้อ 3.3.1 ชนิดแท่ง) พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 164 °C มีลักษณะเป็นผงสีเทาดำ ในขณะที่ 175 °C อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นผงสีดำ (ดังรูปที่ 4.10) และเมื่อนำไปส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จากทั้ง 2 อุณหภูมิมีลักษณะที่คล้ายคลึงกัน คือมีลักษณะคล้ายทรงแท่งหลายอันรวมกัน ดังรูปที่ 4.11 อย่างไรก็ตามหากมีการเพิ่มอุณหภูมิหรือเพิ่มระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา อาจทำให้อนุภาคนาโนบิสมีททรงแท่งเกิดการแตกตัวออกเป็นแท่งเล็กๆ ดังนั้นควรทำการศึกษาระยะเวลาหรืออุณหภูมิที่เหมาะสมอย่างละเอียดต่อไป

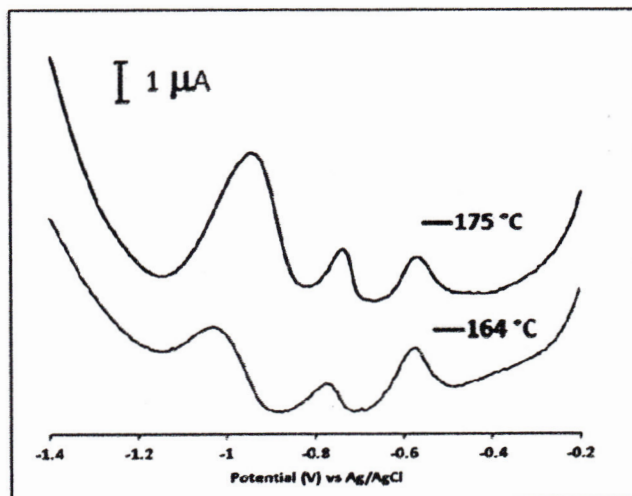


รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายอนุภาคนาโนบิสมีทที่สังเคราะห์ได้จากการศึกษาอุณหภูมิที่ต่างกัน a) 164 °C และ b) 175 °C



รูปที่ 4.11 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สำหรับอนุภาคนาโนบิสมัทที่สังเคราะห์ได้จากการศึกษาอุณหภูมิที่ต่างกัน a) 164 °C และ b) 175 °C

เมื่อนำอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งที่สังเคราะห์ได้ไปเตรียมเป็นขั้วไฟฟ้าแล้วนำมาตรวจวิเคราะห์สังกะสี, แคดเมียม และตะกั่ว พบว่าขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งที่เตรียมจากอุณหภูมิ 175 °C มีสภาพไวในการวิเคราะห์โลหะทั้ง 3 ชนิดได้ดีกว่าขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งที่เตรียมจากอุณหภูมิ 164 °C แสดงดังรูปที่ 4.12

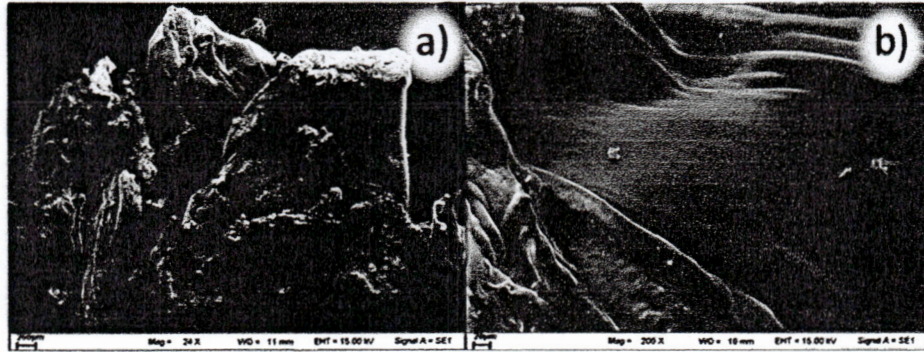


รูปที่ 4.12 โวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์สังกะสี (Zn), แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) ความเข้มข้นอย่างละ 10 ppb ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแคว์เวฟ-แอนโนติกสตริบปีงโวลแทมเมตรีโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดตรงแท่งที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 175 °C (บน) และ 164 °C (ล่าง)

#### 4.1.3 ชนิดทรงแผ่น

เมื่อทำการทดลองตามข้อ 3.3.1 (ชนิดทรงแผ่น) พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแผ่นขนาดค่อนข้างใหญ่ สีดำ ซึ่งแตกต่างจากอนุภาคนาโนบิสมัทที่ได้จากการสังเคราะห์วิธีอื่น ๆ และเมื่อนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นี้ไปส่องกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแผ่น

ขนาดใหญ่มาก ดังรูปที่ 4.13 จะเห็นว่าวิธีการที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดนี้อาจไม่เหมาะสม ดังนั้นควรทำการศึกษาวิธีและสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแผ่นต่อไป

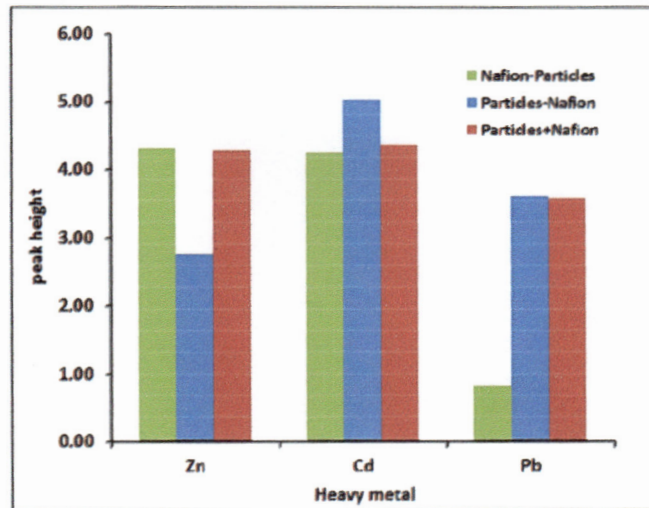


รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนชนิดแผ่น

## 4.2 การเตรียมขั้วไฟฟ้านาโนบิสมัท

### 4.2.1 การศึกษาลำดับการเตรียมขั้วไฟฟ้านาโนบิสมัท

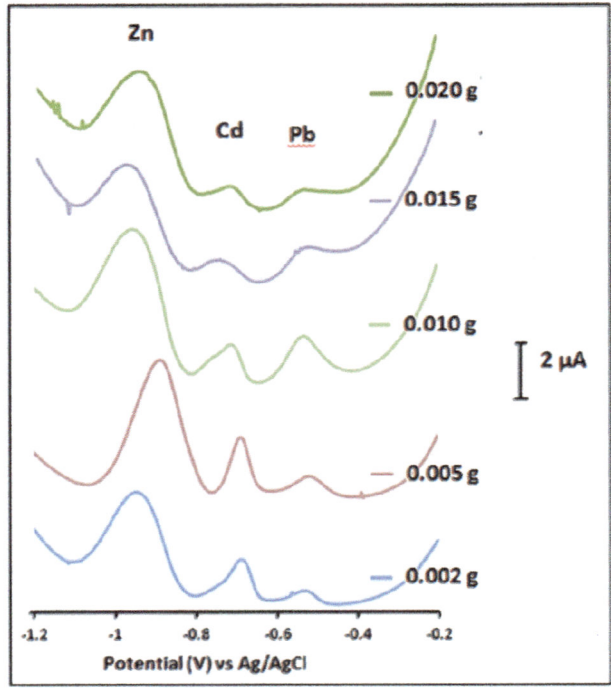
เมื่อนำสัญญาณที่ได้จากการทดลองตามข้อ 3.3.2 มาพลอตกราฟดังรูปที่ 4.14 จะสังเกตว่าสัญญาณที่ได้จากการเตรียมขั้วไฟฟ้าแบบวิธีที่ 2 (การหยดแนฟิออนก่อนอนุภาคนาโนบิสมัท) ความสูงของสัญญาณตะกั่วที่ได้มีค่าต่ำที่สุดเมื่อเทียบกับวิธีการเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยวิธีอื่น ๆ ในขณะที่วิธีที่ 1 (การหยดอนุภาคนาโนบิสมัทก่อนแนฟิออน) พบว่าความสูงของสัญญาณสังกะสีต่ำที่สุด ถึงแม้จะให้สัญญาณของแคดเมียมสูงก็ตาม อย่างไรก็ตามหากต้องการตรวจวัดสังกะสีที่มีความเข้มข้นต่ำๆ อาจทำให้ไม่สามารถตรวจวัดสัญญาณสังกะสีได้ และเมื่อพิจารณาการเตรียมขั้วไฟฟ้าแบบวิธีที่ 3 (การนำอนุภาคนาโนบิสมัทผสมกับแนฟิออน) พบว่าให้สัญญาณของโลหะหนักทั้ง 3 ชนิดที่สูงใกล้เคียงกันทั้ง 3 ชนิด (สังกะสี, แคดเมียม และตะกั่ว) ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงเลือกการนำอนุภาคนาโนบิสมัทมาผสมกับแนฟิออนก่อนเตรียมเป็นขั้วไฟฟ้าทำงานสำหรับการตรวจวิเคราะห์โลหะทั้ง 3 ชนิด



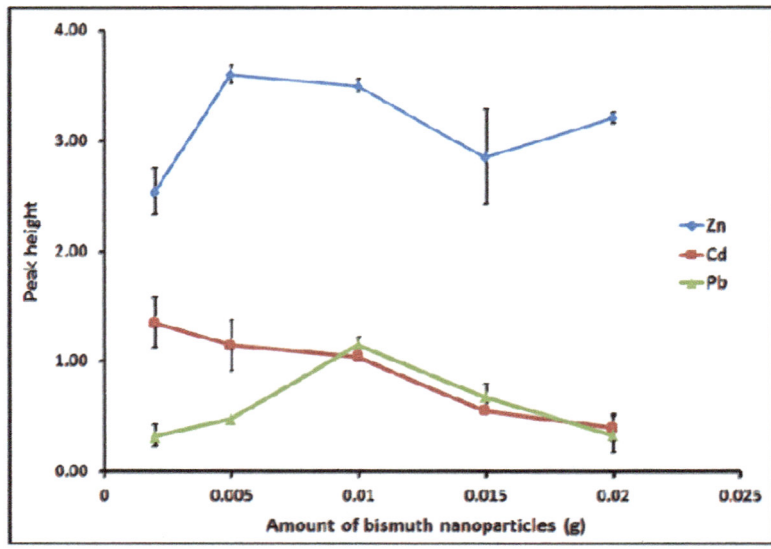
รูปที่ 4.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของสัญญาณโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์สังกะสี (Zn), แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแคว์เวฟ-แอนโอดิกสตริบปีงโวลแทมเมทรีโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีทชนิดทรงกลม ที่มีการเตรียมแตกต่างกัน: การหยดแนฟิออนก่อนอนุภาคนาโนบิสมีท (สีเขียว), การหยดอนุภาคนาโนบิสมีทก่อนแนฟิออน (สีฟ้า) และการนำอนุภาคนาโนบิสมีทผสมกับแนฟิออน (สีแดง)

#### 4.2.2 การศึกษาน้ำหนักอนุภาคนาโนบิสมีทที่เหมาะสม

เมื่อทำการทดลองตามข้อ 3.3.2 (ข) โดยทำการศึกษาปริมาณของอนุภาคนาโนบิสมีทชนิดทรงกลมหนัก 0.002 0.005, 0.010, 0.015, และ 0.020 g เมื่อนำขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีทที่เตรียมด้วยน้ำหนักต่างๆ ไปตรวจวิเคราะห์สังกะสี, แคดเมียม และตะกั่ว พบว่าสัญญาณของโลหะหนักผสมของทั้ง 3 ชนิดที่ความเข้มข้นอย่างละ 20 ppb เปรียบเทียบระหว่างปริมาณของอนุภาคบิสมีทที่ใช้ แสดงดังรูปที่ 4.15 และเมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของสัญญาณในแต่ละชนิดของโลหะและน้ำหนักของอนุภาคนาโนบิสมีทที่ใช้เตรียมขั้วไฟฟ้า (รูปที่ 4.16) พบว่าสังกะสีให้สัญญาณสูงสุดที่น้ำหนักของอนุภาคนาโนบิสมีทที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าเท่ากับ 0.005 g ในขณะที่แคดเมียมให้สัญญาณสูงสุดหนัก 0.002 g และตะกั่วให้สัญญาณสูงสุดหนัก 0.010 g ในงานวิจัยนี้ผู้ทำวิจัยได้เลือกปริมาณของอนุภาคนาโนบิสมีทหนัก 0.010 กรัม เนื่องจากหากพิจารณาสัญญาณของโลหะหนักทั้ง 3 ชนิด ที่ปริมาณของอนุภาคนาโนบิสมีทหนัก 0.010 กรัม พบว่าความสูงพีคของโลหะหนักทั้ง 3 ชนิดนั้นสามารถวัดได้ง่ายเมื่อเทียบกับที่ปริมาณบิสมีทที่น้ำหนักอื่นๆ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกที่ปริมาณของบิสมีท 0.010 กรัม



รูปที่ 4.15 โวลเทมโมแกรมของการตรวจวัดสังกะสี, แคดเมียม และตะกั่ว ความเข้มข้นอย่างละ 20 ppb ที่สภาวะการตรวจวัด Deposition potential: -1.4 V, Deposition time: 420 s, Amplitude: 25 mV, Frequency: 25 Hz และ Potential step: 4 mV โดยใช้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากอนุภาคนาโนชนิดทรงกลมน้ำหนักแตกต่างกัน

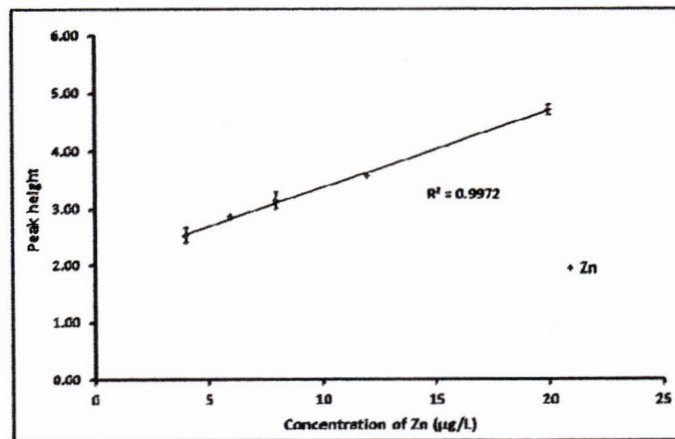


รูปที่ 4.16 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของสัญญาณของสังกะสี (สีฟ้า), แคดเมียม (สีแดง) และตะกั่ว (สีเขียว) และน้ำหนักของอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่ใช้เตรียมขั้วไฟฟ้า

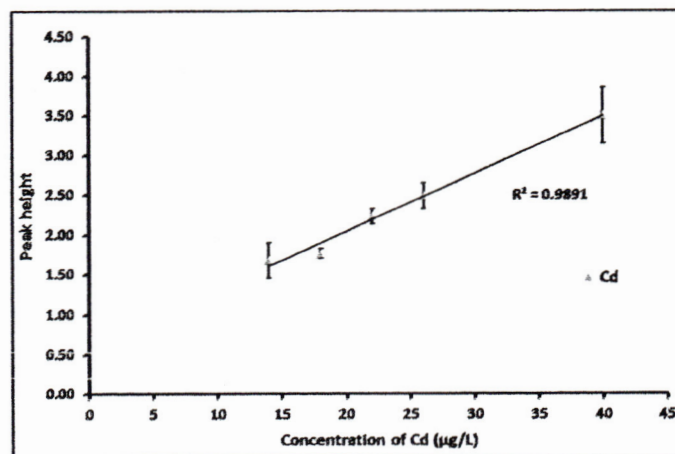
### 4.3 ความเป็นไปได้ในการวิเคราะห์ปริมาณด้วยวิธีไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทที่เตรียมขึ้น

#### 4.3.1 กราฟมาตรฐาน

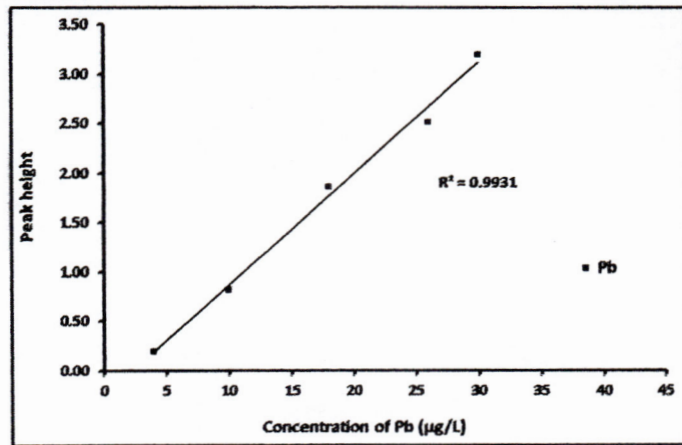
เมื่อเตรียมสารละลายมาตรฐานของโลหะทั้ง 3 ชนิด (สังกะสี, แคดเมียม และตะกั่ว) ดังข้อ 3.2.3 โดยใช้วิธีไฟฟ้าอนุภาคนาโนชนิดทรงกลมและเมื่อนำความสูงของสัญญาณที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแอดโนติก-สตริบิงโวลแทมเมตรี พบว่าช่วงความเป็นเส้นตรง (working range) ของสังกะสี แคดเมียม และตะกั่วอยู่ในช่วง  $4\text{-}20\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $14\text{-}40\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  และ  $4\text{-}30\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  ที่ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ ( $R^2$ ) เท่ากับ 0.9972, 0.9891 และ 0.9931 ตามลำดับ (รูปที่ 4.17-4.19) ซึ่งจากผลการทดลองแสดงให้เห็นวิธีไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัท (ชนิดทรงกลม) มีศักยภาพในการวิเคราะห์ปริมาณโลหะทั้ง 3 ชนิดต่อไป



รูปที่ 4.17 กราฟมาตรฐานของสังกะสีที่ทำการตรวจวัดด้วยวิธีไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่สภาวะการตรวจวัด Deposition potential:  $-1.4\ \text{V}$ , Deposition time: 420 s, Amplitude: 25 mV, Frequency: 25 Hz และ Potential step: 4 mV



รูปที่ 4.18 กราฟมาตรฐานของแคดเมียมที่ทำการตรวจวัดด้วยวิธีไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่สภาวะการตรวจวัด Deposition potential:  $-1.4\ \text{V}$ , Deposition time: 420 s, Amplitude: 25 mV, Frequency: 25 Hz และ Potential step: 4 mV



รูปที่ 4.19 กราฟมาตรฐานของตะกั่วที่ทำการตรวจวัดด้วยวิธีไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดทรงกลมที่สภาวะการตรวจวัด Deposition potential: -1.4 V, Deposition time: 420 s, Amplitude: 25 mV, Frequency: 25 Hz และ Potential step: 4 mV

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

#### 5.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีท

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีทที่ได้ศึกษาในโครงการวิจัยนี้มีอยู่ 3 รูปร่าง คือ ชนิดทรงกลม, ทรงแท่ง และทรงแผ่น ซึ่งจากผลการศึกษาพบว่าสภาวะในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันส่งผลต่อลักษณะ และรูปร่างของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ เช่น อัตราส่วนระหว่างบิสมีท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน ถ้าปริมาณของ โพลีไวนิลไพโรลิโดนสูง จะส่งผลให้อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็ก ซึ่งอนุภาคนาโนบิสมีทชนิดทรงกลม ใช้อัตราส่วนระหว่างบิสมีท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน คือ 1 : 2 ในขณะที่การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีท ชนิดทรงแท่งใช้อัตราส่วนระหว่างบิสมีท : โพลีไวนิลไพโรลิโดน คือ 1 : 1 นอกจากนี้ยังพบว่า การให้ความร้อนในลำดับที่ต่างกันขณะทำการสังเคราะห์นั้น ก็สามารถส่งผลต่อลักษณะ และรูปร่างของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้เช่นเดียวกัน ซึ่งจากผลการทดลองนี้พบว่า การที่ให้ความร้อนแก่โพลีไวนิลไพโรลิโดนก่อนทำการหยดบิสมีทในเตรทไพนตะไฮเดรตนั้นจะให้อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะรูปร่างเป็นทรงแผ่นขนาดใหญ่ ในขณะที่ถ้าให้ความร้อนหลังจากหยดโพลีไวนิลไพโรลิโดนและบิสมีทในเตรทไพนตะไฮเดรต พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะรูปร่างเป็นทรงแท่ง นอกจากนี้ยังพบว่าอุณหภูมิที่ให้แก่ระบบขณะทำการสังเคราะห์นั้น ก็ส่งผลต่อลักษณะและรูปร่างของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า หากทำการให้ความร้อนเท่ากับ  $175^{\circ}\text{C}$  แก่ระบบที่ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมีทชนิดทรงแท่งส่งผลให้อนุภาคที่ได้มีความเป็นทรงแท่งขนาดเล็กมากกว่าที่อุณหภูมิ  $164^{\circ}\text{C}$  ทั้งนี้เพราะที่อุณหภูมิ  $175^{\circ}\text{C}$  นี้สามารถทำให้อนุภาคนาโนบิสมีททรงแท่งที่รวมตัวกันแตกออกได้มากกว่า อย่างไรก็ตามยังคงต้องทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อให้ได้อนุภาคนาโนบิสมีทที่มีความเสถียรและมีขนาดที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเป็นชีวไฟฟ้าต่อไป

#### 5.2 การเตรียมชีวไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีท

เมื่อนำอนุภาคนาโนบิสมีทที่สังเคราะห์ได้มาเตรียมเป็นชีวไฟฟ้าทำงานสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแอนดิก-สตริบิงโวลแทมเมตรี พบว่าปริมาณของอนุภาคนาโนบิสมีทที่มีผลต่อลักษณะสัญญาณโวลแทมโมแกรมที่ได้ ซึ่งนำหน้าอนุภาคนาโนบิสมีทที่ให้ลักษณะสัญญาณดีในการวิเคราะห์โลหะทั้ง 3 ชนิดนั้น พบว่าที่นำหน้าอนุภาคนาโนบิสมีทเท่ากับ  $0.010\text{ g}$  นอกจากนี้ลำดับในการหยดสารละลายสำหรับการเตรียมชีวไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมีท ก็ส่งผลต่อลักษณะสัญญาณโวลแทมโมแกรมด้วย พบว่าการเตรียมชีวไฟฟ้าด้วยการหยดสารผสมระหว่างอนุภาคนาโนบิสมีทและแนฟิออน (สารยึดเหนี่ยวซึ่งเป็นพอลิเมอร์นำไฟฟ้า) ให้สัญญาณที่ดีที่สุด

ดังนั้นจะเห็นได้ว่าอนุภาคนาโนบิสมีทที่สังเคราะห์ได้และเมื่อนำมาเตรียมเป็นชีวไฟฟ้าทำงานมีศักยภาพในการวิเคราะห์สังกะสี, แคดเมียม และตะกั่ว ด้วยเทคนิคแอนดิก-สตริบิงโวลแทมเมตรี

## บรรณานุกรม

## บรรณานุกรม


- [1] ลักษณะ สัมมานิติ เอกสารประกอบการสอน: วิชาภูมิศาสตร์กายภาพ ภาควิชาภูมิทัศน์และอนุรักษ์สิ่งแวดล้อม คณะผลิตกรรมการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้
- [2] ประกาศคณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ ฉบับที่ 27 (พ.ศ.2549) เรื่อง กำหนดมาตรฐานคุณภาพน้ำทะเล ดิพิมพีในราชกิจจานุเบกษา ฉบับประกาศทั่วไป เล่มที่ 124 ตอนที่ 11 ง วันที่ 1 กุมภาพันธ์ 2550
- [3] Buffle, J., Tercier-Waeber, M.-L. (2005) Voltammetric environmental trace-metal analysis and speciation: from laboratory to *in situ* measurements. *Trends in Analytical Chemistry*. 24, 172-191.
- [4] Karthikeyan, S., Rao, T.P., Iyer, C.S.P. (1999) Determination of arsenic in sea water by sorbent extraction with hydride generation atomic absorption spectrometry. *Talanta*. 49, 523-530.
- [5] Camero, R.M., Sturgeon, R.E. (1999) Hydride generation-electrostatic deposition-graphite furnace atomic absorption spectrometric determination of arsenic, selenium and antimony. *Spectrochimica Acta Part B*. 54, 753-762.
- [6] Martinis, E.M., Bertón, P., Olsina, R.A., Altamirano, J.C., Wuilloud, R.G. (2009) Trace mercury determination in drinking and natural water samples by room temperature ionic liquid based-preconcentration and flow injection-cold vapor atomic absorption spectrometry. *Journal of Hazardous materials*. 167, 475-481.
- [7] D'Ulivo, A., Paolicchi, I., Onor, M., Zamboni, R., Lampugnani, L. (2009) Flame-in-gas-shield miniature flame hydride atomizers for ultra trace element determination by chemical vapor generation atomic fluorescence spectrometry. *Spectrochimica Acta Part B*. 64, 48-55.
- [8] Fu, Q., Yang, L., Wang, Q. (2007) On-line preconcentration with a novel alkyl phosphinic acid extraction resin coupled with inductively coupled plasma mass spectrometry for determination of trace rare earth elements in seawater. *Talanta*. 72, 1248-1254.
- [9] Willie, S.N., Sturgeon, R.E. (2001) Determination of transition and rare earth elements in seawater by flow injection inductively coupled plasma time-of-flight mass spectrometry. *Spectrochimica Acta Part B*. 56, 1707-1716.
- [10] Emanuele Magi, F.A., Grotti, M. (in press) Determination of ultratrace levels of dissolved metals in seawater by reaction cell inductively coupled plasma mass spectrometry after ammonia induced magnesium hydroxide coprecipitation. *Analytica Chimica Acta*. Available online 9 August 2011.

- [11] Otero-Romanía, J., Moreda-Piñeroa, A., Bermejo-Barreraa, P., Martín-Estebanb, A. (2009) Inductively coupled plasma–optical emission spectrometry/mass spectrometry for the determination of Cu, Ni, Pb and Zn in seawater after ionic imprinted polymer based solid phase extraction. *Talanta*, 79, 723-729.
- [12] Yong-Liang, Y., Zhuo, D., Jian-Hua, W. (2007) Determination of copper in seawater using a sequential injection system incorporating a sample pretreatment module coupled to electrothermal atomic absorption spectrometry. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*. 35(3), 431–434.
- [13] Akman, S., Tokman, N. (2003) Determination of lead and nickel in Apple-Leaves and seawater by electrothermal atomic absorption spectrometry after solid-phase extraction using Chromosorb-107 filled in a syringe. *Talanta*. 60, 199-204.
- [14] Cabon, J.Y., Giamarchi, P., Bihan, A.L. (2010) Determination of iron in seawater by electrothermal atomic absorption spectrometry and atomic fluorescence spectrometry: A comparative study. *Analytica Chimica Acta* 664, 114–120.
- [15] Céspedes, F., Martínez-Fàbregas, E., Alegret, S. (1996) New materials for electrochemical sensing I. Rigid conducting composites. *Trends in Analytical Chemistry*. 15, 296-304.
- [16] Wang, J., Lu J., Hocevar, S.B., Farias, P.A.M. (2000) Bismuth-coated carbon electrodes for anodic stripping voltammetry. *Analytical Chemistry*. 72, 3218-3222
- [17] Hocevar, S.B., Svancara, I., Vytras, K., Ogorevc, B., (2005) Novel electrode for electrochemical stripping analysis based on carbon paste modified with bismuth powder. *Electrochimica Acta*. 51, 706-710.
- [18] Svobodova-Tesarovaa, E., Baldrianovaa, L., Stocesa, M., Svancaraa, I., Vytrasa, K., Hocevarb, S.B., Ogorevc, B. (2011) Antimony powder-modified carbon paste electrodes for electrochemical stripping determination of trace heavy metals. 56, 6673-6677.
- [19] Kefala, G., Economou, A., Voulgaropoulos, A., Sofoiou, M. (2003) A study of bismuth-film electrodes for the detection of trace metals by anodic stripping voltammetry and their application to the determination of Pb and Zn in tap water and human hair. 61, 603-610.
- [20] Lee, G., Kim, C.K., Lee, K.M. (2010) Effect of phase stability degradation of bismuth on sensor characteristic of nano-bismuth fixed electrode, *Talanta*. 83, 682-685.
- [21] Hofmann, P.H., Wells, J.W. (2009) Surface sensitive conductance measurements. *Journal Physics Condensed Matter*, 21, 1-22.

- [22] Howell, K.A., Achterberg, E.P., Braungardt, C.B., Tappin, A.D., Worsfold, P.J., Turner, D.R. (2003) Voltametric *in situ* measurements of trace metals in coastal waters. *Trends in Analytical Chemistry*. 22, 828-835.
- [23] Achterberg, E.P., Braungardt, C. (1999) Stripping voltammetry for the determination of trace metal speciation and in-situ measurements of trace metal distributions in marine waters. *Analytica Chimica Acta*. 400, 381-397.
- [24] Hocever, S.B., Svanava, I., Vytras, K., Ogoreva, B. (2005) Novel electrode for electrochemical stripping analysis based on carbon. *Electrochimica Acta*. 51, 706-710.
- [25] Lee, G.J., Lee, H.M., Rhee, C.K. (2007) Bismuth nano-powder electrode for trace analysis of heavy metals using anodic stripping voltammetry. *Electrochemistry Communication*. 9, 2514-2518.
- [26] Lee, G.J., Kim, C.K., Rhee, C.K. (2010) Simultaneous voltammetric determination of Zn, Cd and Pb at bismuth nanopowder electrodes with various particle size distribution. *Electroanalysis*, 22(5), 530-535.
- [27] Lee, G.J., Kim, C.K., Lee, M.L., Rhee, C.K. (2010) A study on optimization of nano-sized bismuth binding technology using a nafion solution. *Journal Korean Physical Society*, 57(6), 1667-1671.
- [28] Wang, W.Z., Poudel, B., Ma, Y., Ren, Z.F. (2006) Shape control of single crystalline bismuth nanostructure. *Journal of Physics Chemistry B*, 110, 25702-25710.
- [29] Wang, Y.K., Hong, B.H., Kim, K.S. (2005) Size control of semimetal bismuth nanoparticles and the uv-visible and IR adsorption. 109, 7067-7072.
- [30] Wang, J., Larson, D., Foster, N., Armalis, S., Lu, J., Rongrong, X., Olsen, K., Zirino, A. (1995) Remote electrochemical sensor for trace metal contaminants. *Analytical Chemistry*. 67, 1481-1485.
- [31] Wang, J., Foster, N., Armalis, S., Larson, D., Zirino, A., Olsen, K. (1995) Remote stripping electrode for in situ monitoring of labile copper in the marine environment. *Analytica Chimica Acta*. 310, 223-231.
- [32] Achterberg, E.P., Van den Berg, C.M.G. (1996) Automated monitoring of Ni, Cu and Zn in the Irish sea. *Marine Pollution Bulletin*. 32, 471-479.
- [33] Wang, Y.W., Hong, B.H., Kim, K.S. (2005) Size control of semimetal bismuth nanoparticles and the UV-Visible and IR absorption spectra. *Journal of Physical Chemistry B*. 109, 7067-7072.

ภาคผนวก

# ภาคผนวก ก



**PERCH-CIC  
PERDO**

**การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งเพื่อใช้เป็นขั้วไฟฟ้าในการวิเคราะห์โลหะหนัก**

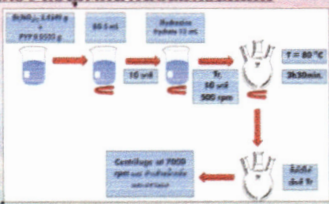
จุฬารามาศ บุญตั้งแต่ง<sup>1,2</sup> การะเกด เทศศรี<sup>1,2</sup> และ ศศิธร มั่นเจริญ<sup>1,2</sup>  
<sup>1</sup>ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา อ.เมือง จ.ชลบุรี 20131  
<sup>2</sup>ศูนย์ความเป็นเลิศด้านนวัตกรรมทางเคมี (PERCH-CIC) ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

**บทคัดย่อ**

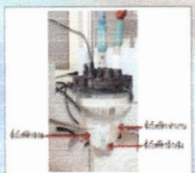
งานวิจัยได้พัฒนาขั้วไฟฟ้าโดยเคลือบขั้วไฟฟ้าของอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนัก (สังกะสี แคดเมียม และ ตะกั่ว) โดยใช้เทคนิคสแตริ่ง-เวฟแอนอดิกสตรIPPING (Square-wave Anodic stripping Voltammetry) ซึ่งถูกแยกเป็นสแตริ่ง-เวฟแอนอดิกสตรIPPING (SWASV) และสแควร์-เวฟแอนอดิกสตรIPPING (SW-SWASV) ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้โดยมีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ต่ำกว่า 150 – 200 นาโนโมลาร์ และใช้สัปดาห์ในการสังเคราะห์ขั้วไฟฟ้าเพียง 3 ชั่วโมง การทดลองแสดงให้เห็นว่าขั้วไฟฟ้าที่เคลือบด้วยอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งมีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์โลหะหนักได้ดีกว่าขั้วไฟฟ้าที่เคลือบด้วยอนุภาคนาโนบิสมัทชนิดกลม (SWASV) และใช้สัปดาห์ในการสังเคราะห์ขั้วไฟฟ้าเพียง 3 ชั่วโมง โดยสามารถวิเคราะห์ได้โดยมีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ต่ำกว่า 150 – 200 นาโนโมลาร์ และใช้สัปดาห์ในการสังเคราะห์ขั้วไฟฟ้าเพียง 3 ชั่วโมง

**วิธีการทดลอง**

**การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่ง**




**รูปที่ 1** ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่ง



**รูปที่ 2** การติดตั้งอุปกรณ์ และขั้วไฟฟ้าในการวิเคราะห์โลหะหนัก

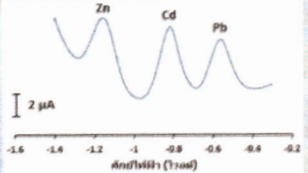
**ผลการทดลอง**



**รูปที่ 3** อนุภาคนาโนบิสมัทที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะที่เหมาะสม : ก) กล้อง SEM และ ข) กล้อง TEM

**ตารางที่ 1** สภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์โลหะหนัก

ปัจจัยศึกษา	สภาวะที่เลือก
ความเข้มข้นของอนุภาคนาโนบิสมัท	0.02 (g/L)
ชนิดของหัวขั้วโลหะ	แท่งทอง
ความเข้มข้นของแอมพิรอน	0.20 % (v/v)
ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการกระตุ้น	-1.4 V
เวลาในการกระตุ้น	120 s



**รูปที่ 4** สัญญาณของโลหะผสม สังกะสี แคดเมียม และตะกั่ว

**สรุปผลการทดลอง**

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่งเพื่อใช้เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานในการวิเคราะห์โลหะหนัก 3 ชนิด ได้แก่ ตะกั่ว สังกะสี และแคดเมียม ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าอนุภาคนาโนบิสมัทที่สังเคราะห์ได้นั้นมีรูปร่างเป็นแท่ง และมีขนาดตามยาวเฉลี่ย 150-300 นาโนเมตร และในการวิเคราะห์โลหะหนักทั้ง 3 ชนิด พบว่า การทดลองนี้มีแนวโน้มที่จะพัฒนาขั้วไฟฟ้าในบิสมัทเพื่อใช้เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานในการวิเคราะห์โลหะหนักทั้ง 3 ชนิด ซึ่งแสดงให้เห็นว่าขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนบิสมัทที่พัฒนาขึ้นนี้สามารถนำไปวิเคราะห์กับตัวอย่างจริงได้ซึ่งต้องการทดลองต่อไป

**คำสำคัญ** : อนุภาคนาโนบิสมัทชนิดแท่ง, ขั้วไฟฟ้า, การวิเคราะห์โลหะหนัก, สแควร์-เวฟแอนอดิกสตรIPPING (SW-SWASV), สแตริ่ง-เวฟแอนอดิกสตรIPPING (SWASV)

**References** : 1) M. D. Zhou, L. Lu, Y. Q. An, H. S. Chen, Y. C. Hu, X. and L. L. "Oxide-coated tin-doped synthesis of tin-coated nanowires with varied shapes in aqueous solution and their electrochemical characterization", *Colloids and Surfaces A: Applied Clay Science* 235 (2009) 1195-1210.

รูปที่ ก-1 โปสเตอร์นำเสนอผลงานวิจัยในการประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 6 เมื่อวันที่ 20-21 มีนาคม 2557 ณ มหาวิทยาลัยบูรพา

## ภาคผนวก ข



**มหาวิทยาลัยบูรพา**

ขอแสดงความยินดีสำหรับรองว่าผลงานวิจัย

เรื่อง การสังเคราะห์อนุภาคนาโนบิสฟีนอลชนิดแห้งเพื่อใช้ในการชีวไฟฟ้าในการวิเคราะห์โลหะหนัก

จากนางศุ บุญตั้งแต่ง

ได้ผ่านการพิจารณาจากคณะกรรมการผู้ทรงคุณวุฒิ ให้ได้รับรางวัลรองชนะเลิศอันดับ ๑

การนำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ กลุ่มสาขาเคมี

ในการประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ ๖

ระหว่างวันที่ ๒๐ - ๒๑ มีนาคม พ.ศ. ๒๕๕๗

*อุบลรัตน์*

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อุษาวดี ต้นด้วงราษฎร์เกษ)

คณบดีคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

รูปที่ ข-1 เกียรติบัตรรางวัลรองชนะเลิศอันดับ 1 การนำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ กลุ่มสาขาเคมี ในการประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 6 เมื่อวันที่ 20-21 มีนาคม 2557 ณ มหาวิทยาลัยบูรพา