



## รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ: การสร้างขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์สำหรับตรวจวัดโลหะอันตรายเพื่อติดตามคุณภาพน้ำทะเลบริเวณชายหาดบางแสน  
Frabrication of polymer coated magnetic nanoparticles modified carbon paste electrode for determination of hazardous metals to monitor the quality of seawater nearby Bangsaen beach

ศศิธร มั่นเจริญ

หัวหน้าโครงการฯ

ธนิดา ตระกูลสุจริตโชค

ผู้ร่วมวิจัย

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้  
(เงินอุดหนุนรัฐบาล) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561  
มหาวิทยาลัยบูรพา

## รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ: การสร้างขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์สำหรับตรวจวัดโลหะอันตรายเพื่อติดตามคุณภาพน้ำทะเลบริเวณชายหาดบางแสน  
Frabrication of polymer coated magnetic nanoparticles modified carbon paste electrode for determination of hazardous metals to monitor the quality of seawater nearby Bangsaen beach

หัวหน้าโครงการฯ: ผศ.ดร.ศศิธร มั่นเจริญ  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย  
บูรพา

ผู้ร่วมโครงการฯ: ผศ.ดร.ธนิดา ตระกูลสุจริตโชค  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย  
บูรพา

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนรัฐบาล) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ เลขที่สัญญา 233/2561

## บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาและวิจัยต่อยอดจากโครงการวิจัยฯ ก่อนหน้า (สัญญาเลขที่ 73/2558 และ 60/2559) โดยการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซานมาสร้างเป็นขั้วไฟฟ้าเพื่อวิเคราะห์โครเมียม(VI) ถูกใช้เป็นตัวแทนของโลหะอันตราย ซึ่งในโครงการวิจัยฯ นี้ได้ทำการศึกษาสถานะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่พัฒนาขึ้น โดยปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ ชนิดของวัสดุรองรับ ขนาดของวัสดุรองรับ ชนิดของสารเชื่อมขวาง ปริมาตรของสารเชื่อมขวาง และน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน เป็นต้น นอกจากนี้ยังได้ศึกษาการศึกษาความสามารถในการนำไฟฟ้าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น โดยใช้เทคนิคอิเล็กโทรเคมีคอล-อิมพีแดนซ์ สเปกโทรสโคปี (EIS) อีกทั้งยังได้ศึกษาพฤติกรรม (behavior) ระหว่างขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น และโครเมียม(VI) จากผลการศึกษา พบว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นได้แสดงพฤติกรรมการดูดซับโครเมียม (VI) ขึ้นที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า และสำหรับผลการศึกษาคุณลักษณะในการวิเคราะห์ พบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ มีอยู่ 2 ช่วง คือ 0.01-0.3  $\mu\text{g/L}$  และ 0.5-30  $\mu\text{g/L}$  โดยมีสมการเส้นตรงคือ  $y = 52.775x + 1.637$  ( $r^2 = 0.997$ ) และ  $y = 4.084x + 23.027$  ( $r^2 = 0.997$ ) ตามลำดับ อีกทั้งมีค่าขีดจำกัดต่ำสุด (LOD) เท่ากับ 0.0061  $\mu\text{g/L}$  และ 0.0784  $\mu\text{g/L}$  ตามลำดับ และเมื่อนำขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์ใช้สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ในตัวอย่างน้ำทะเลเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน (ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี) พบว่าผลการวิเคราะห์จากทั้งสองวิธีไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ( $t_{\text{cal}}$  เท่ากับ 0.97 และ  $t_{\text{crit}}$  เท่ากับ 3.18) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่พัฒนาขึ้นมีศักยภาพในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างจริงได้

## Abstract

In this work, the chitosan coated magnetic nano-particles from the previous works (grant no. 73/2558 and 60/2559) was developed to prepare the electrode for determination of Cr(VI). The optimum conditions such as types of supporting materials, sizes of supporting material, types of cross-linking reagents and weight of the chitosan coated magnetic nano-particles were investigated. In addition, the conductivity of the proposed electrode using EIS including the behavior between the electrode and Cr(VI) were also studied. The results showed that surface of the proposed electrode and Cr(VI) as the analyte gave the adsorptive behavior. Moreover, the two linearity ranges were observed within 0.01-0.3  $\mu\text{g/L}$  and 0.5-30  $\mu\text{g/L}$ . These equations were  $y = 52.775x + 1.637$  ( $r^2 = 0.997$ ) and  $y = 4.084x + 23.027$  ( $r^2 = 0.997$ ) with LODs of 0.0061  $\mu\text{g/L}$  and 0.0784  $\mu\text{g/L}$ , respectively. Furthermore, the proposed method was applied for Cr(VI) analysis in sea waters. The determined results were validated against the standard method as UV-Vis spectroscopic method. It was observed that the paired  $t$ -test results were not significantly different at 95% confidence 95 ( $t_{\text{cal}} = 0.97$  and  $t_{\text{crit}} = 3.18$ ). Consequently, the electrode prepared from the chitosan coated magnetic nano-particles has potentially utilized to determine the Cr(VI) in the real samples.

## สารบัญ

	หน้า
บทที่ 1	
- ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
- วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
- ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
- ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการวิจัย	3
บทที่ 2	
- การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยพอลิเมอร์	5
- การสร้างขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยพอลิเมอร์	7
- ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง	8
บทที่ 3	
- เครื่องมือ และสารเคมี	16
- การเตรียมสารเคมี	18
- วิธีการทดลอง	21
บทที่ 4	
- ผลการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน	29
- ผลการสร้างขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซานสำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI)	30
- ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสร้างขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น	33
- ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์และการนำไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น	38
- ผลการศึกษาพีเอชของสารละลายและพฤติกรรมของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นสำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI)	39
- ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรีในการวิเคราะห์โครเมียม(VI)	41
- คุณลักษณะในการวิเคราะห์	47
- การวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างจริง	52
บทที่ 5	
- สรุปผลการทดลอง	54
บรรณานุกรม	58
ภาคผนวก	66

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	เครื่องมือ อุปกรณ์ และบริษัทผู้ผลิต	16
3.2	สารเคมีและบริษัทผู้ผลิต	17
3.3	ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อลิตร เพื่อใช้สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานโครเมียม(VI)	20
3.4	ปริมาตร และความเข้มข้นของสารบกววนที่ใช้ในการศึกษาผลของสารบกววน	27
4.1	สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลื่อนโคโตซานบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน	29
4.2	ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี	29
4.3	ความสูงพีคที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยข้อไฟฟ้าอนุภาคนาแมกนีไทด์ที่ปริมาตรสารเชื่อมต่าง ๆ	36
4.4	คุณลักษณะของการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี โดยใช้ข้อไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น	50
4.5	ร้อยละการได้กลับคืนของตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้น	51
4.6	ร้อยละความคลาดเคลื่อน (%) ของสัญญาณการเปลี่ยนแปลงของโครเมียม(VI) ที่มีสารบกววนต่าง ๆ ความเข้มข้นโครเมียม(VI) 0.5 ไมโครกรัมต่อลิตร	52
4.7	การวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม(VI) ในตัวอย่างจริง ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน	53
5.1	สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลื่อนอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยโคโตซาน	54
5.2	สภาวะที่เหมาะสมสำหรับเตรียมข้อไฟฟ้า	55
5.3	สภาวะที่เหมาะสมสำหรับเตรียมข้อไฟฟ้าสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี	55
5.4	คุณลักษณะของการวิเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยข้อไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น โดยใช้เทคนิคเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี	56

## สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	แผนผังสรุปขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม	5
2.2	บน: (ก) ภาพถ่ายอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้ และ (ข) อนุภาคแม่เหล็กนาโนภายใต้สนามแม่เหล็กล่าง: ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย 175000x	6
2.3	โครงสร้างของโคโตซาน	7
2.4	โครงสร้างอะกาโรสพอลิเมอร์	7
2.5	ปฏิกิริยาการดูดซับโครเมียมด้วยการใช้วิธีเซอร์โคเมียม-โคโตซานคอมโพสิต	8
2.6	FTIR สเปกตรัมสำหรับโคโตซาน (CH), โคโตซานกับกรดไดเอทิลลิโนไตรแอมมีนเพนตะอะซิติก (CD) และ โคโตซานกับกรดไดเอทิลลิโนไตรแอมมีนเพนตะอะซิติกที่ดูดซับโครเมียม ( $Cr^{6+}$ loaded CD)	9
2.7	โวลแทมโมแกรมสำหรับการวิเคราะห์ซาลิไซลิก (SA) โดยขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน (bare GCE), ขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอนเคลือบด้วยโคโตซาน (CS-GCE) และขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอนเคลือบด้วยโคโตซานปรับปรุงด้วย $Au@Fe_3O_4$ ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โวลแทมเมทรี (DPV)	11
2.8	ภาพจำลองการสร้างขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส/ $Fe_3O_4@$ โอเลอิกที่ปรับปรุงด้วย TET aptamer	12
2.9	ไซคลิกโวลแทมโมแกรมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (a) และสารวาฟฟารินเข้มข้น 1.0 $\mu M$ ด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส (c) และคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วย $Fe_3O_4$ (b)	12
2.10	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคแม่เหล็กในคาร์บอนเพส (A) และคาร์บอนเพส (B)	13
2.11	ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมโมแกรมสำหรับการวิเคราะห์กรดแอสคอบิก และกรดโพลีแลคติกความเข้มข้นต่างๆ กันโดยใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน	14
3.1	การเตรียมขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน	22
4.1	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า ในการตรวจวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร จากขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ออยล์ที่จำหน่ายทั่วไป (CPO) (สีน้ำเงิน) ขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ผสมกับน้ำมันพาราฟิน (GP+PO) (สีเหลือง) และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนนาโนทิวบ์ผสมกับน้ำมันพาราฟิน (CNT+PO)(สีแดง)	31



## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.2	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม (VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน (chitosan@Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> modified carbon paste electrode) (สีน้ำเงิน) ขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> modified carbon paste electrode) (สีแดง) และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ (แกรไฟต์ผสมน้ำมันพาราฟิน) (GP) (สีเหลือง) โดยทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี	32
4.3	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร (สีส้ม) และสัญญาณ background (0 ไมโครกรัมต่อลิตร) (สีน้ำเงิน) ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน (chitosan@Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> modified carbon paste electrode) (สีน้ำเงิน) โดยทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี	32
4.4	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และขนาดของแกรไฟต์ สำหรับการตรวจวัด โครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี	34
4.5	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า ของสารเชื่อมทั้ง 2 ชนิด น้ำมันพาราฟิน (Paraffin oil) (สีเหลือง) และแนฟิออน (Nafion) (สีน้ำเงิน) โดยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี	35
4.6	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างสภาพโวลในการวิเคราะห์ และน้ำหนัก่อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 10 - 300 ไมโครกรัมต่อลิตร	37
4.7	ตัวอย่างสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ที่ความเข้มข้น 10-300 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานที่พัฒนาขึ้นที่น้ำหนัก ร้อยละ 10	37
4.8	ผลการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดร่วมกับการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (ก) แกรไฟต์ และ (ข) แกรไฟต์ผสมกับอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน	38
4.9	(ก) Nyquist diagram และ (ข) วงจรจำลองจากผลการทดลองของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน	39
4.10	สปีซีส์ของโครเมียม(VI) ที่พีเอชต่าง ๆ [63]	40

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูป		หน้า
4.11	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า ของสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 30 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่พีเอชต่าง ๆ ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี	40
4.12	(ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และอัตราการสแกน (ข) กระแสไฟฟ้า และ(อัตราการสแกน) <sup>1/2</sup> (ค) ลอการิทึมของกระแสไฟฟ้า และลอการิทึมของอัตราการสแกน สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี	41
4.13	รูปแบบคลื่น (wave form) ของเทคนิคสแควร์เวฟ-แคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี (Lattach, 2011)	42
4.14	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน	43
4.15	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และศักย์ไฟฟ้า ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน	43
4.16	(ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และความถี่ ที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน และ (ข) ตัวอย่างการวิเคราะห์ความสมมาตรของพีคที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ที่ความถี่ 30 เฮิร์ตซ์ (ซ้าย) และ 15 เฮิร์ตซ์ (ขวา)	45
4.17	(ก) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และแอมพลิจูด (ข) ) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า แลศักย์ไฟฟ้า ที่แอมพลิจูด 65 มิลลิโวลต์ (ซ้าย) และ10 มิลลิโวลต์ (ขวา)	46
4.18	(ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และสเตปโพลเทนเชียล (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และสเตปโพลเทนเชียล สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี	47
4.19	(ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และความเข้มข้นโครเมียม(VI) ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานที่พัฒนาขึ้น และตัวอย่างสัญญาณที่วิเคราะห์ได้ (ภาพแทรก) (ข) กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI)	48
4.20	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และจำนวนครั้งในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) สำหรับการศึกษาค่าความเสถียรของขั้วไฟฟ้า	49
4.21	ตัวอย่างภาพถ่ายการเข้าร่วมงานประชุมวิชาการต่างๆ เพื่อเผยแพร่ และถ่ายทอดองค์ความรู้ที่ได้จากโครงการวิจัยฯ นี้ให้แก่ผู้ที่สนใจ	53

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

น้ำทะเลจัดเป็นแหล่งน้ำธรรมชาติบนผิวโลกชนิดหนึ่ง [1] ซึ่งสามารถแบ่งมาตรฐานคุณภาพของน้ำทะเลแต่ละประเภทได้หลายชนิดตามปัจจัยต่างๆ โดยปัจจัยทางเคมีเป็นปัจจัยหนึ่งที่ใช้เป็นเกณฑ์กำหนดคุณภาพของน้ำทะเล [2] ซึ่งปัจจัยทางเคมีที่ใช้ ได้แก่ ความเค็ม, ความเป็นกรด-เบส, ปริมาณสารเคมีต่างๆ เช่น ปิโตรเลียมไฮโดรคาร์บอน, ไนเตรท, ฟอสเฟต, ยาฆ่าแมลงและยาปราบศัตรูพืช รวมทั้งโลหะหนักต่างๆ เช่น ปรอท, แคดเมียม, ตะกั่ว, ทองแดง, แมงกานีสและสังกะสี เป็นต้น ด้วยเหตุนี้โลหะหนัก หรือโลหะอันตรายเหล่านี้จึงถูกจัดเป็นมลพิษชนิดหนึ่ง ซึ่งหากพบในปริมาณที่เกินกว่ามาตรฐานกำหนด [2] ก็สามารถก่อให้เกิดปัญหาต่อมนุษย์และสิ่งมีชีวิต รวมทั้งระบบนิเวศอื่นๆ ได้อย่างมากมาย [3] ดังนั้นการติดตามปริมาณของโลหะหนักเหล่านี้จึงสามารถใช้เป็นดัชนีชี้วัดคุณภาพของแหล่งน้ำทะเลได้อีกด้วย

โดยทั่วไปเทคนิคที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนักในน้ำทะเลนั้นมีหลายชนิด เช่น 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] อย่างไรก็ตามแม้ว่าเทคนิคที่กล่าวแล้วข้างต้นจะเป็นเทคนิคที่ให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แม่นยำ แต่พบว่าเป็นเทคนิคที่เครื่องมือมีราคาแพง ในบางกรณีมีขั้นตอนในการวิเคราะห์ที่ยุ่งยาก ตัวอย่างเช่น ต้องมีขั้นตอนของการแยกสาร (separation) และการเพิ่มความเข้มข้น (pre-concentration) ดังนั้นจึงใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน และจำเป็นที่ผู้ทำการทดลองต้องมีความเชี่ยวชาญพิเศษ ด้วยเหตุผลดังกล่าวจึงทำให้เทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า (electrochemistry) จึงได้รับความนิยมเพิ่มมากขึ้นในการวิเคราะห์โลหะหนัก โดยเฉพาะในตัวอย่างน้ำทะเล [15-18] ทั้งนี้เพราะเป็นเทคนิคที่ให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แม่นยำ เครื่องมือราคาถูก ใช้งานได้ง่าย และมีศักยภาพในการพัฒนาให้มีขนาดเล็กได้ (miniaturization) นอกจากนี้ยังพบว่าโลหะสามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิซันหรือรีดักชันได้ดี และปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นที่บริเวณผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า (electrode surface) ได้ จึงทำให้งานวิจัยส่วนใหญ่จึงพยายามพัฒนาขั้วไฟฟ้าให้มีพื้นที่ผิวที่ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาซึ่งจะส่งผลให้ขั้วไฟฟ้าที่มีการตอบสนองสูง [19]

ปัจจุบันแนวโน้มการนำวัสดุนาโนมาปรับปรุงขั้วไฟฟ้าได้รับความนิยมเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากคุณสมบัติเฉพาะตัวของวัสดุนาโนเหล่านี้ เช่น พื้นที่ผิวที่มาก, มี active site จำนวนมาก, การนำไฟฟ้าที่ดี หรือมีความเสถียรต่อสารเคมี เป็นต้น และหนึ่งในวัสดุนาโนที่นิยมนำมาปรับปรุงขั้วไฟฟ้านั้นคืออนุภาคแม่เหล็กนาโน โดยเฉพาะการนำมาประยุกต์ใช้เพื่อการวิเคราะห์โลหะชนิดต่างๆ เพราะคุณสมบัติในการดูดซับโลหะต่างๆ ได้เป็นอย่างดี อย่างไรก็ตามพบว่าสภาพผิวในการวิเคราะห์สำหรับขั้วไฟฟ้าที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนนั้นไม่ดีพอ ดังนั้นนักวิทยาศาสตร์จึงได้มีการพัฒนาขั้วไฟฟ้าโดยการ

เปลี่ยนแปลงสภาพผิวของอนุภาคแม่เหล็กนาโนให้มีสภาพไวและความจำเพาะเจาะจงในการวิเคราะห์เพิ่มขึ้น [20-24]

จากเหตุผลข้างต้น ทางคณะผู้วิจัยมีความสนใจที่จะพัฒนาการวิเคราะห์ที่อาศัยหลักการทางเคมีไฟฟ้า ด้วยการปรับปรุงขั้วไฟฟ้าโดยการเติมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์เพื่อเพิ่มอัตราส่วนของพื้นที่ผิวต่อปริมาตร (surface to volume ratio) มีผลทำให้มีสภาพไวในการวิเคราะห์เพิ่มขึ้น โดยโครงการวิจัยนี้ต้องการที่จะสร้างขั้วไฟฟ้าที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยพอลิเมอร์ให้มีขั้นตอนในการเตรียมง่าย, มีรูปร่างและขนาดที่สม่ำเสมอ, มีสภาพไวในการวิเคราะห์ และความเสถียรสูงพอที่จะทำการวิเคราะห์โลหะอันตรายปริมาณน้อย (trace metals) ได้ เพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนัก เช่น แคดเมียม ( $Cd^{2+}$ ) และตะกั่ว ( $Pb^{2+}$ ) ในตัวอย่างน้ำทะเลได้ นอกจากนี้หากมีการพัฒนาต่อยอดจากโครงการวิจัยนี้ โดยการนำขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมาทำเป็นเซ็นเซอร์ (sensor) ในการวิเคราะห์โลหะหนักในตัวอย่างน้ำทะเล เพื่อเฝ้าติดตามคุณภาพน้ำทะเลบริเวณชายหาดบางแสน สำหรับเป็นแนวทางในการป้องกัน และแก้ไขปัญหาความเสื่อมโทรมของน้ำทะเลบริเวณชายหาดบางแสน ซึ่งเป็นแหล่งทรัพยากรทางธรรมชาติที่สำคัญ โดยเฉพาะสำหรับคนชลบุรีเท่านั้น แต่สำคัญสำหรับคนไทยทุกคนอีกด้วย

## 1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตการวิจัย

1.2.1 เพื่อสร้างขั้วไฟฟ้าที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ที่มีความเสถียรและมีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์โลหะหนักปริมาณน้อยในน้ำทะเลได้

## 1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

ขอบเขตของโครงการวิจัยนี้ แบ่งออกเป็น 3 ส่วน ได้แก่ ส่วนที่ 1: การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ ส่วนที่ 2: การออกแบบและสร้างขั้วไฟฟ้า และส่วนที่ 3: การเผยแพร่องค์ความรู้การสร้างขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นในวงกว้าง รวมทั้งถ่ายทอดแนวทางการประยุกต์ใช้ขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นสำหรับการวิเคราะห์โลหะอันตรายในน้ำทะเลสู่กลุ่มเป้าหมาย

ส่วนที่ 1: การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์

1.3.1 เตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโน ( $Fe_3O_4$ ) ที่มีรูปร่างและขนาดใกล้เคียงกัน (ประมาณ < 20 นาโนเมตร)

1.3.2 เตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ เช่น ไคโตซาน และอะกาโรส เป็นต้น

ในส่วนที่ 1 เป็นการนำสถานะที่ได้ศึกษาแล้วจากโครงการวิจัยที่ผ่านมา (โครงการเรื่อง: การกำจัดโลหะอันตรายในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน ( $Fe_3O_4$ ) เคลือบด้วยพอลิเมอร์ (ปีงบประมาณ 2558))

1.3.3 การวิเคราะห์คุณลักษณะและโครงสร้างทางพื้นผิวของอนุภาคแม่เหล็กนาโน และอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ให้ได้ลักษณะตามต้องการก่อนนำไปสร้างเป็นขั้วไฟฟ้า (ส่วนที่ 2)

## ส่วนที่ 2: การออกแบบและสร้างขั้วไฟฟ้า

1.3.4 ออกแบบและสร้างแบบขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์ (ขั้วไฟฟ้าทำงาน)

1.3.5 ศึกษาและเปรียบเทียบผลของการวิเคราะห์ระหว่างขั้วไฟฟ้าที่ปรับปรุง และไม่ได้ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพในการวิเคราะห์แคดเมียม และตะกั่ว

1.3.6 ศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์แคดเมียม และตะกั่วด้วยขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น

1.3.7 ศึกษาและเปรียบเทียบผลของการวิเคราะห์วิเคราะห์แคดเมียม และตะกั่วระหว่างการวิเคราะห์ด้วยขั้วไฟฟ้าที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์ และเทคนิคมาตรฐานหรือวิธีการที่เป็นที่ยอมรับ

1.3.8 ประยุกต์ใช้ขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นในการติดตามปริมาณแคดเมียม และตะกั่ว เพื่อเป็นแนวทางในการป้องกันปัญหามลพิษทางน้ำทะเล

## ส่วนที่ 3: การเผยแพร่องค์ความรู้การสร้างขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นในวงกว้าง

1.3.9 นำเสนอผลงานในงานประชุมทางวิชาการต่างๆ

1.3.10 เตรียมร่างบทความสำหรับการตีพิมพ์ผลงานวิจัยเพื่อเผยแพร่ความรู้ไปในวงกว้าง

## 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการวิจัย

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	ดัชนีชี้วัดความสำเร็จ
<ul style="list-style-type: none"><li>● ได้สถานะที่เหมาะสมในการสร้างขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>● ผลการศึกษาและรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>● ได้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบพอลิเมอร์ ที่มีรูปร่างและมีขนาดสม่ำเสมอ และมีสภาพไวสูงสำหรับการวิเคราะห์โลหะหนักอันตรายในตัวอย่างน้ำทะเล</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>● ผลการศึกษาและรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์</li><li>● ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>● มีผลงานวิจัยตีพิมพ์</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>● บทความวิจัยได้รับการตอบรับให้ตีพิมพ์ลงในวารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ในชื่อเรื่อง “อนุภาคนาโนแมกนีไทต์เคลือบด้วยอะกาโรส: การเตรียมและการประยุกต์ใช้สำหรับการดูดซับโคบอลต์ (II)”</li><li>● อยู่ในขั้นตอนการร่างต้นฉบับบทความวิจัยเพื่อตีพิมพ์ลงในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ</li></ul>

- 
- การผลิต นวัตกรรม
  - ผลิตินวัตกรรมในระดับปริญญาตรี จำนวน 3 คน  
คือ - นางสาวอุไรรัชช์ ลปโรสง  
- นางสาวเพชรดา สัญชยานุกุล  
- นางสาวสุตารัตน์ พรเพชรไพบุลย์
  - ผลิตินวัตกรรมในระดับปริญญาโท จำนวน 1 คน  
คือ นางสาวเพชรดา สัญชยานุกุล
- 
- การนำเสนอผลงานวิจัย
  - นำเสนอผลงานในการประชุมวิชาการนานาชาติ  
- 14<sup>th</sup> International Conference on Flow Analysis (Flow Analysis XIV)  
- BUU International conference 2016
-

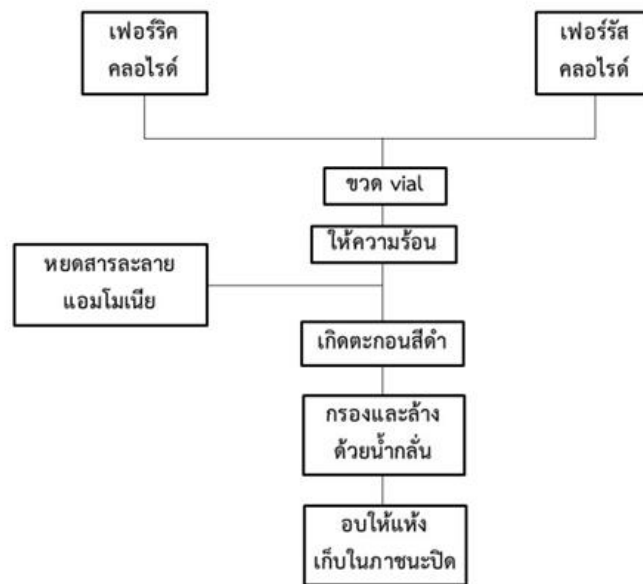
## บทที่ 2

# ทฤษฎี กรอบแนวความคิด และวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 ทฤษฎี และกรอบแนวความคิด

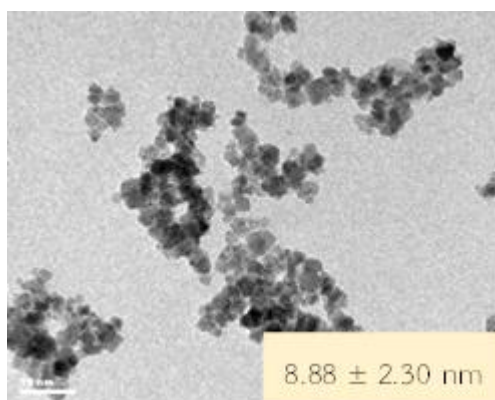
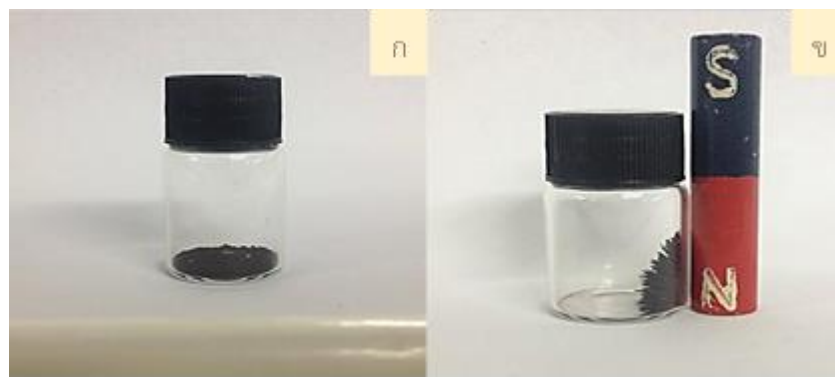
#### 2.1.1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์

ปัจจุบันการประยุกต์ใช้ออนุภาคแม่เหล็กนาโน ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) มีความนิยมเพิ่มมากขึ้น และพบว่ามีหลากหลายวิธีที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน อย่างไรก็ตามจากเอกสารรายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้อง [25-28] และผลการศึกษาจากโครงการวิจัยที่ผ่านมา [29] พบว่าวิธีที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว และใช้อุปกรณ์ที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อนสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน ได้แก่ วิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ซึ่งขนาดของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ได้มีขนาดเท่ากับ  $8.9 \pm 2.3$  นาโนเมตร และเป็นขนาดตามต้องการสำหรับการประยุกต์ใช้ในการสร้างเป็นขั้วไฟฟ้าทำงานสำหรับการวิเคราะห์โลหะอันตราย สำหรับขั้นตอนในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน แสดงดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แผนผังสรุปขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม

จากรูปที่ 2.2 แสดงภาพถ่ายอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม [29] และภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (SEM) เพื่อศึกษาขนาดของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งมีขนาดเล็กตามความต้องการที่จะนำมาประยุกต์ใช้ในการปรับปรุงขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส (ขั้วไฟฟ้าทำงาน)



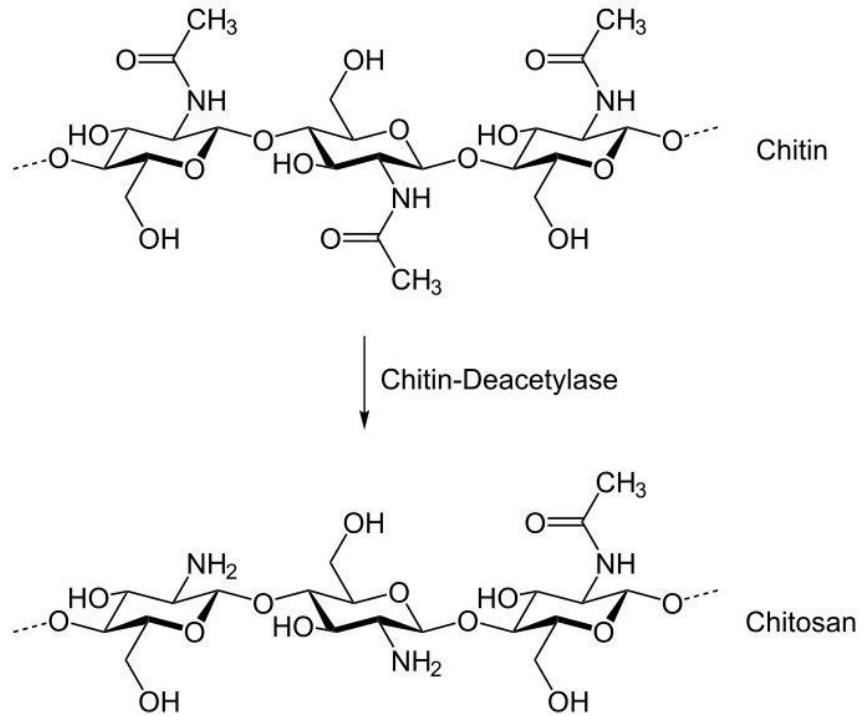
รูปที่ 2.2 บน: (ก) ภาพถ่ายอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้ และ (ข) อนุภาคแม่เหล็กนาโนภายใต้สนามแม่เหล็ก

ล่าง: ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย 175000x [29]

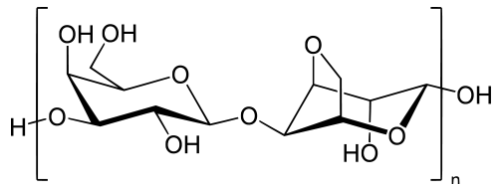
สำหรับพอลิเมอร์ที่จะนำมาใช้เคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้นั้น สำหรับโครงการวิจัยนี้ จะเลือกใช้ไคโตซาน และอะกาโรส เป็นต้นแบบของพอลิเมอร์ที่ใช้เคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโน ทั้งนี้เพราะโครงสร้างของไคโตซาน (รูปที่ 2.3) ประกอบด้วยหมู่อะมิโน ( $-NH_2$ ) และหมู่ไฮดรอกซิล ( $-OH$ ) ที่สามารถทำปฏิกิริยากับสารอื่นและเปลี่ยนเป็นสารอนุพันธ์อื่นๆ ได้หลากหลาย [30] จึงสามารถนำไคโตซานนี้มาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่างๆ มากมาย ซึ่งการประยุกต์ใช้ที่เป็นที่นิยม ได้แก่ การนำมาใช้เป็นวัสดุดูดซับโลหะ [31-33] และสำหรับอะกาโรส มีโครงสร้างเป็นสายพอลิเมอร์ของ D-galactose และ 3,6-anhydro-L-galactose มาเรียงต่อกันเป็นหน่วยซ้ำๆ จนเป็นสายพอลิเมอร์ยาว โดยอะกาโรสประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล ( $-OH$ ) หลายหมู่ ซึ่งสามารถปรับเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลให้เปลี่ยนเป็นสารอนุพันธ์อื่นๆ ได้หลายหลายเช่นกัน [34] (รูปที่ 4) และสามารถนำอะกาโรสมาประยุกต์ใช้ทางด้านการดูดซับโลหะได้เช่นเดียวกัน [35] นอกจากนี้จะเห็นว่าพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดไม่เพียงมีคุณสมบัติที่ดีต่อการดูดซับโลหะ แต่ยังมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมด้วย ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้มีความต้องการที่จะเลือกพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดนี้มาใช้เป็นสารเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนเพื่อนำมาปรับปรุงสำหรับชีวไฟฟ้าคาร์บอนเพส



เพื่อให้มีสภาพไวที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์โลหะอันตรายในตัวอย่างไม่้าทะเลได้ อีกทั้งมีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมด้วยเมื่อเทียบกับข้อไฟฟ้าที่ปรับปรุงด้วยพอลิเมอร์ชนิดอื่น



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของไคโตซาน นำมาจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข [36]



รูปที่ 2.4 โครงสร้างอะกาโรสพอลิเมอร์ นำมาจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข [37]

### 2.1.2 การสร้างข้อไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยพอลิเมอร์

จากการทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้องพบว่าข้อไฟฟ้าคาร์บอนเพสเป็นข้อไฟฟ้าชนิดหนึ่งที่นิยมใช้สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า ทั้งนี้เพราะมีราคาไม่แพงและสามารถปรับปรุงให้มีคุณสมบัติตามที่ต้องการได้ง่าย อย่างไรก็ตามปัญหาที่พบสำหรับข้อไฟฟ้าคาร์บอนเพสคือการใช้สารช่วยการเกาะติด (binding agent) ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็น paraffin oil [38-41] ซึ่ง paraffin มีคุณสมบัติที่ไม่นำไฟฟ้า ดังนั้นจึงพบปัญหาเรื่องของสภาพไวในการวิเคราะห์ และความเสถียรของข้อไฟฟ้า ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้มีความต้องการที่จะใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์เพื่อแก้ปัญหาเหล่านี้

## 2.2 ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

จากการทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้องสำหรับโครงการวิจัยนี้ สามารถแบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม ดังนี้

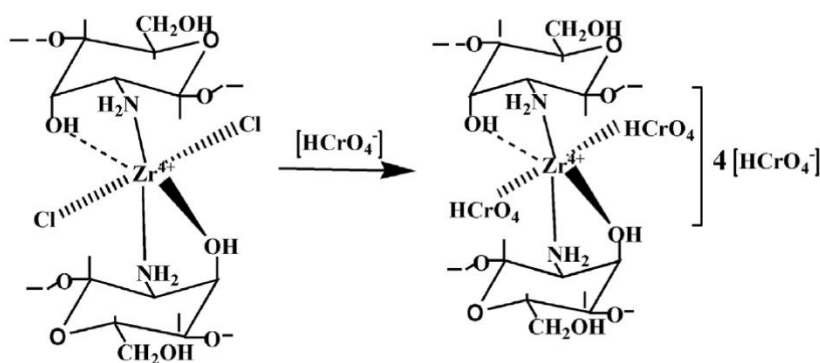
- วรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับการใช้อนุภาคแม่เหล็กที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ต่างๆ มาประยุกต์ใช้ดูดซับโลหะ

- วรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับการใช้ขั้วไฟฟ้าที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็ก

- วรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์โลหะหนักในน้ำทะเลด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า

### 2.2.1 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับการใช้อนุภาคแม่เหล็กที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ต่างๆ มาประยุกต์ใช้ดูดซับโลหะ

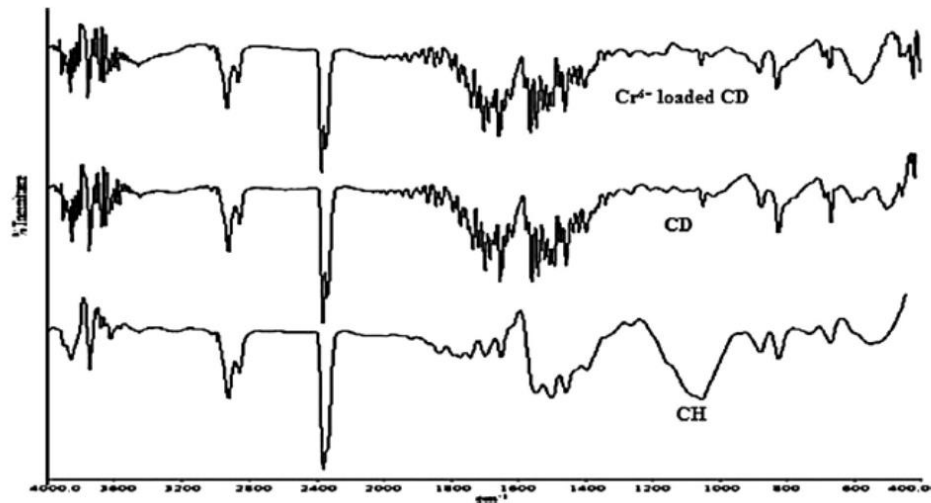
Zhang และคณะ [31] ได้นำเสนอวิธีเซอร์โคเนียม-โคโตซานคอมโพสิตสำหรับดูดซับโครเมียม(VI) ซึ่งจากผลทดลองพบว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้สามารถดูดซับสารละลายโครเมียม (VI) ได้ดี ไอโซเทอมของการดูดซับโครเมียม(VI) สอดคล้องกับสมการแลงเมียร์ มีความสามารถสูงสุดในการดูดซับโครเมียม (VI) เท่ากับ 175 มิลลิกรัมต่อกรัม ที่พีเอช 5 อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 2.5 แสดงปฏิกิริยาการดูดซับโครเมียมด้วยการใช้วิธีเซอร์โคเนียม-โคโตซานคอมโพสิต



รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาการดูดซับโครเมียมด้วยการใช้วิธีเซอร์โคเนียม-โคโตซานคอมโพสิต นำมาจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข [31]

Bhatt และคณะ [32] ได้นำเสนอการดูดซับโครเมียมจากจากสารละลายโดยใช้โครงสร้างแบบร่างแหของโคโตซานกับกรดไดเอทิลลิโนไตรแอมมีนเพนตะอะซิติก โดยใช้ Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray Diffractometer (XRD), Thermogravimetric Analysis (TGA), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), และ Electron spin resonance (ESR) ซึ่งจะใช้วิธีแบบบทซ์ในการหาสภาวะที่เหมาะสมที่มีผลต่อการดูดซับของโครเมียม จากการทดลองพบว่าสภาวะที่เหมาะสมคือ พีเอช 3 เป็นกระบวนการดูดซับแบบคายความร้อน ส่วนไอโซเทอมการดูดซับและค่าการดูดซับโครเมียม (VI) สูงสุด เท่ากับ 192.3 มิลลิกรัมต่อกรัม และจากรูปที่ 2.6 แสดง FTIR สเปกตรัม

สำหรับไคโตซาน (CH),ไคโตซานกับกรดไดเอทิลลีนไตรแอมมีนเพนตะอะซิดิก (CD) และ ไคโตซานกับกรดไดเอทิลลีนไตรแอมมีนเพนตะอะซิดิกที่ดูดซับโครเมียม ( $\text{Cr}^{6+}$  loaded CD)



รูปที่ 2.6 FTIR สเปกตรัมสำหรับไคโตซาน (CH), ไคโตซานกับกรดไดเอทิลลีนไตรแอมมีนเพนตะอะซิดิก (CD) และ ไคโตซานกับกรดไดเอทิลลีนไตรแอมมีนเพนตะอะซิดิกที่ดูดซับโครเมียม ( $\text{Cr}^{6+}$  loaded CD) นำมาจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข [32]

Dima และคณะ [33] ได้นำเสนอการกำจัดโครเมียม(VI) จากน้ำทิ้ง โดยใช้โครงสร้างแบบร่างแหของไคโตซานที่มีอนุภาคขนาดไมโคร/นาโนที่ได้จากอาหารทะเลซึ่งเป็นของเสีย (เปลือกกุ้ง) โดยไคโตซานเกิดการคลอสลิงค์ (crosslink) กับไตรโพลีฟอสเฟต เพื่อพัฒนาในการดูดซับโครเมียม โดยตรวจสอบลักษณะโดย Infrared Spectroscopy (IR) และ potentiometric titration ส่วนน้ำหนักโมเลกุลตรวจวัดโดยเครื่อง Intrinsic viscosity ส่วนสัณฐานวิทยาโดย scanning electron microscope (SEM) จากการทดลองพบว่าสภาวะที่เหมาะสมของอนุภาคไคโตซานคือ ค่าพีเอช 4 และอนุภาคไคโตซานโครงสร้างแบบร่างแหคือ ค่าพีเอช 2 ส่วนไอโซเทอมการดูดซับที่เหมาะสมเป็นไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ และเป็นปฏิกิริยาอันดับสอง

Neeraj และคณะ [42] ได้นำเสนอการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กเคลือบไคโตซานในขั้นตอนเดียว นำมาวิเคราะห์ลักษณะโดยใช้เครื่องวิเคราะห์ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR) อุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (EDS) และเครื่องมือแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง (VSM) ทั้งยังมีการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับแบบต่างๆ เพื่อประยุกต์ใช้ในการกำจัดโลหะหนัก ( $\text{Cu(II)}$ ) ออกจากน้ำเสีย ซึ่งมีประสิทธิภาพการดูดซับสูงสุด เท่ากับ 236.7 มิลลิกรัมต่อกรัม ด้วยค่าพีเอชเท่ากับ 6.0 เวลาในการดูดซับ 30 นาที และที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

Nasirimoghaddam และคณะ [43] ได้นำเสนอการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กเคลือบ ไคโตซาน ในขั้นตอนเดียว มีขนาดประมาณ 10 nm นำมาวิเคราะห์ลักษณะโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (DLS) ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-Vis) ฟลูออโรเมตริส ฟอรัมอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR) เครื่องมือแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง (VSM) และเครื่องวัดค่าศักย์ซีต้า เพื่อประยุกต์ใช้ในการกำจัดปรอท (Hg(II)) ออกจากน้ำเสียและตัวอย่างน้ำมัน ซึ่งมีร้อยละประสิทธิภาพการดูดซับสูงสุด เท่ากับ 92.4 ด้วยค่าพีเอชเท่ากับ 3.0

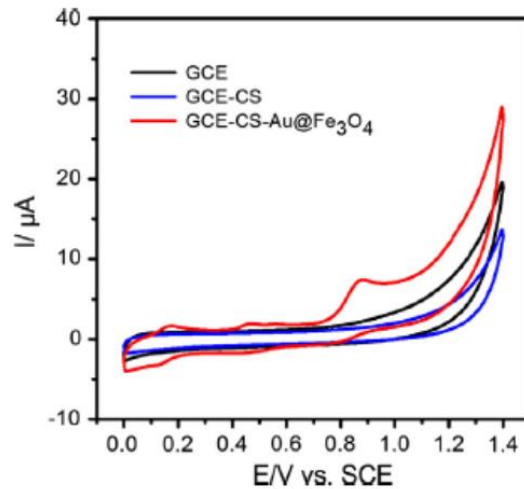
Bée และคณะ [44] ได้นำเสนอการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กเคลือบแอลจินเนต เพื่อประยุกต์ใช้ในการกำจัดตะกั่ว (Pb(II)) ออกจากน้ำเสียโดยใช้วิธีการดูดซับ มีการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการดูดซับ เช่น ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย เวลาในการทำปฏิกิริยา และค่าพีเอชของสารละลาย ซึ่งมีประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่ว (Pb(II)) ที่ดี โดยมีประสิทธิภาพในการดูดซับเท่ากับ 100 มิลลิกรัมต่อกรัม จากไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์

Li และคณะ [45] ได้เสนอวิธีการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรส เพื่อกำจัดธาตุกัมมันตรังสียูเรเนียม (U(VI)) และยูโรเพียม (Eu(III)) ออกจากสารละลายมาตรฐานที่เตรียมขึ้น โดยอาศัยสมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแม่เหล็กนาโน และพื้นที่ผิวของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่มีขนาดเล็กนั่นเอง จากนั้นทำการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยอะกาโรสพอลิเมอร์ มีวิธีการทดลองดังนี้ การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน โดยวิธีการตกตะกอนร่วมของ Fe(II)/Fe(III) ในอัตราส่วน 1:2 ภายใต้สภาวะไนโตรเจน จากนั้นเติม 29.6% (w/w) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ แล้วทำการแยกอนุภาคแม่เหล็กนาโนออกโดยใช้แม่เหล็กถาวรแยกอนุภาคดังกล่าวออกจากสารละลายมาตรฐานที่เตรียมขึ้น ทำการล้างอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ได้ด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส สำหรับการเคลือบอะกาโรสพอลิเมอร์บนอนุภาคแม่เหล็กนาโนนั้น โดยใช้วิธี Water/oil emulsion จะได้อนุภาคทรงกลมขนาดค่อนข้างใหญ่ (ระดับไมโครเมตร) ของอนุภาคแม่เหล็กเคลือบอะกาโรสพอลิเมอร์ ที่ภายในประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนหลายอนุภาค ธาตุกัมมันตรังสีทั้งสองชนิด จะถูกดูดซับบนผิวของอะกาโรสพอลิเมอร์ได้ โดยเกิดปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) บนอะกาโรสพอลิเมอร์ ซึ่งมีประสิทธิภาพการดูดซับที่ดี โดยมีประสิทธิภาพในการดูดซับ ธาตุกัมมันตรังสียูเรเนียม (U(VI)) และยูโรเพียม (Eu(III)) เท่ากับ 1.151 มิลลิโมลต่อกรัม และ 1.276 มิลลิโมลต่อกรัม ตามลำดับ

## 2.2.2 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับการใช้ชีวไฟฟ้าที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็ก

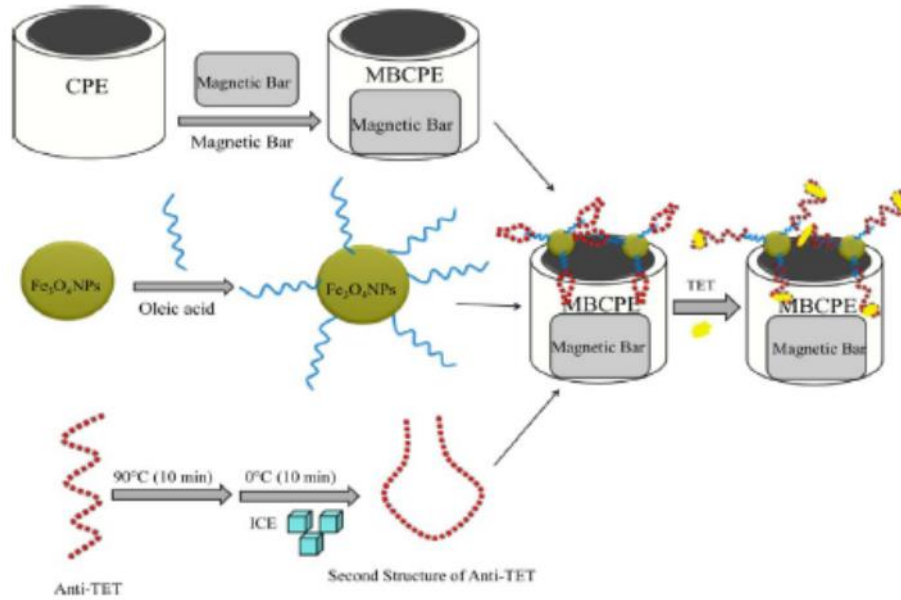
Li-Jun และคณะ [22] ได้เสนอการวิเคราะห์กรดซาลิไซลิก (salicylic acid: SA) โดยการใช้ชีวไฟฟ้าจากกลาสซีคาร์บอน (glassy carbon) ที่เคลือบด้วยไคโตซานแล้วปรับปรุงด้วย Au@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ตรวจวัดด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โวลแทมเมตรี (differential pulse voltammetry: DPV) ซึ่งจากการทดลองพบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงของ SA มีค่าอยู่ระหว่าง 1.0  $\mu$ M – 1.2 mM ขีดจำกัดต่ำสุด (limit of detection: LOD) มีค่าเท่ากับ 0.10  $\mu$ M และจากรูปที่ 8 แสดงสัญญาณโวลแทมโมแกรมของ SA ที่ได้จากชีวไฟฟ้าจากกลาสซีคาร์บอน (bare GCE), ชิวไฟฟ้าจากกลาสซีคาร์บอนเคลือบด้วยไคโตซาน (CS-GCE) และ

ขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอนเคลือบด้วยโคโตซานปรับปรุงด้วย Au@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> จะเห็นว่าสัญญาณของ SA ที่ได้จากขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอนเคลือบด้วยโคโตซานปรับปรุงด้วย Au@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ให้กระแสไฟฟ้าแอโนดิก (anodic current) สูงที่สุด (ดังรูปที่ 2.7)



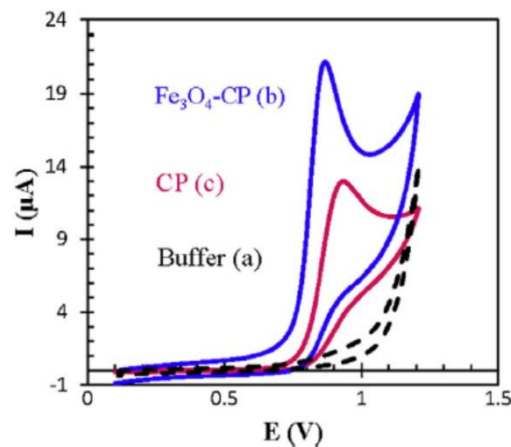
รูปที่ 2.7 โวลแทมโมแกรมสำหรับการวิเคราะห์ซาลิไซลิก (SA) โดยขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอน (bare GCE), ขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอนเคลือบด้วยโคโตซาน (CS-GCE) และขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอนเคลือบด้วยโคโตซานปรับปรุงด้วย Au@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โวลแทมเมทรี (DPV) นำมาจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข [22]

Jahanbani และ Benvidi [38] ได้เสนอผลการวิเคราะห์เตตระไซคลิน (tetracycline) เปรียบเทียบระหว่างขั้วไฟฟ้าสองชนิด คือขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส/โอเลอิก และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@โอเลอิกที่ปรับปรุงด้วย TET aptamer ซึ่งจากผลการศึกษาพบว่าการวิเคราะห์เตตระไซคลินด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@โอเลอิกที่ปรับปรุงด้วย TET aptamer สภาพไวในการวิเคราะห์ที่ดีกว่าขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส/โอเลอิกปรับปรุงด้วย TET aptamer และจากรูปที่ 2.8 แสดงภาพจำลองการสร้างขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@โอเลอิกที่ปรับปรุงด้วย TET aptamer

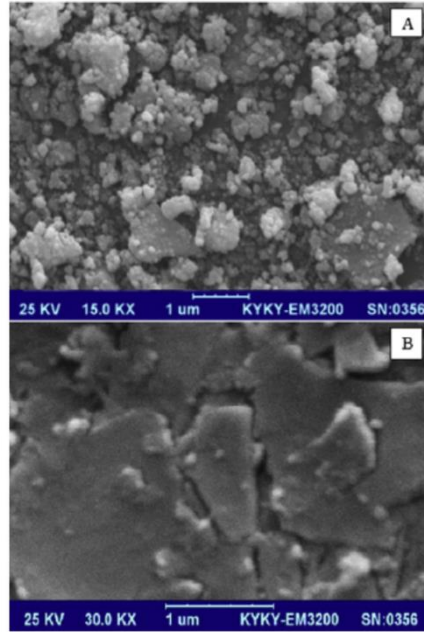


รูปที่ 2.8 ภาพจำลองการสร้างขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @โอเลอิกที่ปรับปรุงด้วย TET aptamer นำมาจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข [38]

Mohammad และคณะ [39] ได้เสนอการศึกษาพฤติกรรมออกซิเดชันของวอฟฟาริน (waffarin) ด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนในตัวอย่างจริง ซึ่งจากผลการศึกษาพบว่าสัญญาณของ waffarin ที่วิเคราะห์ด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนมีค่าสูงกว่าการวิเคราะห์ด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส แสดงดังรูปที่ 2.9 และจากรูปที่ 2.10 แสดงภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (SEM)

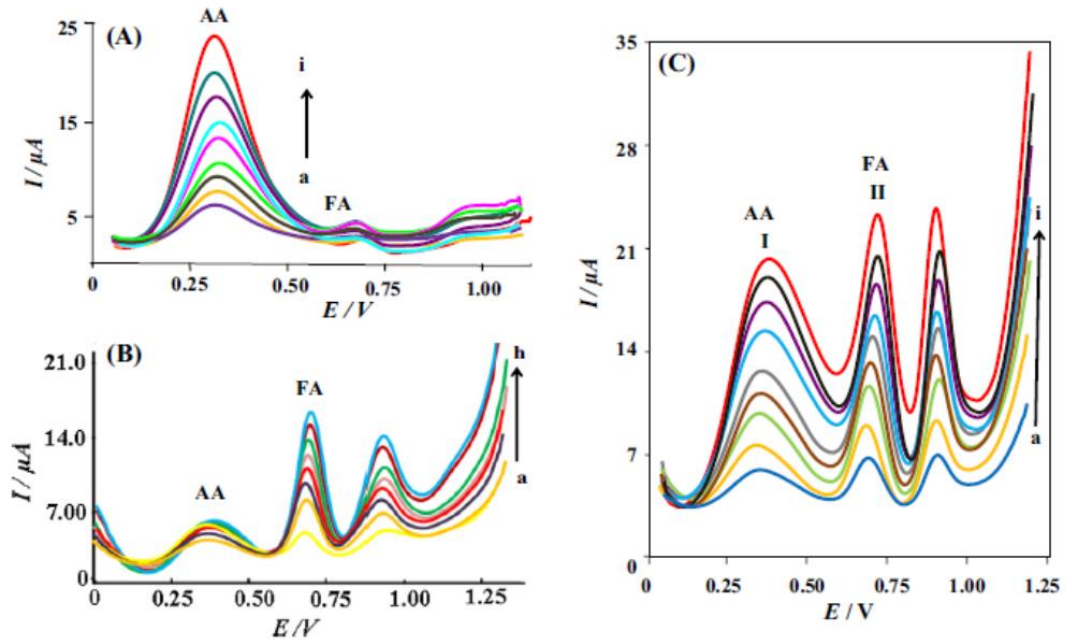


รูปที่ 2.9 ไชคคลิกโวลแทมโมแกรมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (a) และสารวอฟฟาริน เข้มข้น  $1.0 \mu\text{M}$  ด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพส (c) และคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วย  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (b)



รูปที่ 2.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคแม่เหล็กในคาร์บอนเพส (A) และคาร์บอนเพส (B)

Kingsley และคณะ [40] ได้เสนอการวิเคราะห์กรดแอสคอบิก (AA) และกรดโฟลิก (FA) โดยใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน จากการศึกษาพบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงของกรดแอสคอบิก (AA) และกรดโฟลิก (FA) มีค่าอยู่ระหว่าง  $9.09 \times 10^{-7} - 4.70 \times 10^{-3} \text{ M}$  และ  $6.50 \times 10^{-8} - 9.80 \times 10^{-5} \text{ M}$  ตามลำดับ นอกจากนี้พบว่าขีดจำกัดการต่ำสุดมีค่าเท่ากับ  $2.51 \times 10^{-7} \text{ M}$  สำหรับกรดแอสคอบิก และ  $2.01 \times 10^{-9} \text{ M}$  สำหรับกรดโฟลิก จากรูปที่ 2.11 แสดงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมโมแกรมสำหรับการวิเคราะห์กรดแอสคอบิก และกรดโฟลิกความเข้มข้นต่างๆ กันโดยใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน



รูปที่ 2.11 ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมโมแกรมสำหรับการวิเคราะห์กรดแอสคอบิก และกรดโฟลิก ความเข้มข้นต่างๆ กันโดยใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน

### 2.2.3 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์โลหะหนักในน้ำทะเลด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า

Hutton และคณะ [15] ได้เสนอการใช้ขั้วไฟฟ้าฟิล์มบิสมัทสำหรับการวิเคราะห์ดีบุก (tin) ในตัวอย่างน้ำทะเลด้วยวิธีแอนโอดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี จากผลการศึกษาพบว่าประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ดีบุกด้วยขั้วไฟฟ้าบิสมัทที่พัฒนาขึ้นนี้ดีกว่าขั้วไฟฟ้าทากลาสซีคาร์บอน และขั้วไฟฟ้าฟิล์มปรอทอย่างมาก โดยช่วงความเป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์ด้วยขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นนี้มีค่าอยู่ระหว่าง  $1 - 100 \mu\text{L}^{-1}$  ด้วยค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ ( $R^2$ ) 0.997 ขีดจำกัดต่ำสุดการตรวจวัด (LOD) มีค่าเท่ากับ  $0.26 \mu\text{L}^{-1}$  ค่าการวิเคราะห์ซ้ำ (reproducibility) มีค่าเท่ากับร้อยละ 7.3 (%RSD) ในการวิเคราะห์ดีบุกเข้มข้น  $10 \mu\text{L}^{-1}$  จำนวน 10 ครั้ง และเมื่อนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ดีบุกในตัวอย่างน้ำทะเลปรากฏผลเป็นที่น่าพอใจ

Song และคณะ [16] ได้เสนอเซ็นเซอร์ในการวิเคราะห์โลหะหนักในตัวอย่างน้ำทะเล โดยวิธีการที่พัฒนาขึ้นนี้รวมขั้นตอนการกรองออนไลน์ (on-line filtration), การย่อยด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (UV digestion), การเพิ่มความเข้มข้นด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้า (electrochemical enrichment) และการวิเคราะห์ด้วยโพเทนชิโอเมทรี (potentiometric detection) ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาโลหะหนักจำนวน 3 ชนิด คือ แคดเมียม (Cd), ตะกั่ว (Pb) และทองแดง (Cu) ช่วงความเป็นเส้นตรง (linear range) เท่ากับ  $1.0 \times 10^{-9} - 1.0 \times 10^{-7} \text{ M}$ ,  $3.0 \times 10^{-9} - 1.0 \times 10^{-7} \text{ M}$  และ  $1.0 \times 10^{-9} - 1.0 \times 10^{-7} \text{ M}$  สำหรับแคดเมียม, ตะกั่ว และทองแดง ตามลำดับ ด้วยค่าขีดจำกัดต่ำสุดค่าเท่ากับ  $2.8 \times 10^{-10}$ ,  $6.6 \times 10^{-10}$  และ  $5.1 \times 10^{-10} \text{ M}$  เมื่อทำการศึกษาความเสถียรของการวิเคราะห์ซ้ำ (reproducibility) พบว่ามีค่า



น้อยกว่าร้อยละ 5 ในการวิเคราะห์จำนวน 6 ครั้ง นอกจากนี้ในการทดลองทั้งหมดใช้ระยะเวลาภายใน 25 นาที

Medina-Sánchez และคณะ [17] ได้นำเสนอวิธี lab-on-paper ควบคู่กับการตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้าสำหรับการวิเคราะห์ตะกั่ว และแคดเมียม จากผลการศึกษาพบว่าวิธี lab-on-paper ที่พัฒนาขึ้นสามารถวิเคราะห์ได้ในช่วง 10 – 100 ppb ซีดจำกัดต่ำสุดมีค่าเท่ากับ 7 และ 11 ppb สำหรับการวิเคราะห์ตะกั่ว และแคดเมียม ตามลำดับ และเมื่อนำวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ไปประยุกต์ใช้วิเคราะห์โลหะในตัวอย่งน้ำทะเลพบว่าให้ผลเป็นที่น่าพอใจ นอกจากนี้ยังแสดงให้เห็นว่าวิธีนี้เป็นวิธีที่มีราคาถูก, ใช้งาน และการสร้างชุดทดสอบทำได้ง่าย สามารถนำไปวิเคราะห์ภาคสนามได้

Zhang และคณะ [18] ได้ทำการพัฒนาชุดทดสอบภาคสนามในการวิเคราะห์ตะกั่ว และแคดเมียม ในตัวอย่างน้ำทะเล ด้วยวิธี double stripping voltammetry โดยใช้ขั้วไฟฟ้าบิสมัท สำหรับขั้นตอนในวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ประกอบด้วย 3 ขั้นตอน คือ ขั้นที่ 1: การเพิ่มความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดยการใช้ขั้วไฟฟ้า ionic liquid-graphite-based paste, ขั้นที่ 2: สารที่ผ่านการเพิ่มความเข้มข้นแล้ว จะถูกส่งผ่านเข้าสู่บัพเฟอร์อะซิเตท (pre-concentration step) และขั้นที่ 3: ขั้นตอนการสตริปปีงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทรี นอกจากนี้พบว่า การเตรียมขั้วไฟฟ้าบิสมัทด้วยวิธี *in situ* ให้ผลการวิเคราะห์ที่ดีกว่า *ex situ* และเมื่อนำไปประยุกต์ใช้ในตัวอย่างจริงพบว่าให้ผลเป็นที่น่าพอใจ

จากความสำคัญและที่มารวมทั้งการทบทวนวรรณกรรมที่กล่าวมาแล้วนั้น ทำให้คณะผู้ทำวิจัยมีความสนใจที่จะพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์สำหรับการตรวจวัดโลหะอันตราย เช่น แคดเมียม และตะกั่วในน้ำทะเล ซึ่งโลหะหนักดังกล่าวจัดเป็นดัชนีชี้วัดคุณภาพของน้ำทะเล โดยจะทำการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์ที่มีขนาดและรูปร่างตามที่ต้องการ และมีความจำเพาะกับโลหะอันตรายนี้ ทำให้มีความจำเพาะและมีขีดจำกัดการตรวจวัดลดลงได้ต่ำ ซึ่งสามารถใช้เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานที่เหมาะสมกับการตรวจวัดโลหะอันตรายในน้ำทะเลได้ (ซึ่งยังไม่มีรายงานการศึกษานี้) และหากมีการพัฒนาต่อยอดจากโครงการวิจัยนี้ ก็สามารถนำมาทำเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดภาคสนาม (portable device) ได้อีกทางหนึ่งด้วย

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการทดลอง

#### 3.1 เครื่องมือ และสารเคมี

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องมือในขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน ( $Fe_3O_4$ ) และการศึกษาลักษณะพื้นผิว และรูปร่างของอนุภาคแม่เหล็กนาโนนี้ รวมทั้งขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโคปี และเครื่องโพเทนชิโอสเตท สำหรับสารเคมีที่ใช้ในโครงการวิจัยนี้เป็นสารเคมีชนิดเกรดวิเคราะห์ (Analytical reagent grade : AR – grade) ทั้งหมดและน้ำกลั่นสำหรับการเตรียมสารละลายต่างๆ เป็นน้ำกลั่นชนิด Deionized distilled water ที่มีค่าความต้านทาน 18.2 เมกะโอห์ม โดยอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และบริษัทผู้ผลิต

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัท
<ul style="list-style-type: none"><li>เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง</li></ul> รุ่น MS Semi-Micro	Mettler Toleda, สวิตเซอร์แลนด์
<ul style="list-style-type: none"><li>เครื่องกวนสารให้ความร้อนแบบแท่งแม่เหล็ก (Hot plate stirrer) รุ่น C-MAG-HS7</li></ul>	IKA, เยอรมนี
<ul style="list-style-type: none"><li>ปั๊มรีดท่อ (Peristaltic pump) รุ่น BT 100-2J</li></ul>	Baoding Longer Precision Pump, จีน
<ul style="list-style-type: none"><li>เครื่องเขย่า (Vortex shaker) รุ่น G560E</li></ul>	Scientific Industries, สหรัฐอเมริกา
<ul style="list-style-type: none"><li>ตู้อบลมร้อนแบบสุญญากาศ (Vacuum oven) รุ่น 1375 FX</li></ul>	Shel lab, สหรัฐอเมริกา
<ul style="list-style-type: none"><li>ออโต้ปิเปต (Auto pipette) ขนาด 100-1000 และ 100-5,000 ไมโครลิตร</li></ul>	Gilson S.A., ฝรั่งเศส
<ul style="list-style-type: none"><li>เครื่องล้างความถี่สูง (Ultrasonic Cleaner) รุ่น VGT-1620QTD</li></ul>	Guangdong GT Ultrasonic, จีน
<ul style="list-style-type: none"><li>เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible Spectrometer) รุ่น Specord 210plus</li></ul>	Analytik Jena, เยอรมนี

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัท
<ul style="list-style-type: none"> <li>เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy) รุ่น Spectrum System 2000</li> </ul>	Perkin Elemer, สหรัฐอเมริกา
<ul style="list-style-type: none"> <li>เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) รุ่น FiveEasy Plus FEP20</li> </ul>	Mettler Toledo; สวิตเซอร์แลนด์
<ul style="list-style-type: none"> <li>กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope) รุ่น TECNAI 20</li> </ul>	Philips, สหรัฐอเมริกา
<ul style="list-style-type: none"> <li>เครื่องทดสอบทางเคมีไฟฟ้า (Potentiostat) รุ่น PGSTAT-204</li> </ul>	Metrohm, สวิตเซอร์แลนด์
<ul style="list-style-type: none"> <li>ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์</li> </ul>	Metrohm, สวิตเซอร์แลนด์
<ul style="list-style-type: none"> <li>ขั้วไฟฟ้าลวดแพลทินัม</li> </ul>	Metrohm, สวิตเซอร์แลนด์
<ul style="list-style-type: none"> <li>ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์</li> </ul>	BAS, ญี่ปุ่น
<ul style="list-style-type: none"> <li>เครื่องกลั่นน้ำบริสุทธิ์ รุ่น Easy Pure LF</li> </ul>	Barnstead, สหรัฐอเมริกา

ตารางที่ 3.2 สารเคมีและบริษัทผู้ผลิต

สารเคมี	บริษัท
<ul style="list-style-type: none"> <li>เพอร์ริคคลอไรด์แอนไฮดรัส (<math>\text{FeCl}_3</math>)</li> </ul>	Loba Chemie, อินเดีย
<ul style="list-style-type: none"> <li>เพอร์ริคคลอไรด์เตตระไฮเดรต (<math>\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}</math>)</li> </ul>	Panreac Química S.A., สเปน
<ul style="list-style-type: none"> <li>กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc.HCl)</li> </ul>	Loba Chemie, อินเดีย
<ul style="list-style-type: none"> <li>สารละลายแอมโมเนีย 25% (<math>\text{NH}_3</math>)</li> </ul>	Loba Chemie, อินเดีย
<ul style="list-style-type: none"> <li>กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc.<math>\text{H}_2\text{SO}_4</math>)</li> </ul>	Loba Chemie, อินเดีย
<ul style="list-style-type: none"> <li>เอทานอล (<math>\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}</math>)</li> </ul>	QReC, นิวซีแลนด์
<ul style="list-style-type: none"> <li>กรดอะซิติก (<math>\text{CH}_3\text{COOH}</math>)</li> </ul>	QReC, นิวซีแลนด์
<ul style="list-style-type: none"> <li>อะซิโตน (<math>\text{C}_3\text{H}_6\text{O}</math>)</li> </ul>	QReC, นิวซีแลนด์

### ตารางที่ 3.2 (ต่อ)

สารเคมี	บริษัท
● โพแทสเซียมไดโครเมต ( $K_2Cr_2O_7$ )	Ajax Finechem Pty, นิวซีแลนด์
● โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	Ajax Finechem Pty, นิวซีแลนด์
● โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต ( $C_8H_5O_4K$ , KHP)	Ajax Finechem Pty, นิวซีแลนด์
● ผงแกรไฟต์	Sigma-Aldrich, ไอร์แลนด์
● โซเดียมอะซิเตตไตรไฮเดรต ( $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ )	Ajax Finechem Pty, ออสเตรเลีย
● กรดอะซิติก ( $CH_3COOH$ )	QReC, นิวซีแลนด์
● ไคโตซาน ( $C_6H_{11}NO_4$ )	Sigma-Aldrich, ไอร์แลนด์
● พาราฟิน (Paraffin)	Fisher Scientific, สหรัฐอเมริกา
● ไดฟีนิลคาร์บาริไซด์ ( $C_{13}H_{14}N_4O$ )	Loba Chemie, อินเดีย
● สเปน-80 ( $C_{24}H_{44}O_8$ )	Sigma-Aldrich, เยอรมนี
● 25% กลูตารัลดีไฮด์ ( $C_5H_8O_2$ )	Loba Chemie, อินเดีย

## 3.2 การเตรียมสารเคมี

### 3.2.1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน [43-44]

#### 3.2.1.1 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 25.00 มิลลิลิตร

ตวงสารละลายไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc.HCl) ปริมาตร 4.1x มิลลิลิตร ลงในปิ๊กเกอร์ที่มีน้ำกลั่นบรรจุอยู่ 20.9x มิลลิลิตร จากนั้นคนให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

#### 3.2.1.2 สารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์เข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร

ชั่งเฟอร์ริกคลอไรด์แอนไฮดรัสหนัก 0.648x กรัม ใส่ลงในปิ๊กเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วปิเปตกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร (จากข้อ 3.2.1.1) ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในปิ๊กเกอร์ที่บรรจุเฟอร์ริกคลอไรด์อยู่ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

#### 3.2.1.3 สารละลายเฟอร์รัสคลอไรด์เตตระไฮเดรตเข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร

ซังเฟอร์รัสคลอไรด์เตตระไฮเดรต 0.397x กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ปีเปตกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร (จากข้อ 3.2.1.1) ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในบีกเกอร์ที่บรรจุเฟอร์รัสคลอไรด์เตตระไฮเดรตอยู่ จากนั้นคนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

#### 3.2.1.4 สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 0.7 โมลต่อลิตร ปริมาตร 100.00 มิลลิลิตร

ตวงสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น (25%w/w) ปริมาตร 5.3x มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์บรรจุน้ำกลั่นปริมาตร 94.7x มิลลิลิตร จากนั้นคนจนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน

### 3.2.2 การเคลือบโคโตซานบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

#### 3.2.2.1 สารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น 2% v/v ปริมาตร 50.00 มิลลิลิตร

ตวงกรดอะซิติก 18 โมลต่อลิตร ปริมาตร 1.0x มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์บรรจุน้ำกลั่นปริมาตร 49.0x มิลลิลิตร จากนั้นคนจนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน

#### 3.2.2.2 โคโตซานเข้มข้น 4% w/v

ซังโคโตซาน 0.2x กรัม ใส่บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ปีเปตกรดอะซิติกเข้มข้น 2% v/v (3.2.2.1) ปริมาตร 5.0x มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ดังกล่าว จากนั้นคนจนกระทั่งโคโตซานละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

### 3.2.3 การตรวจวัดด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า

#### 3.2.3.1 สารละลายอิเล็กโทรไลต์ พีเอช 0.14 ปริมาตร 500 มิลลิลิตร

เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 2.0 โมลต่อลิตร โดยตวงสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 12 โมลต่อลิตร ปริมาตร 41.67 มิลลิลิตร เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250.00 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นบรรจุอยู่เล็กน้อย จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน ต่อมาทำการเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.72 โมลต่อลิตร โดยปีเปตสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 180.00 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตร 500 มิลลิลิตร ที่บรรจุน้ำกลั่นอยู่เพียงเล็กน้อย และจากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร และเขย่าให้เข้ากัน

#### 3.2.3.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโลหะหนักโครเมียม(VI)

##### (ก) สต็อกสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI)

ซังโพแทสเซียมไดโครเมต ( $K_2Cr_2O_7$ ) 0.0141 กรัม ใส่บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ที่มีสารละลายอิเล็กโทรไลต์ พีเอช 0.14 อยู่เพียงเล็กน้อยบรรจุอยู่ จากนั้นเทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100.00 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลายอิเล็กโทรไลต์จนถึงขีดบอกปริมาตร แล้วเขย่าให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

##### (ข) การเตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปิเปตส์ต็อกสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยสารละลาย อีเล็กโทรไลต์ พีเอช 0.14 จนถึงขีดบอกปริมาตร แล้วเขย่าให้เข้ากัน

**(ค) การเตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เพื่อใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐาน**

เตรียมสารละลายมาตรฐานโลหะหนักโครเมียมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ เพื่อใช้ในการสร้าง กราฟมาตรฐาน โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตรต่าง ๆ ดังตารางที่ 3.3 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25.00 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกปริมาตร

**ตารางที่ 3.3** ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อลิตร เพื่อใช้ สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานโครเมียม(VI)

ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ที่ต้องการเตรียม (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อลิตร (ไมโครลิตร)	ปริมาตรสุทธิ (มิลลิลิตร)
0.01	0.25	25.00
0.05	1.25	25.00
0.1	2.50	25.00
0.3	7.50	25.00
0.5	12.5	25.00
1.0	25.0	25.00
2.0	50.0	25.00
5.0	125.0	25.00
10.0	250.0	25.00
15.0	375.0	25.00
20.0	500.0	25.00
25.0	625.0	25.00
30.0	750.0	25.00

**3.2.4 การวิเคราะห์โลหะหนักโครเมียม(VI) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวลเทมเมทรี**

สารละลายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยนี้ คือ ตัวอย่างน้ำทะเลบริเวณชายหาดบางแสน ซึ่งในการเก็บตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการจะเก็บตัวอย่างในขวดโพลีเอทิลีน (Polyethylene) ขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นปรับพีเอชด้วยกรดไนตริกให้มีพีเอชน้อยกว่า 2 เพื่อรักษาสภาพของสารตัวอย่าง ต่อมา นำตัวอย่างที่ได้มากรองด้วยกระดาษกรองเซลลูโลสไนเตรท (Cellulose Nitrate Membrane filter)

ขนาดรูพรุน 0.45 ไมโครเมตร และเก็บตัวอย่างดังกล่าวที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส ก่อนนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักโครเมียม(VI) โดยใช้เทคนิคเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรสโกปี และเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลเทมเมทรี

### 3.2.11 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ความเข้มข้น 5000 ไมโครกรัมต่อลิตร สำหรับวิธีการเติมสารมาตรฐาน

ปิเปตสต็อกสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยสารละลายอิเล็กโทรไลต์ พีเอช 0.14 จนถึงขีดบอกริมาตร แล้วเขย่าให้เข้ากัน

## 3.3 วิธีการทดลอง

### 3.3.1 การเตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม

#### (ก) วิธีสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน

##### การทดลองทั่วไป

นำสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์เข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร และสารละลายเฟอร์รัสคลอไรด์เข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร เทใส่ขวดสามคอขนาด 250 มิลลิลิตร ใส่แท่งแม่เหล็กกวน (magnetic bar) ลงในขวดสามคอที่บรรจุสารละลายผสมของเฟอร์ริกคลอไรด์ และเฟอร์รัสคลอไรด์ ภายใต้สภาวะบรรยากาศแก๊สไนโตรเจน ( $N_2$ ) จากนั้นนำไปตั้งบนเตาไฟฟ้า โดยทำการจัดตั้งอุปกรณ์ดังภาพที่ 3.1 โดยกวนสารละลายที่อัตราการหมุน 1,255 รอบต่อนาที จากนั้นสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 0.7 โมลต่อลิตร (พีเอช 10) 0.25 มิลลิลิตรต่อวินาที ปริมาตร 50.00 มิลลิลิตร ด้วยปั๊มอัตโนมัติ (Peristaltic pump) ลงในสารละลายเฟอร์ริก และเฟอร์รัสคลอไรด์ ซึ่งควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ที่ 50 องศาเซลเซียส จากนั้นตั้งระบบทิ้งไว้ให้ปฏิกิริยาดำเนินต่อไปเป็นระยะเวลา 120 นาที โดยให้ความร้อนคงที่อยู่ตลอดเวลา และเมื่อครบกำหนด 120 นาที นำมาล้างน้ำกลั่นหลายๆครั้ง จนกระทั่งพีเอชเท่ากับ 7 จากนั้นนำไปเทใส่ขวดขนาดเล็ก ก่อนที่จะนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 นาที หลังจากนั้นทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วเก็บอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไว้ในภาชนะที่มีฝาปิดสนิท โดยการทดลองนี้ดัดแปลงมาจากงานวิจัยของชลธิชา ทองธรรมชาติ (2556)

#### (ข) วิธีสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน ด้วยวิธีการเชื่อมขวางสารแขวนลอยแบบรีเวิร์สเฟส (reverse-phase suspension cross-linking)

##### การทดลองทั่วไป

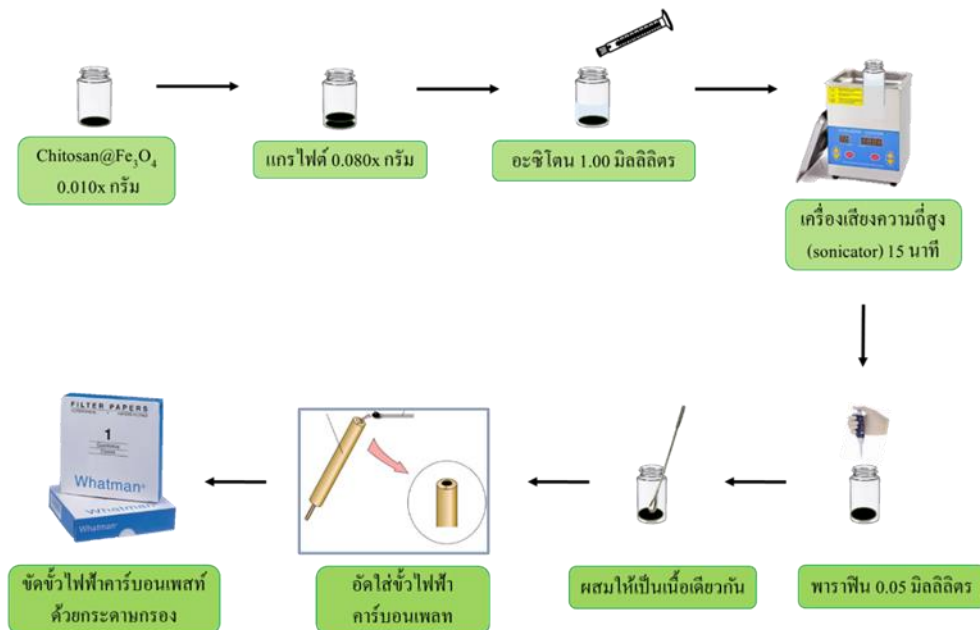
ชั่งอนุภาคแม่เหล็กนาโน 0.100x กรัม ใส่ในขวดไวอัล ขนาด 10 มิลลิลิตร ล้างด้วยสารละลายเอทานอล 99.5% v/v ครั้งละ 5.0 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง จากนั้นเติมพาราฟิน ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร span-80 ปริมาตร 0.16 มิลลิลิตร และไคโตซาน (3.3.6) ลงในขวดขนาดเล็ก (vial) ที่บรรจุอนุภาคแม่เหล็กนาโน แล้วนำไปใส่เครื่องเขย่าสารโดยใช้คลื่นความถี่สูง (ultrasonic bath) เป็นเวลา 30 นาที จากนั้น 25% กลูตารัลดีไฮด์ ปริมาตร 0.50 มิลลิลิตร ลงในขวดขนาดเล็กเดิม จากนั้นนำ

สารละลายดังกล่าวไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (vortex mixer) ต่อเป็นเวลา 240 นาที เมื่อครบกำหนดเวลา จึงทำการแยกอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานด้วยแท่งแม่เหล็กความแรงสูง เพื่อกำจัดสารละลายไคโตซานที่เหลือออก ต่อมาทำการล้างอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานด้วยน้ำกลั่นครั้งละ 10.00 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง และเอทานอล 99.9% v/v ครั้งละ 10.00 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง และนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานที่ล้างเรียบร้อยแล้วไปกรองด้วยกระดาษกรองก่อนจะนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลานำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานใส่ขวด vial และเก็บในตู้แช่เย็น (การทดลองนี้ดัดแปลงจาก G.-y. Li et al. (2008))

### (ค) การเตรียมขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

#### การทดลองทั่วไป

ทำการทดลองซึ่งอนุภาคนาโนแมกนีไทต์เคลือบด้วยไคโตซาน 0.010x กรัม และขั้วแกรไฟต์ 0.080x กรัม จากนั้นเติมอะซิโตน ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ใส่ในขวดไว้อัลขนาด 5 มิลลิลิตร แล้วนำไปทำให้ผงทั้งสองกระจายตัวเข้ากันได้ดี ด้วยเครื่องคลื่นเสียงความถี่สูง (sonicator) เป็นเวลา 15 นาที จากนั้นเติมพาราฟิน ปริมาตร 0.05 มิลลิลิตร แล้วคนให้เป็นเนื้อเดียวกันก่อนนำไปอัดในขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ ดังแสดงในรูปที่ 3.1 แล้วจึงนำไปวิเคราะห์โวลตะโครเมียม(VI)



รูปที่ 3.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

### 3.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพเบื้องต้นของขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

#### (ก) ชนิดของวัสดุรองรับ (supporting materials)



งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาเบื้องต้นของความเป็นไปได้ในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ซึ่งทำการเปรียบเทียบวัสดุรองรับที่ใช้สำหรับการอัดขี้ไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ โดยเปรียบเทียบชนิดของวัสดุรองรับทั้ง 3 ชนิด ได้แก่

- 1.คาร์บอนเพสต์ออย (carbon plate oil: CPO)
- 2.ผงแกรไฟต์ผสมกับน้ำมันพาราฟิน (70:30 %)
- 3.คาร์บอนนาโนทิวบ์ผสมกับน้ำมันพาราฟิน (70:30 %)

โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี เป็นเกณฑ์ในการตัดสิน ด้วยการแสกนศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0.8 ถึง -1.0 โวลต์

#### (ข) การตรวจวัดโครเมียม(VI) โดยใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาเบื้องต้นของความเป็นไปได้ในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ที่ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งทำการเปรียบเทียบขี้ไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ที่ปรับปรุงขึ้น 3 แบบคือ

แบบที่ 1 แกรไฟต์ : พาราฟิน อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 7 : 3

แบบที่ 2 แกรไฟต์ : อนุภาคแม่เหล็กนาโน : พาราฟิน อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 6: 1: 3

แบบที่ 3 แกรไฟต์ : chitosan@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> : พาราฟิน อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 6: 1: 3

ทำการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี

### 3.3.3 ศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการเตรียมขี้ไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน (chitosan@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

#### (ก) ขนาดของแกรไฟต์

การศึกษาขนาดของแกรไฟต์ที่มีผลต่อการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ได้ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1 (การทดลองทั่วไป) โดยใช้แกรไฟต์ที่มีขนาดแตกต่างกัน ดังนี้ 20 50 และ 75 ไมโครเมตร แล้วนำมาวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี

#### (ข) ชนิดของสารเชื่อมขวาง

การศึกษาชนิดของสารเชื่อมขวางที่มีผลต่อการวิเคราะห์โครเมียม(VI) และมีผลต่อการสร้างขี้ไฟฟ้า ได้เตรียมขี้ไฟฟ้าเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1 (การทดลองทั่วไป) โดยสารเชื่อมขวางที่นำมาศึกษา ได้แก่ พาราฟิน และแนฟิออน และใช้ปริมาตรของสารเชื่อม 0.05 มิลลิลิตร จากนั้นนำมาวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี

#### (ค) ปริมาตรของสารเชื่อมขวาง

ศึกษาปริมาตรของสารเชื่อมขวางที่มีผลต่อการวิเคราะห์โครเมียม(VI) และมีผลต่อการสร้างขี้ไฟฟ้า ได้เตรียมขี้ไฟฟ้าเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1 (การทดลองทั่วไป) โดยปริมาตรของสารเชื่อมขวาง

(พาราฟิน) ที่นำมาศึกษาได้แก่ 0.02, 0.04, 0.05, 0.06, 0.08 และ 0.10 มิลลิลิตร จากนั้นนำมาวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวลแทมเมทรี

### (ง) น้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน

การศึกษาน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน ที่มีผลต่อการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ได้เตรียมขั้วไฟฟ้าเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1 (การทดลองทั่วไป) โดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซานที่ศึกษาได้แก่ 0.04, 0.06, 0.08, 0.10 และ 0.12 กรัม จากนั้นนำมาวิเคราะห์โครเมียม(VI) ความเข้มข้น 10 ถึง 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวลแทมเมทรี

### (จ) การพิสูจน์เอกลักษณ์

#### ■ เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดร่วมกับการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy: SEM/EDX)

การพิสูจน์เอกลักษณ์ของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นนี้ได้ถูกนำมาศึกษาเปรียบเทียบกับ ขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ผสมกับอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน ขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ และขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ผสมกับอนุภาคแม่เหล็กนาโน ทำการเตรียมตัวอย่างโดยการชั่งอนุภาคของขั้วต่าง ๆ ทั้ง 3 ชนิด หนักอย่างละ 0.01 กรัม จากนั้นนำไปติดลงบนแผ่นคาร์บอนที่ติดอยู่บน Grid (Formvor Film on 400, FF 400-H-CH) แล้วเป่าส่วนที่เกินออก แล้วจึงนำไปส่องด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดร่วมกับการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน

### 3.3.4 การศึกษาความสามารถในการนำไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นด้วยเทคนิคอิเล็กโตรเคมีคอลอิมพีแดนซ์สเปกโตรสโคปี (Electrochemical Impedance Spectroscopy: EIS)

การศึกษาศักยภาพในการนำไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นนี้ได้ถูกนำมาศึกษาเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าอีก 3 ชนิด ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ ขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ผสมกับอนุภาคแม่เหล็กนาโน และขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ผสมกับไคโตซาน ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรเคมีคอลอิมพีแดนซ์สเปกโตรสโคปี โดยสแกนจากความถี่ 100 กิโลเฮิรตซ์ ถึง 0.5 เฮิรตซ์ ที่แอมพลิจูด 0.005 โวลต์

### 3.3.5 การศึกษาผลของพีเอชต่อชนิดของโครเมียม(VI)

การศึกษาค่าผลของพีเอชที่มีผลต่อการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ได้ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1 (การทดลองทั่วไป) พีเอชที่ศึกษาได้แก่ 0.08, 0.14, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00 และ 8.00 ด้วยขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นในสภาวะที่เหมาะสม 0.08 ถึง 2.00 เตรียมโดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน เพื่อให้ได้พีเอชตามที่ต้องการ สำหรับพีเอช 4 เตรียมโดยอะซิเตทบัฟเฟอร์ และพีเอช 8 เตรียมโดยสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ จากนั้นนำมาวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซานที่พัฒนาขึ้น ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟ แคโทดิกสตริบปีงโวลแทมเมทรี

### 3.3.6 การศึกษาพฤติกรรมของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (Voltammetric behavior of chitosan@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> electrode)

การศึกษาพฤติกรรม (diffusion หรือ adsorption behavior) ของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น chitosan@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ในการทดลองนี้ใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี โดยศึกษาที่อัตราการสแกน (scan rate) ต่างๆ คือ 0.02, 0.03, 0.04, 0.05, 0.06, 0.07, 0.08, 0.09, 0.10 และ 0.15 มิลลิโวลต์ต่อวินาที จากนั้นนำผลการศึกษาที่ได้มาพลอตกราฟความสัมพันธ์ ดังนี้

- (ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ และอัตราการสแกน
- (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ และ (อัตราการสแกน)<sup>1/2</sup>
- (ค) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างลอการิทึมกระแสไฟฟ้า (log current) ที่ได้จากการวิเคราะห์ และลอการิทึมของอัตราการสแกน (log scan rate)

เมื่อศึกษาพฤติกรรมการดูดซับ การแพร่ และพฤติกรรมผสม (การแพร่และการดูดซับ) ตามลำดับ โดยกราฟ (ก) และ (ข) พิจารณาความสอดคล้องกับพฤติกรรมด้วยค่าสัมประสิทธิ์-สหสัมพันธ์ (r<sup>2</sup>) ของเส้นตรงที่ได้จากกราฟทั้ง 2 ในขณะที่กราฟ (ค) พิจารณาความสัมพันธ์จากค่าความชัน (slope) ที่ได้จากสมการเส้นตรงในกราฟ โดยมีเกณฑ์ในการพิจารณาคือ ถ้าค่าความชันน้อยกว่า 0.5 (<0.5) แสดงว่าขั้วไฟฟ้ามีพฤติกรรมสอดคล้องกับการแพร่ แต่ถ้าค่าความชันมากกว่า 1.0 (>1.0) แสดงว่าขั้วไฟฟ้ามีพฤติกรรมสอดคล้องกับการดูดซับ และถ้าค่าความชันมีค่าอยู่ระหว่าง 0.5 – 1.0 แสดงว่าขั้วไฟฟ้ามีพฤติกรรมผสมระหว่างการดูดซับ และแพร่ ตามรายงานวิจัยของ Wyantuti, Hartati, Panatarani & Tjokronegoro (2015) [45] และ Asangil, Hudai Tasdemir & Kilic (2012) [46]

### 3.3.7 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีง-โวลแทมเมทรีในการวิเคราะห์โลหะ

#### การทดลองทั่วไป

การวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวลแทมเมทรี โดยใช้ระบบการวิเคราะห์แบบ 3 ขั้วไฟฟ้า : ขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตะซาน เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และขดลวดแพลทินัมเป็นขั้วไฟฟ้าช่วย สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสตริบปีงโวลแทมเมทรีนั้น ในขั้นตอนการเกาะติดสาร (deposition step) ให้ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 0.8 โวลต์ เป็นเวลา 180 วินาที และในขั้นตอนการสตริบปีง (เกิดปฏิกิริยารีดักชัน) จะทำการสแกนศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0.8 ถึง -0.1 โวลต์ ที่แอมพลิจูด ความถี่ และสแตปโพลเทนเชียลที่เหมาะสม

#### (ก) ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด (deposition potential)

การศึกษาศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด สำหรับเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวลแทมเมทรีทำการทดลองตามข้อ 3.3.7 (การทดลองทั่วไป) โดยทำการปรับเปลี่ยนค่าศักย์ไฟฟ้า ดังนี้ 0.5, 0.6,

0.7, 0.8, 0.9 และ 1.0 โวลต์ ควบคุมระยะเวลาในการเกาะติด 300 วินาที ที่ความถี่ 25 เฮิร์ตซ์ แอมพลิจูด 25 มิลลิโวลต์ และสเตปโพลเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์

**(ข) ระยะเวลาในการเกาะติด (deposition time)**

การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการเกาะติดสาร สำหรับเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี ทำการทดลองตามข้อ 3.3.7 (การทดลองทั่วไป) โดยการศึกษาที่เวลา 15, 30, 60, 90, 120, 180, 240 และ 300 วินาที ให้ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด 0.8 โวลต์ ที่ความถี่ 25 เฮิร์ตซ์ แอมพลิจูด 25 มิลลิโวลต์ และสเตปโพลเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์

**(ค) ความถี่ (frequency)**

การศึกษาความถี่ที่เหมาะสมสำหรับเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี ทำการทดลองตามข้อ 3.3.7 (การทดลองทั่วไป) โดยการศึกษาที่ 10, 15, 25, 40 และ 50 เฮิร์ตซ์ ให้ศักย์ไฟฟ้าเกาะติดสาร 0.8 โวลต์ เป็นระยะเวลา 180 วินาที ที่แอมพลิจูด 25 มิลลิโวลต์ และสเตปโพลเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์

**(ง) แอมพลิจูด (amplitude)**

การศึกษาแอมพลิจูดที่เหมาะสมสำหรับเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี ทำการทดลองตามข้อ 3.3.7 (การทดลองทั่วไป) โดยการศึกษาที่ 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 75, 80 และ 85 มิลลิโวลต์ ให้ศักย์ไฟฟ้าเกาะติดสาร 0.8 โวลต์ เป็นระยะเวลา 180 วินาที ที่ความถี่ 30 เฮิร์ตซ์ และสเตปโพลเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์

**(จ) ศักย์ไฟฟ้าขั้นบันได (potential step)**

การศึกษาศักย์ไฟฟ้าขั้นบันไดที่เหมาะสมสำหรับเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี ทำการทดลองตามข้อ 3.3.7 (การทดลองทั่วไป) โดยการศึกษาที่ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12 และ 14 มิลลิโวลต์ ให้ศักย์ไฟฟ้าเกาะติดสาร 0.8 โวลต์ เป็นระยะเวลา 180 วินาที ที่ความถี่ 30 เฮิร์ตซ์ และแอมพลิจูด 65 มิลลิโวลต์

**3.3.8 คุณสมบัติในการวิเคราะห์ (Analytical Features)**

คุณลักษณะในการวิเคราะห์ที่ศึกษาในงานวิจัยนี้ได้แก่

**(ก) ช่วงความเป็นเส้นตรง (Linear range)**

การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ทำการทดลองดังข้อ 3.3.7 (การทดลองทั่วไป) โดยวิเคราะห์โครเมียม(VI) ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.5 – 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยสภาวะที่เหมาะสม จากนั้นนำสัญญาณที่ตรวจวิเคราะห์ได้ไปพลอตกราฟมาตรฐาน

**(ข) ความเสถียรของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น (electrode stability)**

ความเสถียรของขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตะซาน ทำการศึกษาโดยการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ความเข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ทำการวิเคราะห์ซ้ำๆ ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแค-

โทดิกสตริปิงโวลแทมเมตรี จากนั้นนำค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้มาคำนวณค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ต้องไม่เกิน 15 [47,48] ชัดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (Limit of Detection, LOD) และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of Quantitation, LOQ)

เตรียมสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 0.5 นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปิงโวลแทมเมตรี ทำการทดลองซ้ำ 7 ครั้ง จากนั้นนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้

### (ง) ร้อยละการได้กลับคืน (%recovery)

การศึกษาร้อยละการได้กลับคืน ทำการทดลองโดยปิเปตสารละลายตัวอย่างด้วยปริมาตรที่เหมาะสมลงในขวดวัดปริมาตร 25.00 มิลลิลิตร จากนั้นปรับปริมาตรด้วยสารละลายอิเล็กโทรไลต์พีเอช 0.14 จนถึงขีดบอกปริมาตรเขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปิงโวลแทมเมตรี จากนั้นเติมสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ลงไปในสารละลายตัวอย่างดังกล่าวที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน นำผลการทดลองที่ได้ไปคำนวณหาค่าร้อยละการได้กลับคืน

### 3.3.9 การศึกษาผลของสารรบกวน (Interference)

ทำการทดลองเช่นเดียวกับ 3.3.7 (การทดลองทั่วไป) โดยปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) เข้มข้น 0.5 ไมโครกรัมต่อกรัม จากนั้นเติมสารละลายโลหะอื่น ๆ ที่ศึกษา (สารรบกวน) ได้แก่ โครเมียม(III) แคดเมียม(II) ตะกั่ว(II) ทองแดง(II) นิกเกิล(II) เหล็ก(II) สังกะสี(II) ดังตารางที่ 3.4 นำกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้ มาคำนวณหาค่าร้อยละความคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์ (% relative error) โดยที่ค่ายอมรับได้ของค่าร้อยละความคลาดเคลื่อนจะมีค่าอยู่ในช่วง  $\pm$  ร้อยละ 10 [49, 50]

ตารางที่ 3.4 ปริมาตร และความเข้มข้นของสารรบกวนที่ใช้ในการศึกษาผลของสารรบกวน

สารรบกวน		ความเข้มข้นของสารรบกวนสุทธิ (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ปริมาตรสุทธิ (มิลลิลิตร)
ความเข้มข้นเริ่มต้น (มิลลิลิตรต่อลิตร)	ปริมาตรที่ใช้ (ไมโครลิตร)		
5	2.00	0.50	25.00
5	20.00	5.00	25.00
100	10.00	50.00	25.00
100	100.00	500.00	25.00
100	200.00	1000.00	25.00
100	1000.00	5000.00	25.00

### 3.3.10 การประยุกต์ใช้ในตัวอย่างจริง

ตัวอย่างจริงที่ให้ในการทดลองนี้มี คือ น้ำทะเลบริเวณชายหาดบางแสน โดยทำนำตัวอย่างดังกล่าวมาวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม(VI) ด้วยขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี ด้วยวิธีเติมสารมาตรฐาน (standard addition) แล้วนำผลการการวิเคราะห์ที่ได้มาเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน (ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี)

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปราย

#### ส่วนที่ 1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบไคโตซาน ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@$ chitosan)

4.1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบไคโตซาน ( $\text{Fe}_3\text{O}_4@$ chitosan) สำหรับดูดซับโครเมียม(VI)

##### 4.1.1 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบไคโตซานบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

จากผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซานดังรายงานวิจัยก่อนหน้านี้ได้แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบไคโตซานบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

พารามิเตอร์	สภาวะที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสม
ปริมาณไคโตซาน (กรัม)	0.02 - 0.30	0.20
ปริมาตร 25% กลูตารัลดีไฮด์ (มิลลิลิตร)	0.00 - 4.00	0.50
เวลาในการเกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุล (นาที)	60 - 300	240

##### 4.1.2 ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์

###### ▪ เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy : FT-IR)

จากผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี โดยการวิเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน, ไคโตซาน และอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซาน แสดงดังตารางที่ 4.2

ตาราง 4.2 ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี

อนุภาค	เลขคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	หมู่ฟังก์ชัน
แม่เหล็กนาโน	3397	O-H stretching
	639 และ 561	Fe-O
ไคโตซาน	3452	N-H bending
	2934-2873	O-H stretching
	1596	C-H stretching
	1386	C-O stretching
แม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน	561	Fe-O
	1062	C-O
	2927 และ 1466	-NH <sub>2</sub>

###### การวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (TEM)

จากผลภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคแม่เหล็กนาโน พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วง  $8.88 \pm 2.30$  นาโนเมตร และอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ผ่าน

การปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วยไคโตซาน พบว่ามีขนาดเฉลี่ย เท่ากับ  $14.91 \pm 3.46$  นาโนเมตร แสดงให้เห็นว่าไคโตซานสามารถเคลือบบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนได้เนื่องจากขนาดที่เพิ่มขึ้นของอนุภาค

**ส่วนที่ 2 การออกแบบและสร้างขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซานที่เตรียมขึ้นสำหรับการวิเคราะห์โลหะอันตราย**

#### 4.2 การเตรียมขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน

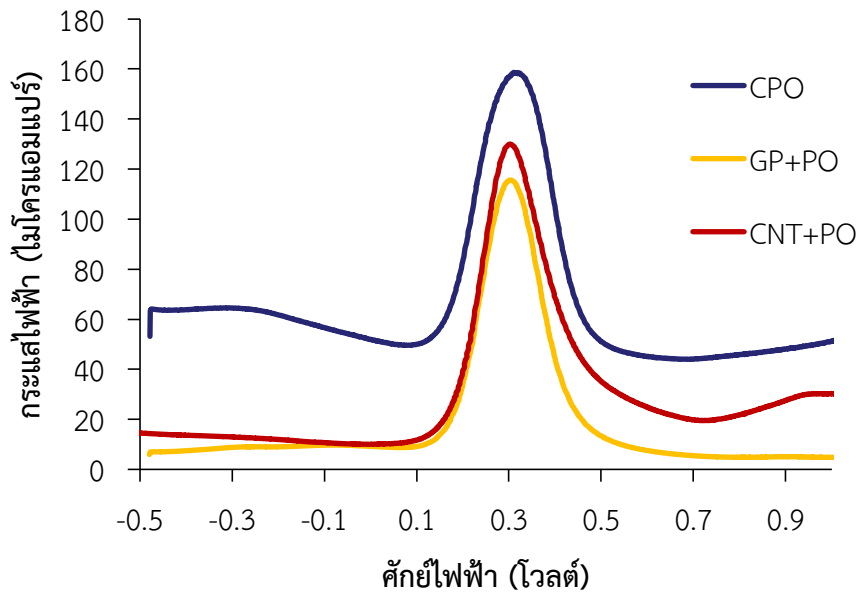
##### 4.2.1 การศึกษาเบื้องต้นสำหรับการตรวจวัดโครเมียม(VI) ด้วยขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น

ในส่วนที่สองของงานวิจัยนี้ได้นำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซานที่สังเคราะห์ขึ้นภายใต้สภาวะที่เหมาะสมจากการศึกษาข้างต้นในส่วนแรก นำมาดัดแปลงขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพสำหรับการตรวจวัดโลหะโครเมียม(VI) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตรipping-โวลแทมเมตรี โดยเริ่มจากการศึกษาเบื้องต้นของปัจจัยต่าง ๆ ในการสร้างขั้วไฟฟ้าที่สามารถทำให้ขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นสามารถตรวจวัดโครเมียม(VI) ได้

##### (ก) ชนิดของวัสดุรองรับ (supporting material)

การศึกษาชนิดของวัสดุรองรับที่ใช้สำหรับขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์มีความสำคัญต่อประสิทธิภาพการตรวจวัดโลหะหนักโครเมียม(VI) เนื่องจากวัสดุรองรับที่ใช้ส่วนใหญ่เป็นวัสดุที่นำไฟฟ้า และสามารถช่วยเพิ่มความเสถียรของขั้วไฟฟ้าขณะทำการตรวจวัดได้ โดยทั่วไปวัสดุรองรับที่ใช้สำหรับขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์จะใช้ผงคาร์บอนผสมกับสารเชื่อม (binding reagent) [40,51-52] ซึ่งขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ที่มีวางจำหน่ายทั่วไปนั้น มีราคาค่อนข้างสูง และเป็นสินค้านำเข้าจากต่างประเทศ จึงทำให้ไม่สะดวกและใช้เวลาในการทำวิจัย ด้วยเหตุนี้ผู้จัดทำจึงต้องการที่จะศึกษาชนิดของวัสดุรองรับอื่น เพื่อใช้ทดแทนคาร์บอนเพสต์ที่มีจำหน่ายทั่วไป โดยทำการศึกษาวัสดุรองรับ 3 ชนิด ที่มีส่วนผสมระหว่างผงคาร์บอน และสารเชื่อมขวางแตกต่างกัน ได้แก่ คาร์บอนเพสต์ออยล์ที่มีจำหน่ายทั่วไป ผงแกรไฟต์ผสมกับพาราฟิน และผงคาร์บอนนาโนทิวบ์ผสมกับพาราฟิน ในอัตราส่วนที่เท่ากันทั้ง 3 ชนิด คือ ระหว่างผงคาร์บอนและสารเชื่อมในอัตราส่วนโดยน้ำหนักที่ 7 : 3 และจากผลการศึกษาพบว่าขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ทั้ง 3 ชนิด สามารถตรวจวัดโครเมียม(VI) ได้ รูปที่ 4.1 และเมื่อพิจารณากระแสของสัญญาณที่ได้ (ความสูงของพีค) พบว่ามีค่าที่ไม่แตกต่างกัน แต่อย่างไรก็ตามพบว่าขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ออยล์ที่มีจำหน่ายทั่วไปไม่มีสัญญาณ background ค่อนข้างสูง เมื่อเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าอื่นอีก 2 ชนิด เมื่อพิจารณาความสมมาตรของสัญญาณที่ได้พบว่าสัญญาณของการตรวจวัดโครเมียม(VI) ที่ได้จากขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ผสมกับพาราฟินให้พีคที่สมมาตรมากกว่า อีกทั้งสามารถอัดเข้าในแบบ (mold) ของขั้วไฟฟ้าได้ง่ายกว่า และเสถียรกว่าขั้วไฟฟ้าคาร์บอนนาโนทิวบ์ผสมกับพาราฟินด้วย และเมื่อพิจารณาถึงราคา พบว่าแกรไฟต์มีราคาถูกกว่าคาร์บอนนาโนทิวบ์ จากเหตุผลดังกล่าวในการทดลองนี้จึงเลือกใช้แกรไฟต์ ผสมกับพาราฟินเป็นวัสดุรองรับในการพัฒนาขั้วไฟฟ้าต่อไป

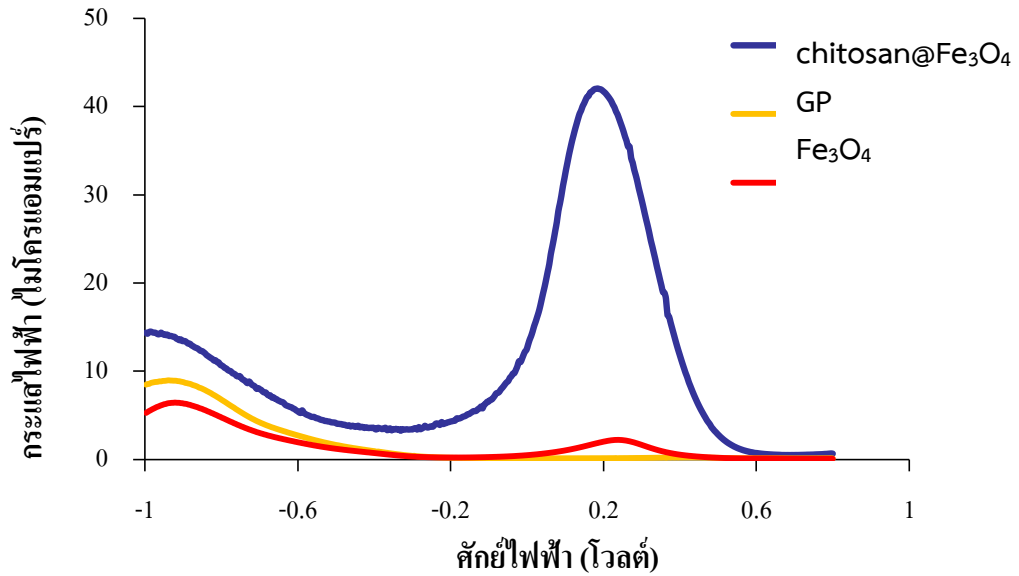




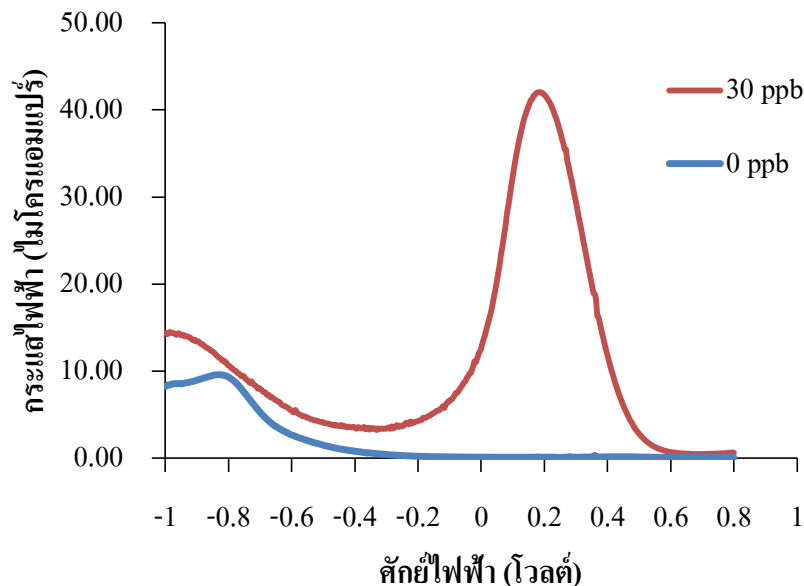
**รูปที่ 4.1** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า ในการตรวจวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร จากขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ออยล์ที่จำหน่ายทั่วไป (CPO) (สีน้ำเงิน) ขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ผสมกับน้ำมันพาราฟิน (GP+PO) (สีเหลือง) และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนนาโนทิวบ์ผสมกับน้ำมันพาราฟิน (CNT+PO)(สีแดง) สภาวะการทดลอง: โดยสภาวะของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวลแทมเมตรี คือ ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด 1.0 โวลต์ระยะเวลาในการเกาะติด 300 วินาที ความถี่ 25 เฮิรตซ์ แอมพลิจูด 25 มิลลิโวลต์ สเตปโพลเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์

**(ข) การศึกษาเบื้องต้นสำหรับการตรวจวัดโครเมียม(VI) ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน**

การทดลองนี้เป็นการศึกษาเบื้องต้นสำหรับขั้วไฟฟ้าที่ดัดแปรด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน (chitosan@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> modified carbon paste electrode) โดยการศึกษาเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าทั้ง 3 ชนิด ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ผสมพาราฟิน (carbon paste electrode) ขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโน (nanomagnetite modified carbon paste electrode) และขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน (chitosan@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> modified carbon paste electrode) จากผลการศึกษาพบว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น (รูปที่ 4.2) ให้กระแสไฟฟ้าในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) สูงที่สุด ทั้งนี้เพราะคุณสมบัติในการนำไฟฟ้าของอนุภาคแม่เหล็กนาโน [53-54] และคุณสมบัติในการดูดซับโครเมียม(VI) ของไคโตซาน [55-56] และเมื่อพิจารณากระแสไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโน พบว่าให้กระแสไฟฟ้าในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) สูงกว่าขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ ทั้งนี้เพราะอนุภาคแม่เหล็กนาโนมีคุณสมบัติการนำไฟฟ้าที่สูงกว่า จึงทำให้เห็นสัญญาณที่สูงกว่า และจากการศึกษาเบื้องต้นแสดงให้เห็นว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมีศักยภาพในการตรวจวิเคราะห์โครเมียม(VI) ได้



รูปที่ 4.2 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม (VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน (chitosan@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> modified carbon paste electrode) (สีน้ำเงิน) ขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> modified carbon paste electrode) (สีแดง) และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ (แกรไฟต์ผสมน้ำมันพาราฟิน) (GP) (สีเหลือง) โดยทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวแทมเมทรี สภาวะการทดลอง: ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด 0.8 โวลต์, ระยะเวลาในการเกาะติด 300 วินาที ความถี่ 25 เฮิรตซ์ แอมพลิจูด 25 มิลลิโวลต์ สเตปโพเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์



รูปที่ 4.3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร (สีส้ม) และสัญญาณ background (0 ไมโครกรัมต่อลิตร) (สีน้ำเงิน) ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน (chitosan@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> modified carbon paste electrode) (สีน้ำเงิน) โดยทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวแทมเมทรี

สภาวะการทดลอง: ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด 0.8 โวลต์ ระยะเวลาในการเกาะติด 300 วินาที ความถี่ 25 เฮิรตซ์ แอมพลิจูด 25 มิลลิโวลต์ สเตปโพเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์

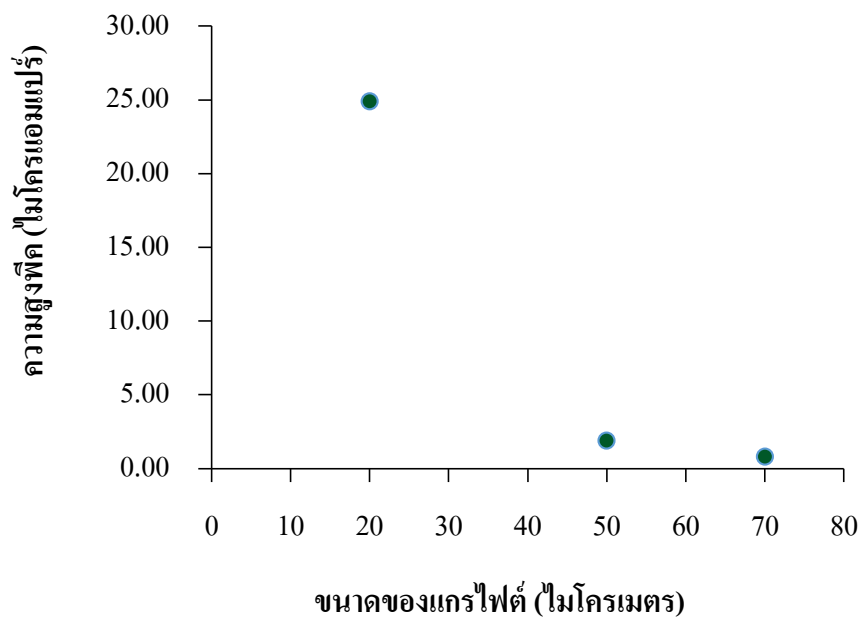
นอกจากนี้ได้ทำการศึกษาความสามารถในการตรวจวัดโครเมียม(VI) ด้วยขั้วที่พัฒนาขึ้นจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน เปรียบเทียบสัญญาณที่ได้จากการตรวจวัดสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร และสัญญาณ background จากผลการทดลองพบว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมีสภาพไวในการตอบสนองต่อการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ที่สูง ในขณะที่มีการตอบสนองต่อสัญญาณ background ที่ต่ำ ดังแสดงในรูปที่ 4.3 ดังนั้นแสดงว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมีศักยภาพในการตรวจวัดโครเมียม(VI) ที่ดี

#### 4.2.2 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น

จากผลการศึกษาเบื้องต้นจะเห็นได้ว่าขั้วไฟฟ้าที่ใช้วัสดุรองรับที่เป็นแกรไฟต์ผสมกับน้ำมันพาราฟิน เมื่อถูกตัดแปรด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน มีความสามารถในการตรวจวัดโลหะหนักโครเมียม(VI) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี ดังนั้นเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าสำหรับการตรวจวัดโลหะหนักโครเมียม(VI) ในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าที่ตัดแปรด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน โดยปัจจัยในการตัดแปรขั้วไฟฟ้าที่มีผลต่อประสิทธิภาพของการวิเคราะห์โลหะหนักโครเมียม(VI) ได้แก่ ขนาดของแกรไฟต์ ชนิดของสารเชื่อม (binding reagent) ปริมาณของสารเชื่อม น้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน

##### (ก) ขนาดของแกรไฟต์

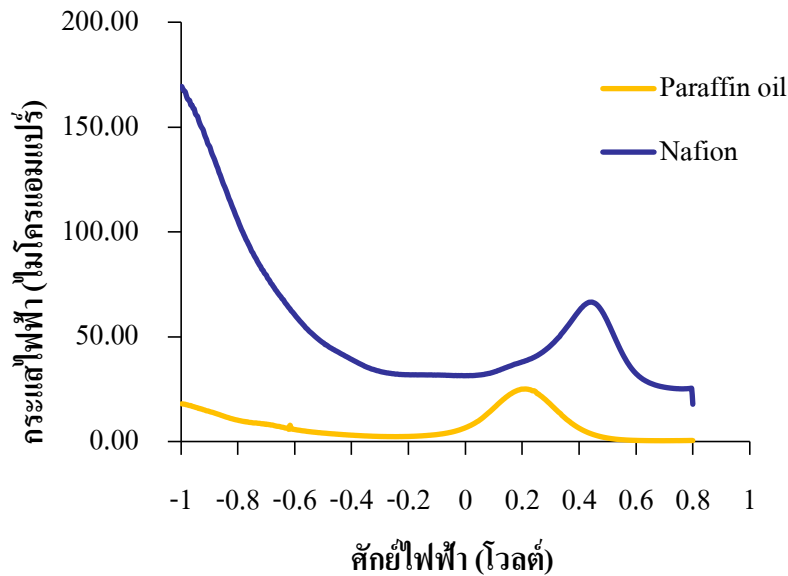
การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้า เริ่มจากการศึกษาขนาดของแกรไฟต์ เนื่องจากแกรไฟต์เป็นวัสดุที่มีความสามารถในการนำ [57] ดังนั้นขนาดของแกรไฟต์จึงมีผลต่อการนำไฟฟ้า ในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบแกรไฟต์ทั้งสามขนาด คือ 20, 50 และ 75 ไมโครเมตร ผลการทดลองที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.4 พบว่าขนาดของแกรไฟต์ที่ 20 ไมโครเมตร ให้ค่าความสูงพีคมากที่สุด และเมื่อขนาดของแกรไฟต์เพิ่มใหญ่ขึ้นความสูงพีคที่ได้จากสัญญาณกลับลดลง ซึ่งสอดคล้องการรายงานวิจัยของ [58] ที่กล่าวว่าแกรไฟต์มีขนาดเล็ก จะมีความสามารถนำไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น เพราะพื้นที่ผิวของแกรไฟต์เพิ่มมากขึ้น ดังนั้นในงานนี้จึงเลือกแกรไฟต์ขนาด 20 ไมโครเมตรเป็นขนาดของแกรไฟต์ที่เหมาะสมในการทดลองต่อไป



**รูปที่ 4.4** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และขนาดของแกรไฟต์ สำหรับการตรวจวัดโครเมียม(VI) เข้มข้น 30 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโคซาน ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี สภาวะการทดลอง: ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด 0.8 โวลต์ ระยะเวลาในการเกาะติด 300 วินาที ความถี่ 25 เฮิรตซ์ แอมพลิจูด 25 มิลลิโวลต์ สเตปโพลเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์

#### (ข) ชนิดของสารเชื่อม (type of binding reagent)

ชนิดของสารเชื่อมขวางมีความสำคัญต่อประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น เนื่องจากขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ จำเป็นต้องทำการอัดวัสดุรองรับและอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโคซานเข้าไปในแบบของขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ ดังนั้นสารเชื่อมขวางจึงมีความสำคัญทั้งในด้านความเสถียรของขั้วไฟฟ้าในขณะที่ทำการตรวจวัดในสารละลายโลหะหนักโครเมียม(VI) และสัญญาณที่ตรวจวัดได้ โดยทั่วไปสารเชื่อมที่นำมาใช้ในการเตรียมขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์มีหลากหลาย และที่นิยมนำมาใช้คือ น้ำมันพาราฟิน [59-60] แต่ก็ยังพบว่ามีสารเชื่อมชนิดอื่นที่สามารถนำมาใช้ในการพัฒนาขั้วไฟฟ้า ดังนั้นในงานนี้จึงได้ทำการศึกษาสารเชื่อม 2 ชนิด คือ น้ำมันพาราฟินและแนฟิออน โดยทำการทดลองตามข้อ 3.3.3 (ข) จากผลการทดลองดังรูปที่ 4.5 พบว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นด้วยน้ำมันพาราฟิน และแนฟิออนให้สัญญาณกระแสไฟฟ้าสูงไม่แตกต่างกัน และเมื่อพิจารณาถึงลักษณะของสัญญาณ พบว่าแนฟิออนมีการเลื่อนของศักย์ไฟฟ้า (potential shift) และมี background สูงกว่าขั้วไฟฟ้าที่ใช้ น้ำมันพาราฟิน เป็นสารเชื่อม และเมื่อพิจารณาถึงความเสถียรพบว่าแนฟิออนมีลักษณะทางกายภาพค่อนข้างเหลว ซึ่งส่งผลต่อความเสถียรของขั้วไฟฟ้าขณะทำการตรวจวัด ดังนั้นในงานนี้จึงเลือกสารเชื่อมที่เหมาะสม คือ น้ำมันพาราฟิน เพื่อใช้เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า ของสารเชื่อมทั้ง 2 ชนิด น้ำมันพาราฟิน (Paraffin oil) (สีเหลือง) และแนฟิออน (Nafion) (สีน้ำเงิน) โดยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโคซาน ด้วยเทคนิคสควอร์เวฟแคโทดิกสตริบิงโวแทมเมตรี สภาวะการทดลอง: ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด 0.8 โวลต์ ระยะเวลาในการเกาะติด 300 วินาที ความถี่ 25 เฮิรตซ์ แอมพลิจูด 25 มิลลิโวลต์ สเตปโพเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์

#### (ค) ปริมาณของสารเชื่อม

ในงานนี้ได้ทำการศึกษาปริมาณของสารเชื่อมขวางดั่งการทดลองที่ 3.3.3 (ค) จากผลการทดลองพบว่าปริมาณของสารเชื่อมมีผลต่อประสิทธิภาพของการตรวจวัดโลหะหนักโครเมียม(VI) ดังตารางที่ 4.6 โดยเมื่อพิจารณาถึงความสูงพีคที่ได้จากสัญญาณของขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโคซาน พบว่าสัญญาณสูงขึ้นเพิ่มปริมาณสารเชื่อมจาก 10 ถึง 25 % และ คงที่ 30% จากนั้นค่าความสูงพีคต่ำลงที่ 40% เนื่องจากปริมาณของสารเชื่อมขวางมีผลต่อความเสถียรของขั้วไฟฟ้าในขณะที่ทำการตรวจวัด ซึ่งถ้าปริมาณของสารเชื่อมน้อยเกินไปจะส่งผลให้เกิดปัญหาขั้วไฟฟ้าหลุดได้ ในทางกลับกันถ้าปริมาณของสารเชื่อมมากเกินไปจะส่งผลให้แกรไฟต์ที่ผสมกับอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโคซานแล้วนำไปอัดใส่ขั้วไฟฟ้ามักมีลักษณะเหลว และด้วยสารเชื่อมมีคุณสมบัติไม่นำไฟฟ้าจึงทำให้สัญญาณที่ได้ลดต่ำลง จากผลความสูงพีคจะพบว่าความสูงพีคที่สูงใกล้เคียง คือ ปริมาณสารเชื่อม 25% และ 30% จึงทำการพิจารณาค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน พบว่าผลการวัดซ้ำในขั้วเดียวให้ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานแคบกว่าผลของแต่ละขั้วเฉลี่ยกัน จากผลการทดลองในตารางที่ 4.6 พบว่าขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโคซานที่ใช้ปริมาณสารเชื่อม 25% ให้ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานแคบกว่า ปริมาณสารเชื่อม 30% ดังนั้นที่ 25% จึงเป็นปริมาณของสารเชื่อมที่เหมาะสมสำหรับการศึกษาต่อไป

ตารางที่ 4.3 ความสูงพีคที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยข้าวโพ่าอนุภาคนาแมกนีไทด์ที่ ปริมาตรสารเชื่อมต่าง ๆ

ปริมาตรสารเชื่อม (%)	ความสูงของพีคที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI)			
	ข้าวเดียวกัน <sup>*a</sup>			ต่างข้าวโพ่า <sup>*b</sup>
	1	2	3	
10	4.38±1.66	12.41±3.42	1.02±0.18	5.94±5.41
20	5.76±2.12	14.61±3.04	2.85±0.19	7.74±5.66
25	15.69±2.77	28.35±2.11	21.96±1.68	22.07±5.73
30	33.94±5.54	11.73±3.05	20.70±3.59	22.12±10.34
40 <sup>*c</sup>	4.49	2.22	6.69	4.47±2.52

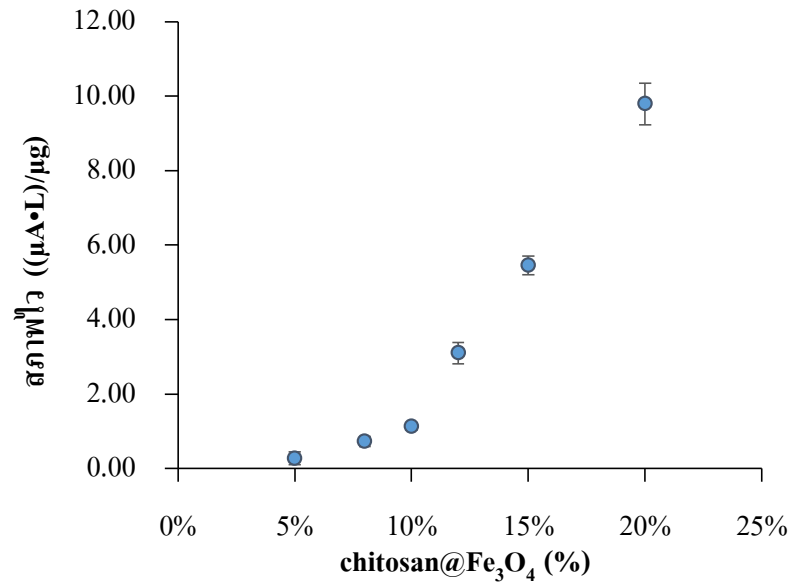
หมายเหตุ \*a คือ จำนวนการวัดซ้ำ n = 3

\*b คือ จำนวนข้าวโพ่า n = 3

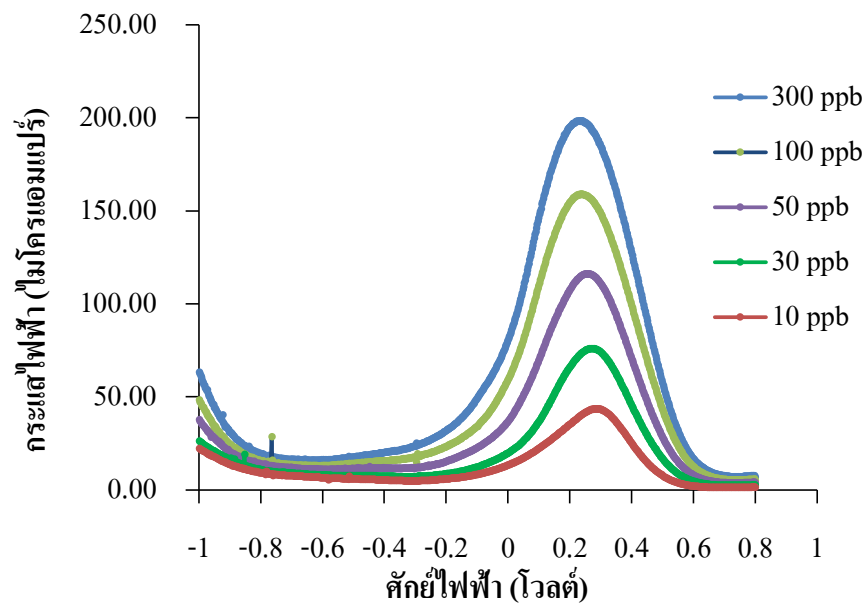
\*c คือ ไม่สามารถวัดซ้ำได้

#### (ง) น้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน

การศึกษาผลของน้ำหนักอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน ทำการทดลองตามข้อ 3.3.3 (ง) โดยทำการศึกษาน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซานตั้งแต่ร้อยละ 5-20 และผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 4.6 พบว่าเมื่อน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วย โคโตซาน เพิ่มขึ้น สภาพไวในการวิเคราะห์ (sensitivity) โครเมียม(VI) ก็เพิ่มขึ้นด้วยเช่นเดียวกัน เนื่องจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซานสามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับโครเมียม(VI) ได้เพิ่มขึ้น อีกทั้งยังมีคุณสมบัติการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น จึงทำให้กระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) สูงขึ้น ส่งผลให้สภาพไวในการวิเคราะห์สูงขึ้นด้วย อย่างไรก็ตาม พบว่าที่น้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซานเพิ่มขึ้น (ร้อยละ 12- 20) จะสังเกตเห็นค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของสภาพไวในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เพิ่มสูงขึ้นด้วย ทั้งนี้อาจเป็นเพราะเมื่อน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซานเพิ่มขึ้น ความเสถียรของข้าวโพ่าลดลง (ข้าวโพ่าหลุดได้ง่าย) ซึ่งจะส่งผลต่อกระแสไฟฟ้าที่ได้ในการวิเคราะห์ในแต่ละครั้งมีการเปลี่ยนแปลงมาก จึงทำให้ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสูงขึ้น ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกใช้น้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซานที่ร้อยละ 10 เป็นน้ำหนักที่เหมาะสมในการเตรียมข้าวโพ่าที่พัฒนาขึ้น และจากรูปที่ 4.7 แสดงตัวอย่างของสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ที่ความเข้มข้นต่างกัน ด้วยข้าวโพ่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซานที่น้ำหนักร้อยละ 10



รูปที่ 4.6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างสภาพไฟวในการวิเคราะห์ และน้ำหนักร้อยละของแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 10 - 300 ไมโครกรัมต่อลิตร

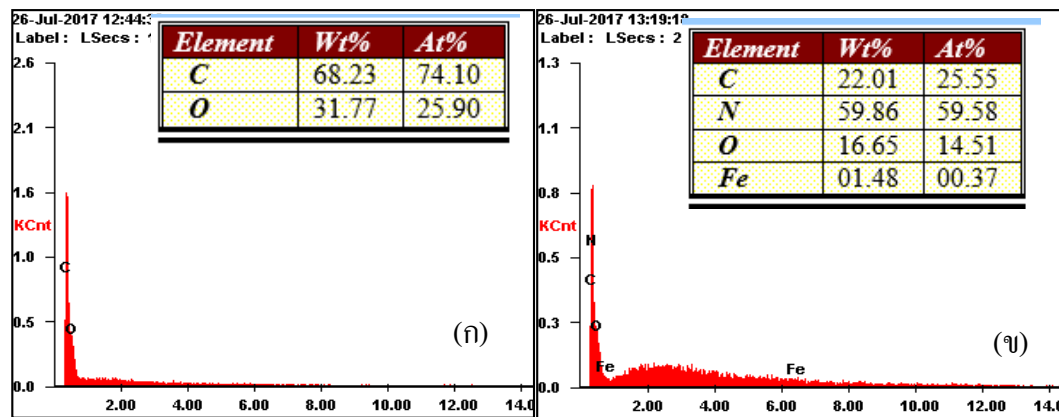


รูปที่ 4.7 ตัวอย่างสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ที่ความเข้มข้น 10-300 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานที่พัฒนาขึ้นที่น้ำหนัก ร้อยละ 10

#### (จ) พิสูจน์เอกลักษณ์

นอกจากนี้ในงานวิจัยนี้ได้นำขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นไปวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ที่มีอยู่เปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสท์ (แกรไฟต์ผสมน้ำมันพาราฟิน) ในที่นี้จัดเป็นวัสดุรองรับสำหรับขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น โดยใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดร่วมกับการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (SEM / EDX) ดังการทดลองที่ 3.3.3 (จ) ซึ่งได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.8 และจากผลการ

ทดลองพบว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมีองค์ประกอบของธาตุคาร์บอน (C) ออกเจน (O) เหล็ก (Fe) และไนโตรเจน (N) เท่ากับ ร้อยละ 22.01, 16.65, 01.48 และ 59.86 ตามลำดับ ในขณะที่ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ มีองค์ประกอบของธาตุคาร์บอน และออกซิเจนเท่านั้น (คาร์บอนร้อยละ 68.23 และออกซิเจน 31.77) ดังนั้นจึงแสดงให้เห็นว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นเกิดจากส่วนผสมของคาร์บอน (แกรไฟต์) และอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน



รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดร่วมกับการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (ก) แกรไฟต์ และ (ข) แกรไฟต์ผสมกับอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน

#### 4.2.3 การศึกษาความสามารถในการนำไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี (Electrochemical Impedance Spectroscopy: EIS)

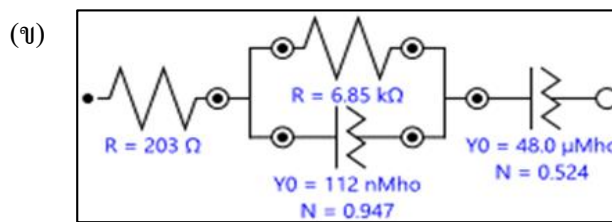
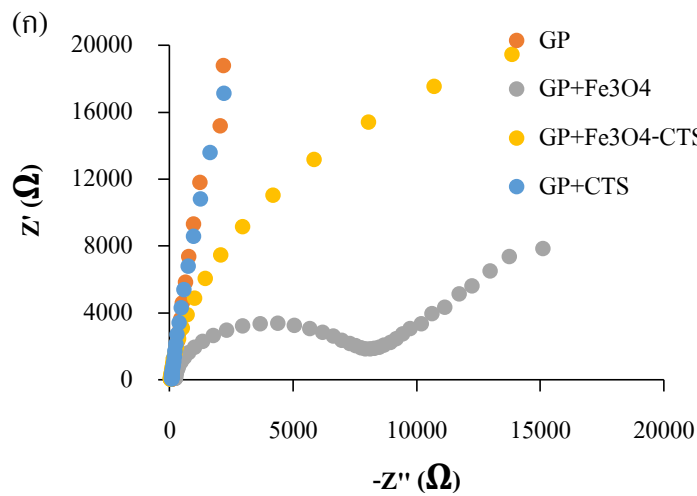
งานวิจัยนี้ได้ศึกษาความสามารถในการนำไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้า 4 ชนิด ได้แก่

- ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ (แกรไฟต์ผสมน้ำมันพาราฟิน)
- ขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโน (แกรไฟต์ผสมกับอนุภาคแม่เหล็กนาโน และน้ำมันพาราฟิน)
- ขั้วไฟฟ้าโคโตซาน (แกรไฟต์ผสมกับโคโตซาน และน้ำมันพาราฟิน)
- ขั้วไฟฟ้าโคโตซานอนุภาคนาโนแมกนีไทต์เคลือบโคโตซาน (แกรไฟต์ผสมกับอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน และน้ำมันพาราฟิน)

โดยนำขั้วไฟฟ้าทั้ง 4 ชนิดมาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EIS และจากผลการศึกษาแสดงในรูปของ Nyquist diagram ซึ่งโดยทั่วไป Nyquist diagram จะแบ่งเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่หนึ่งเป็นครึ่งวงกลม และส่วนที่สองเป็นเส้นตรง โดยส่วนที่เป็นครึ่งวงกลม จะแสดงถึงความต้านทานของขั้วไฟฟ้า ในกรณีที่ครึ่งวงกลมแคบ แสดงว่าความต้านทานการนำไฟฟ้าน้อย หรือนำไฟฟ้าได้ดี และในส่วนที่เป็นเส้นตรงแสดงถึงกระบวนการแพร่ของขั้วไฟฟ้า ดังแสดงในรูปที่ 4.9 (ก) จากผลการศึกษาพบว่า ขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนสามารถนำไฟฟ้าได้ดีที่สุดในขณะที่ขั้วไฟฟ้าโคโตซานนำไฟฟ้าได้ต่ำที่สุด ทั้งนี้เพราะอนุภาคแม่เหล็กนาโนมีคุณสมบัติการนำไฟฟ้าได้ดี [53,61-62] ดังนั้นจึงทำให้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนมีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้ดีที่สุด และสำหรับขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมีความสามารถในการนำไฟฟ้ารองลงมา (สีส้ม จากรูปที่ 4.9 (ก)) ทั้งนี้เพราะการพัฒนาขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนถูกเคลือบด้วยโคโตซาน ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่ไม่นำไฟฟ้า ดังนั้นจึงทำให้การนำไฟฟ้าของขั้วที่พัฒนาขึ้นนี้ นำไฟฟ้าได้รองลงมาจากขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนแมกนีไทต์ แต่อย่างไรก็ดี



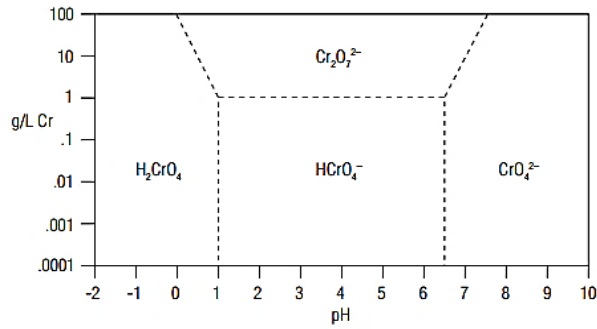
ตามข้อไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นนี้มีการนำไฟฟ้าได้ดีกว่าข้อคาร์บอนเพสต์ และข้อไฟฟ้าโคโตซาน และจากรูปที่ 4.9 (ข) แสดงวงจรไฟฟ้าของข้อไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้



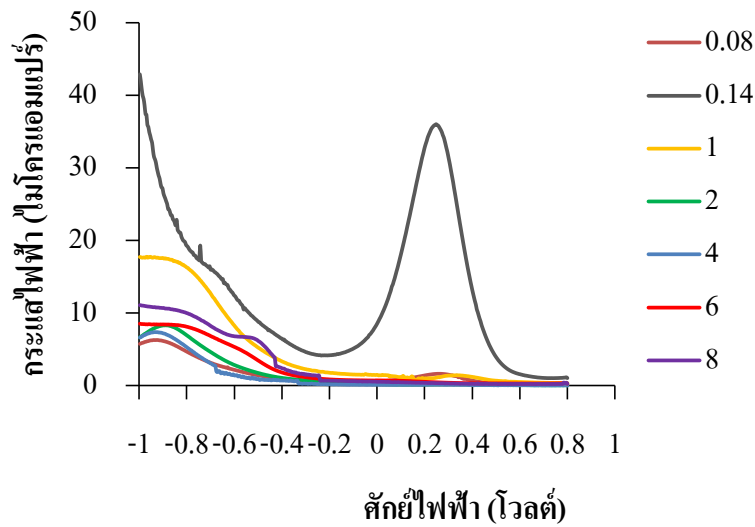
รูปที่ 4.9 (ก) Nyquist diagram และ (ข) วงจรจำลองจากผลการทดลองของข้อไฟฟ้าที่พัฒนาด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน

#### 4.2.4 การศึกษาพีเอชของสารละลายโครเมียม(VI)

การศึกษาผลพีเอชของสารละลายโครเมียม(VI) มีความสำคัญต่อการวิเคราะห์ด้วยข้อไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ที่ดัดแปลงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน เนื่องจากโครเมียม(VI) ที่อยู่ในพีเอชต่างๆ จะส่งผลให้โครเมียม(VI) มีสปีชีส์ที่ต่างกันดังรูปที่ 4.10 [63-64] อีกทั้งจากการศึกษาความสามารถในการดูดซับของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซานมีประสิทธิภาพมากในช่วงของความเป็นกรด และในส่วนที่ 1: การประยุกต์ใช้ออนุภาคแม่เหล็กนาโนสำหรับการดูดซับโครเมียม(VI) ในตัวอย่างน้ำที่จากห้องปฏิบัติการ ของงานวิจัยนี้พบว่าพีเอชมีผลต่อการดูดซับของโครเมียม(VI) ดังนั้นในส่วนที่ 2: การประยุกต์ใช้ออนุภาคแม่เหล็กนาโนสำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างน้ำดื่มและน้ำที่จากห้องปฏิบัติการของงานวิจัยนี้ จึงได้มีการศึกษาผลของพีเอชที่มีผลกระทบต่อวิเคราะห์โครเมียม(VI) โดยใช้ข้อไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวลแทมเมตรี โดยในการทดลองนี้ทำการศึกษาพีเอชตั้งแต่ 0.08 – 8.00 จากผลการทดลองดังรูปที่ 4.11 พบว่าที่พีเอช 0.14 ให้สัญญาณการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ดีที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับรายงานวิจัยของ Svančara et al., 2009 ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกพีเอช 0.14 เป็นค่าที่เหมาะสมในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.10 สปีชีส์ของโครเมียม(VI) ที่พีเอชต่าง ๆ [63]

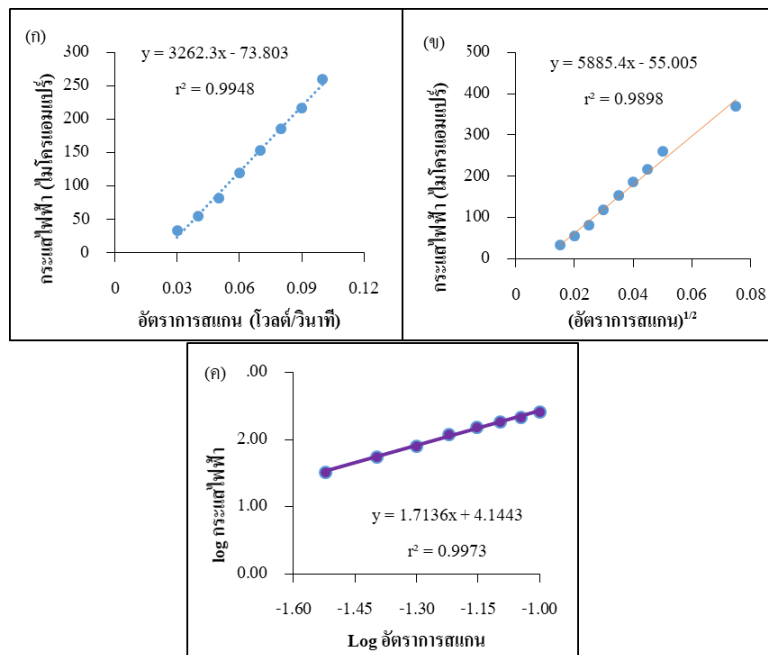


รูปที่ 4.11 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า ของสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 30 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่พีเอชต่าง ๆ ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวแทมเมตรี สภาวะการทดลอง: ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด 0.8 โวลต์ ระยะเวลาในการเกาะติด 300 วินาที ความถี่ 25 เฮิร์ตซ์ แอมพลิจูด 25 มิลลิโวลต์ สเตปโพอเทนเชียล 2 มิลลิโวลต์

#### 4.2.5 การศึกษาพฤติกรรมของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Voltammetric behavior of chitosan@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

จากการศึกษาพฤติกรรมของขั้วไฟฟ้า (diffusion หรือ adsorption behavior) ของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี และทำการเปรียบเทียบอัตราการสแกนตั้งแต่ 0.01 ถึง 0.2 โวลต์ต่อวินาที จากนั้นนำผลการศึกษามาสร้างกราฟความสัมพันธ์ ดังนี้ (ก) กระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์และอัตราการสแกน เพื่อศึกษาพฤติกรรมของการดูดซับ (ข) สำหรับกราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ และ (อัตราการสแกน)<sup>1/2</sup> เพื่อศึกษาพฤติกรรมของการแพร่ และ (ค) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างลอการิทึมของกระแสไฟฟ้า (log current) และลอการิทึมของอัตราการสแกน (log scan rate) เพื่อศึกษาพฤติกรรมผสมของการดูดซับและการแพร่ [45-46,65] ซึ่งจากผลการทดลอง พบว่าเมื่อเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r<sup>2</sup>) (รูปที่ 4.12 (ก) และ (ข)) และเมื่อพิจารณาค่าความชันจากกราฟที่ศึกษาพฤติกรรมผสม พบว่ามีค่าความชันมากกว่า

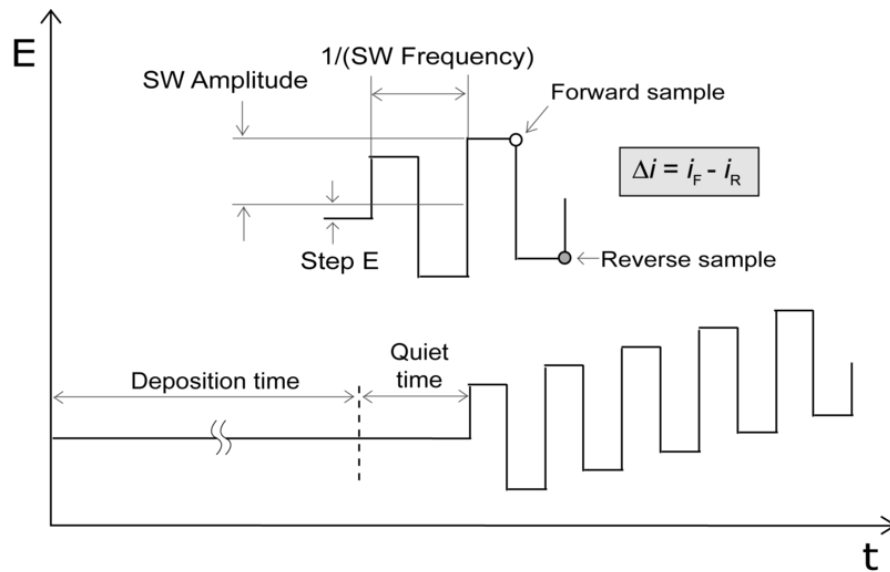
1 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าพฤติกรรมของโครเมียม(VI) และผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมีลักษณะพฤติกรรมสอดคล้องกับการดูดซับ ดังรูปที่ 4.12 (ค)



รูปที่ 4.12 (ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และอัตราการสแกน (ข) กระแสไฟฟ้า และ  $(\text{อัตราการสแกน})^{1/2}$  (ค) ลอการิทึมของกระแสไฟฟ้า และลอการิทึมของอัตราการสแกน สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี

#### 4.2.6 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรีในการตรวจวัดโลหะหนักโครเมียม(VI)

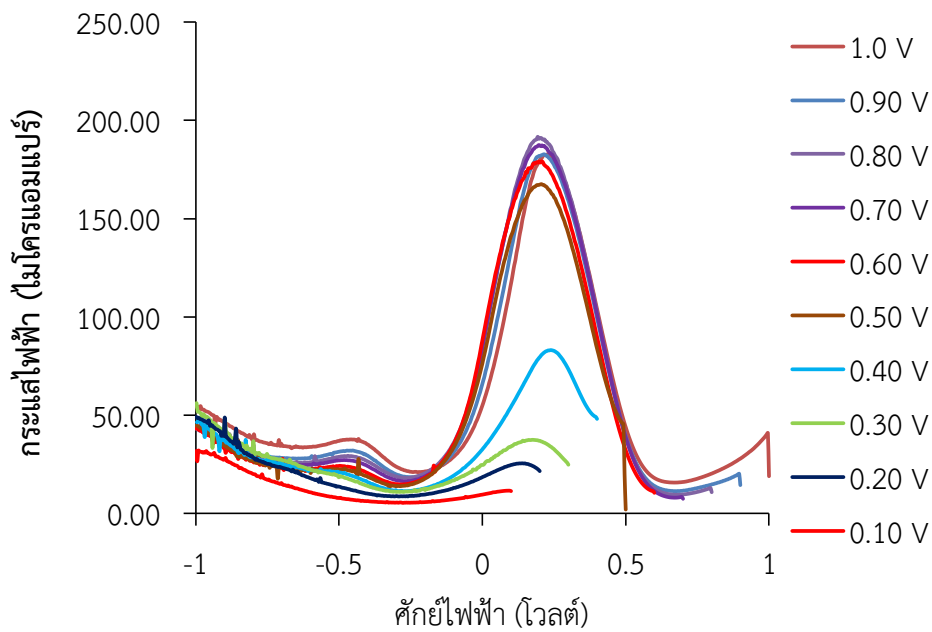
ปัจจัยที่มีผลสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี ศักย์ไฟฟ้า และเวลาในการเกาะติดสาร ความถี่ แอมพลิจูด และสแตปโพเทนเชียล [48,66] ซึ่งเป็นปัจจัยที่ใช้ในการศึกษาสำหรับงานวิจัยด้วยเช่นเดียวกัน จากรูป 4.13 แสดงรูปแบบคลื่นของเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี



รูปที่ 4.13 รูปแบบคลื่น(wave form) ของเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี (Lattach, 2011)

#### (ก) ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด

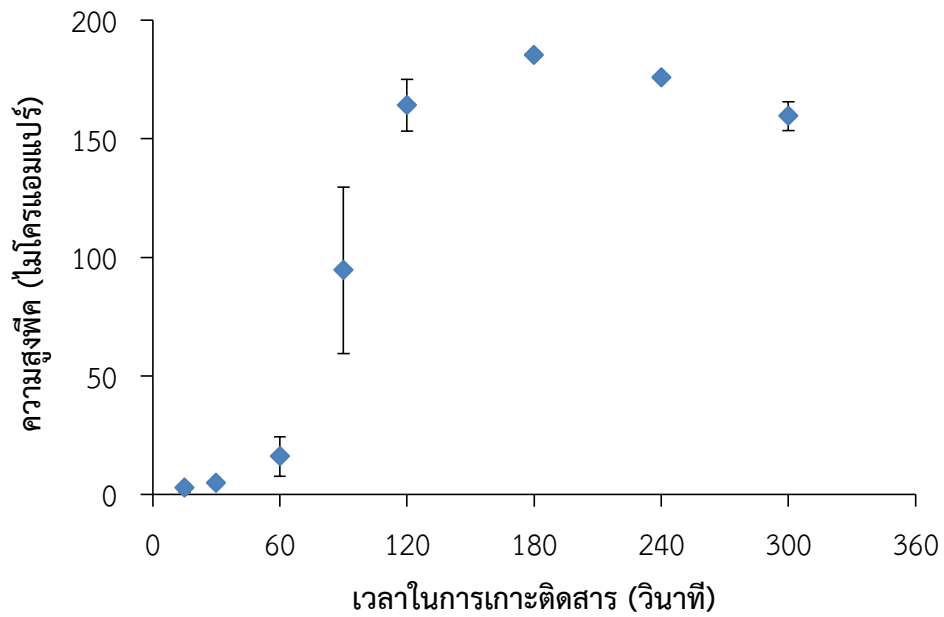
ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติดสารเป็นปัจจัยที่สำคัญที่ส่งผลต่อการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค สแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี [48,66] โดยในการทดลองนี้ทำการศึกษาศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติดสาร ตั้งแต่ 1.0 ถึง 0.1 สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) โดยใช้ขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซานที่พัฒนาขึ้น จากผลการทดลองพบว่าสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร แสดงดังรูปที่ 4-14 พบว่าค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0.6 ถึง 1.0 ลักษณะสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) มีลักษณะเป็นพีคที่สมมาตร ในขณะที่ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0.5 ถึง 0.1 โวลต์ สัญญาณที่ได้มีลักษณะเป็นพีคที่ไม่สมมาตร ดังนั้นค่ากระแสไฟฟ้าที่ต่ำกว่าค่าศักย์ไฟฟ้า 0.6 ถึง 1.0 โวลต์ ทั้งนี้เพราะค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0.5 ถึง 0.1 โวลต์เป็นค่าศักย์ไฟฟ้าที่โครเมียม(VI) เกิดปฏิกิริยารีดักชัน ซึ่งไม่สามารถเกาะติดอยู่ที่ขั้วไฟฟ้าได้ จึงทำให้กระแสไฟฟ้าต่ำ ดังนั้นในการทดลองนี้เลือกศักย์ไฟฟ้าที่ 0.8 โวลต์ เป็นศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติดที่เหมาะสม ทั้งนี้เพราะให้สัญญาณที่สมมาตร และให้กระแสไฟฟ้าสูง จึงเลือกใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ 0.8 โวลต์เป็นศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมต่อไป



รูปที่ 4.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และศักย์ไฟฟ้า ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตะซาน

#### (ข) เวลาในการเกาะติด (deposition time)

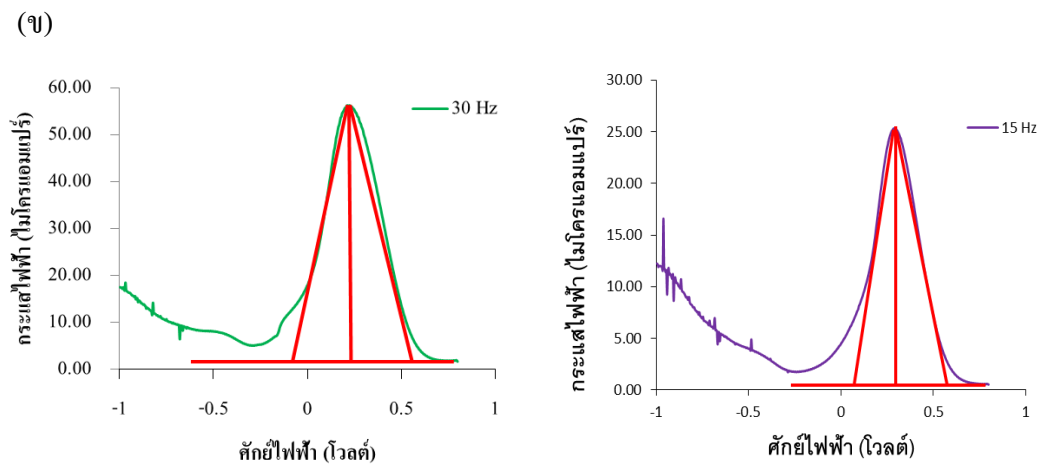
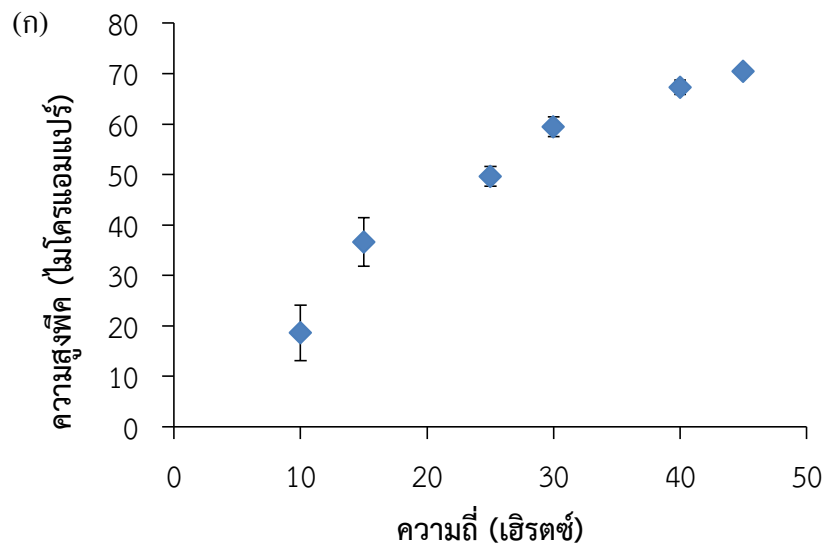
ระยะเวลาในการเกาะติดเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีผลรูปร่างและลักษณะของสัญญาณต่อการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวลแทมเมตรี โดยทั่วไปเมื่อระยะเวลาในการเกาะติดสารเพิ่มขึ้น กระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ก็จะมีค่าเพิ่มขึ้นด้วย [50, 67] และสำหรับการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาระยะเวลาในการเกาะติดตั้งแต่ 15 ถึง 300 วินาที และจากผลการศึกษาพบว่าที่ระยะเวลาในการเกาะติดตั้งแต่ 15 ถึง 180 วินาที กระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ดังรูปที่ 4.15 แต่เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการเกาะติดนานขึ้น (ตั้งแต่ 180 ถึง 300 วินาที) พบว่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ค่อนข้างคงที่ (รูปที่ 4.15) ทั้งนี้เพราะเมื่อระยะเวลาในการเกาะติดเพิ่มมากขึ้น แต่พื้นที่ของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนามีขนาดเท่าเดิม (เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร) ดังนั้นจึงทำให้ปริมาณของโครเมียม(VI) ที่ไปเกาะติดเดิมอยู่บนผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า ไม่สามารถเพิ่มไปมากกว่านี้ได้ จึงทำให้ค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้เริ่มคงที่ ดังนั้นในทดลองนี้จึงเลือกระยะเวลาในการเกาะติดสารที่ 180 วินาที เป็นระยะเวลาที่เหมาะสม เพื่อใช้ในการศึกษาต่อไป



รูปที่ 4.15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และศักย์ไฟฟ้า ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน

#### (ค) ความถี่ (frequency)

ลักษณะรูปร่างของสัญญาณที่ได้จากเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตรปิงโวลแทมเมตรีขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย และหนึ่งในปัจจัยนั้นคือ ความถี่ [66] และจากรายงานวิจัยของ Teófilo, Reis, Reis, Silva & Kubota (2004) [68] แสดงให้เห็นว่าเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น สัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์จะเพิ่มสูงขึ้น และในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาความถี่ตั้งแต่ 10 ถึง 45 เฮิร์ตซ์ ซึ่งในผลการทดลองดังรูปที่ 4.16 (ก) และสังเกตเห็นว่าเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น สัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ก็เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน ดังนั้นในการทดลองนี้เลือกใช้ความถี่ที่ 30 เฮิร์ตซ์ เป็นความถี่ที่เหมาะสม เพราะเป็นความถี่ที่ให้สัญญาณในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) มีลักษณะรูปร่างที่สมมาตร ให้กระแสไฟฟ้าสูง อีกทั้งค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานในการวิเคราะห์ต่ำด้วย

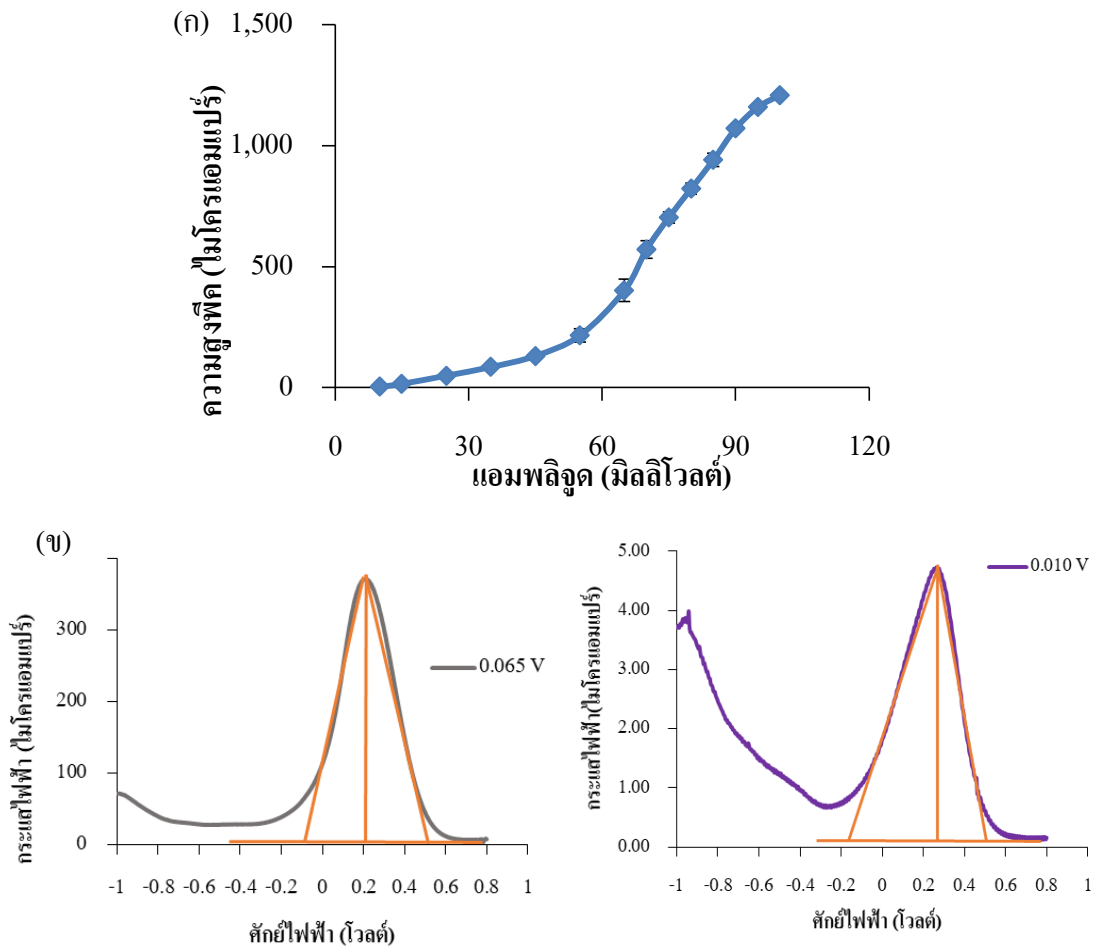


รูปที่ 4.16 (ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และความถี่ ที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน และ (ข) ตัวอย่างการวิเคราะห์ความสมมาตรของพีคที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ที่ความถี่ 30 เฮิรตซ์ (ซ้าย) และ 15 เฮิรตซ์ (ขวา)

#### (ง) แอมพลิจูด (amplitude)

แอมพลิจูดเป็นอีกปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะรูปร่างของสัญญาณที่ได้ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี เพราะแอมพลิจูดคือความสูงของพัลส์ของศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการศึกษา [48,66] โดยการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาแอมพลิจูดตั้งแต่ 10 ถึง 100 มิลลิโวลต์ สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น และจากผลการศึกษาพบว่า เมื่อแอมพลิจูดเพิ่มขึ้นค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ก็มีค่าเพิ่มสูงขึ้นด้วยเช่นเดียวกัน (รูปที่ 4.17 (ก)) แต่อย่างไรก็ตามพบว่าเมื่อพิจารณาถึงความสมมาตรของสัญญาณที่ได้ พบว่าค่าแอมพลิจูดมากกว่า 70

มิลลิโวลต์ เป็นต้นไปสัญญาณมีรูปร่างไม่สมมาตร ดังรูปที่ 4.17 (ข) ดังนั้นในการทดลองนี้เลือกใช้แอมพลิจูดที่ 65 มิลลิโวลต์ เป็นแอมพลิจูดที่เหมาะสมสำหรับการทดลองต่อไป

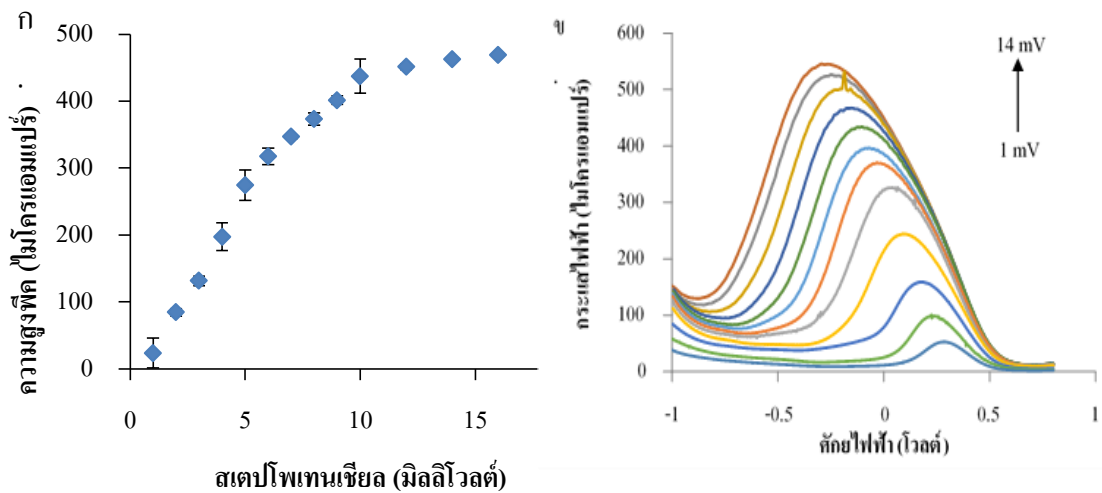


รูปที่ 4.17 (ก) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และแอมพลิจูด (ข) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า แลศักย์ไฟฟ้า ที่แอมพลิจูด 65 มิลลิโวลต์ (ซ้าย) และ 10 มิลลิโวลต์ (ขวา)

#### (จ) สเตปโพเทนเชียล (step potential)

สเตปโพเทนเชียล คือขนาดของศักย์ไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นในแต่ละขั้น ดังรูปที่ 4.18 ซึ่งส่งผลต่อสัญญาณการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปีงโวลแทมเมตรี เพื่อตรวจวัดโลหะโครเมียม(VI) [48,66] ซึ่งในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาสเตปโพเทนเชียลระหว่าง 1 ถึง 14 มิลลิโวลต์ จากผลการศึกษาพบว่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จะเพิ่มสูงขึ้นเมื่อสเตปโพเทนเชียลเพิ่มขึ้น (รูปที่ 4.18 (ก)) นอกจากนี้ยังพบว่าค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันของโครเมียม(VI) จะเลื่อน (shift) ไปในทิศทางที่เป็นลบเพิ่มมากขึ้นอีกด้วย และเมื่อพิจารณาความสมมาตรของสัญญาณที่ได้ พบว่าความสมมาตรของสัญญาณที่ได้จะลดลงเมื่อสเตปโพเทนเชียลเพิ่มสูงขึ้น (รูปที่ 4.18 (ข))



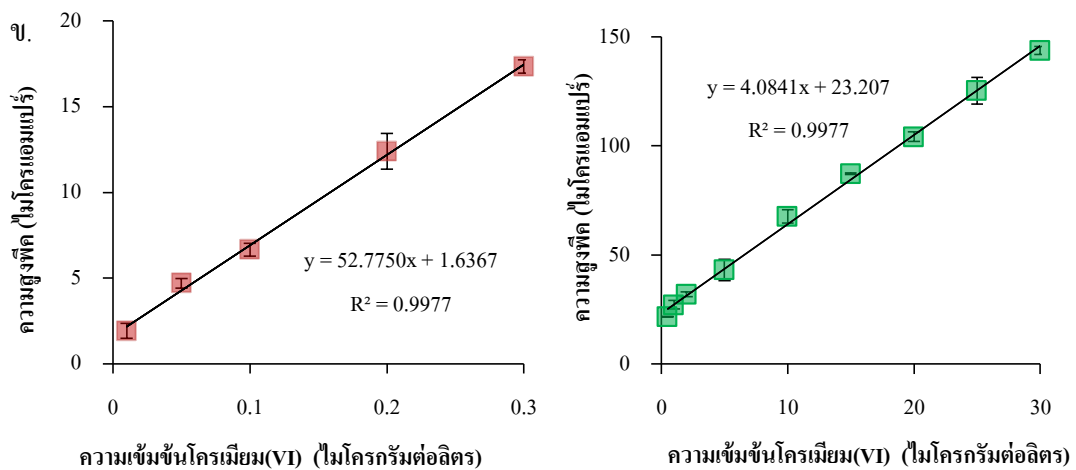
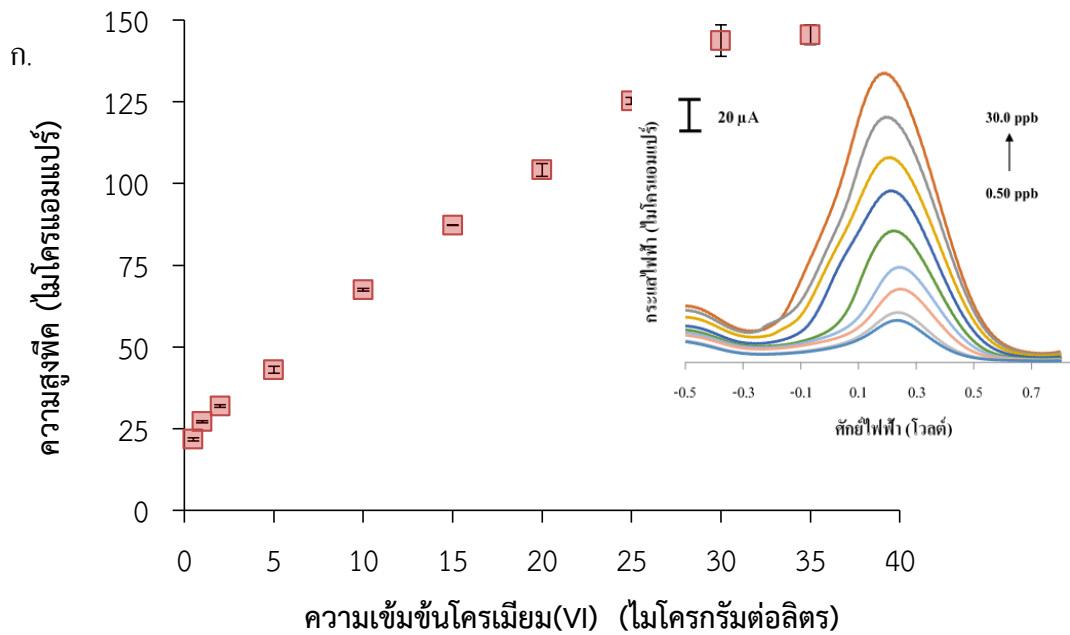


รูปที่ 4.18 (ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และสเถปโพเทนเชียล (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และสเถปโพเทนเชียล สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบิงโวลแทมเมทรี

#### 4.2.7 คุณลักษณะของการวิเคราะห์ (Analytical features)

##### (ก) ช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity range)

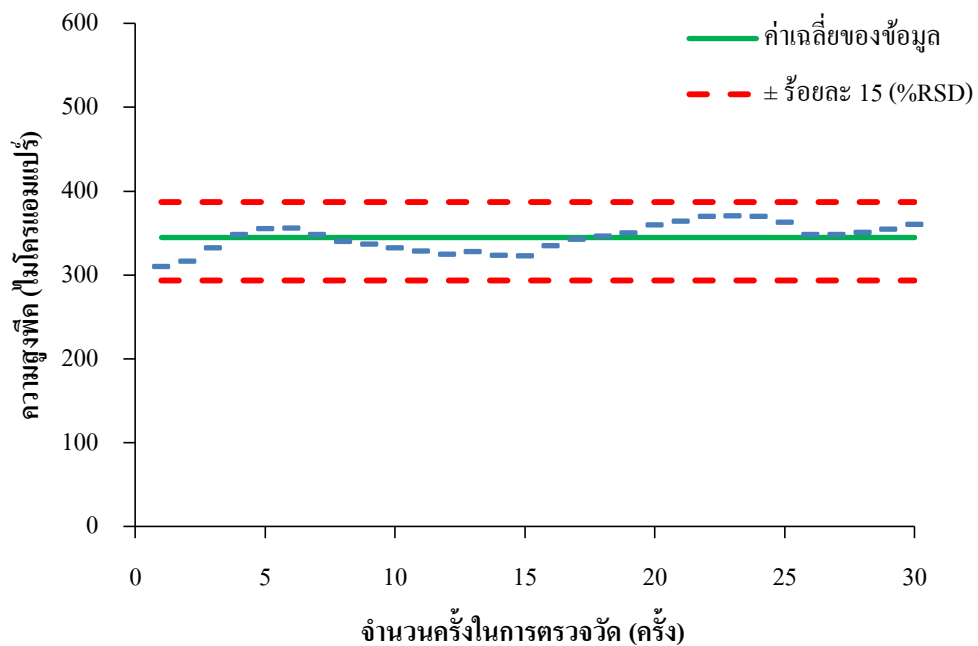
จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงที่เป็นการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซานที่พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้ พบว่าความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์โครเมียม(VI) อยู่ในช่วง 0.01 ถึง 0.3 ไมโครกรัมต่อลิตร (ภาพที่ 4-39 (ข)) และ 0.5 ถึง 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ ( $r^2$ ) = 0.9977 จากภาพที่ดังรูปที่ 4.19 แสดงกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้ และตัวอย่างสัญญาณที่วิเคราะห์ได้



รูปที่ 4.19 (ก) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และความเข้มข้นโครเมียม(VI) ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานที่พัฒนาขึ้น และตัวอย่างสัญญาณที่วิเคราะห์ได้ (ภาพแทรก) (ข) กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI)

#### (ข) ความเสถียรของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น (stability of the electrode)

สำหรับการศึกษาความเสถียรของขั้วไฟฟ้าแสดงในรูปของร้อยละเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) โดยตรวจวัดโครเมียม(VI) ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์พีเอช 0.14 เข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตรจำนวน 30 ครั้ง และคำนวณหาร้อยละเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์โดยร้อยละเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ที่ได้จะต้องไม่เกิน  $\pm 15\%$  [47-48] จากผลการทดลองพบว่า ร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของโครเมียม(VI) เท่ากับ 11.43 (n=30) ดังรูปที่ 4.20 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าขั้วไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซานที่พัฒนาขึ้นนี้ มีความเสถียร และมีศักยภาพในการที่จะนำไปใช้ประยุกต์ในการตรวจวิเคราะห์โครเมียม(VI) ได้



**รูปที่ 4.20** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงพีค และจำนวนครั้งในการวิเคราะห์โครเมียม (VI) สำหรับการศึกษาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของข้าวไฟฟ้า สภาวะทดลอง: ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด 0.8 โวลต์ ระยะเวลาในการเกาะติด 180 วินาที ความถี่ 30 เฮิร์ตซ์ แอมพลิจูด 65 มิลลิโวลต์ สเตปโพเทนเชียล 4 มิลลิโวลต์

**(ค) ขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ / ปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้**

การศึกษาค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ และปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ โดยทำการวัดความสูงของสัญญาณโลหะหนักที่วิเคราะห์ได้ต่อสัญญาณรบกวน ซึ่งสัญญาณที่วัดได้ต้องมีความสูงเป็น 3 เท่า ของสัญญาณรบกวนสำหรับการหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด สัญญาณที่วัดได้ต้องมีความสูงเป็น 10 เท่า ซึ่งจากผลการคำนวณพบว่าค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ของช่วงความเป็นเส้นตรง 0.01 ถึง 0.3 และ 0.5 ถึง 30 ไมโครกรัมต่อลิตร เท่ากับ 0.0061 และ 0.0784 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ และปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ 0.0202 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ (ตารางที่ 4.7)

ตารางที่ 4.4 คุณลักษณะของการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีง-โวลแทมเมตรี โดยใช้ขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น

คุณลักษณะการวิเคราะห์	ผลการศึกษา
ช่วงความเป็นเส้นตรง (ไมโครกรัมต่อลิตร)	0.01-0.3 และ 0.5-30
สมการเส้นตรงช่วง 0.01 ถึง 0.3 ไมโครกรัมต่อลิตร	$y = 52.7750x + 1.6367$ ( $r^2 = 0.9977$ )
สมการเส้นตรงช่วง 0.5 ถึง 30.0 ไมโครกรัมต่อลิตร	$y = 4.0841x + 23.027$ ( $r^2 = 0.9977$ )
ขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (ไมโครกรัมต่อลิตร)	0.0061 และ 0.0784
ปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (ไมโครกรัมต่อลิตร)	0.0202
ร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพันธ์ (n=30)	11.43

(ง) ร้อยละการได้กลับคืน (% Recovery)

สำหรับการศึกษาร้อยละการได้กลับคืนทำการทดลองตามข้อที่ 3.4.13 (ง) แล้วนำมาคำนวณร้อยละการได้กลับคืน จากผลการทดลองพบว่าค่าร้อยละการได้กลับคืนมีค่าอยู่ในช่วง 87 -108 แสดงดังตารางที่ 4.8 ซึ่งค่าร้อยละการได้กลับคืนดังกล่าวอยู่ในช่วงค่าที่ยอมรับได้ตามเกณฑ์มาตรฐานของ AOAC (2002) [47] คือมีค่าอยู่ในช่วง 75-120

ตารางที่ 4.5 ร้อยละการได้กลับคืนของตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้น

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นโครเมียม(VI) (ไมโครกรัมต่อลิตร)		ร้อยละการได้กลับคืน
	ที่เติม	ที่วัดได้	
S1	0.00	0.96	-
	0.50	1.46	101.23 ± 0.21
	3.00	3.95	99.88 ± 0.35
	6.00	6.88	98.75 ± 0.49
	9.00	9.42	94.07 ± 0.89
	12.00	13.39	103.57 ± 1.91
S2	0.00	0.24	-
	0.50	0.72	95.06 ± 0.18
	3.00	2.99	91.50 ± 0.35
	6.00	5.86	93.66 ± 0.95
	9.00	9.48	102.65 ± 0.43
	12.00	12.96	105.93 ± 0.83
S3	0.00	0.78	-
	0.50	1.33	109.79 ± 0.10
	3.00	3.70	97.33 ± 0.42
	6.00	6.71	98.73 ± 0.80
	9.00	9.56	97.57 ± 0.73
	12.00	13.17	103.22 ± 1.78
S4	0.00	0.18	-
	0.50	0.68	100.68 ± 0.17
	3.00	2.91	90.98 ± 0.36
	6.00	5.47	88.15 ± 0.15
	9.00	8.16	88.65 ± 0.19
	12.00	10.65	87.22 ± 0.47

#### 4.2.8 การศึกษาสารรบกวน (Interference study)

งานวิจัยนี้ได้ทำการหาวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในน้ำดื่ม และน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ ซึ่งในตัวอย่างทั้ง 2 ชนิด อาจมีโลหะหนักอื่น ๆ ปนเปื้อนอยู่ด้วย ซึ่งอาจส่งผลต่อการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างได้ ดังนั้นในการทดลองนี้ จึงได้ทำการศึกษาผลของสารรบกวน ได้แก่ โครเมียม(III) แคดเมียม(II) ตะกั่ว(II) ทองแดง(II) นิกเกิล(II) เหล็ก(II) และสังกะสี(II) โดยการเติมสารรบกวนลงไปในสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 0.5 ไมโครกรัมต่อลิตร ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม ซึ่งกำหนดค่าขีดความทนทาน (limit of tolerance) มีค่าความคลาดเคลื่อนน้อยกว่าร้อยละ 10 [32,50-49,69] และจากตารางที่ 4.9 พบว่า แคดเมียม(II) ตะกั่ว(II) และเหล็ก(II) มีค่าขีดความทนทาน เท่ากับ 10,000 : 1

(สารรบกวน : โครเมียม(VI)) ในขณะที่ ทองแดง(II) และนิกเกิล(II) มีค่าขีดความทนทาน เท่ากับ 100 : 1 (สารรบกวน : โครเมียม(VI)) และสำหรับ สังกะสี(II) และ โครเมียม(III) มีค่าขีดความทนทาน 10 : 1 (สารรบกวน : โครเมียม(VI)) แต่อย่างไรก็ตาม พบว่าในตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้มีเพียง 2 ชนิด คือ น้ำดื่ม และน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ ซึ่งจะเห็นว่าตัวอย่างน้ำดื่มจะไม่ปัญหาการปนเปื้อนด้วยสารรบกวนเหล่านี้ และสำหรับตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ ต้องทำการเจือจางมาก (1250 - 400,000 เท่า) เพื่อจะนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้น ดังนั้นสารรบกวนเหล่านี้จึงไม่ส่งผลต่อการวิเคราะห์ และนอกจากนี้ในการวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม(VI) ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นจะเป็นการวิเคราะห์ปริมาณ ด้วยวิธีเติมสารละลายมาตรฐาน (standard addition) ดังนั้นโลหะอื่น จึงไม่ส่งผลต่อการรบกวนการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้

**ตารางที่ 4.6** ร้อยละความคลาดเคลื่อน (%) ของสัญญาณการเปลี่ยนแปลงของโครเมียม(VI) ที่มีสารรบกวนต่าง ๆ ความเข้มข้นโครเมียม(VI) 0.5 ไมโครกรัมต่อลิตร

สารรบกวน	อัตราส่วนสารรบกวนต่อโครเมียม(VI)	% ความคลาดเคลื่อน (n=3)
โครเมียม(III)	10 : 1	8.97
แคดเมียม(II)	10000 : 1	3.80
ตะกั่ว(II)	10000 : 1	8.67
ทองแดง(II)	100 : 1	8.73
นิกเกิล(II)	100 : 1	6.77
เหล็ก(II)	10000 : 1	7.46
สังกะสี(II)	10 : 1	8.17

#### 4.2.9 การวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างจริง

ในงานวิจัยนี้ต้องการพัฒนาชีวไฟฟ้าคาร์บอนเพสต์ดัดแปรด้วยอนุภาคนาแมกนีไทด์เคลือบด้วยโคโคซาน เพื่อใช้ในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างจริง 2 ชนิด ได้แก่ ตัวอย่างน้ำทะเล และผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.10 โดยผลการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างนั้นได้ถูกนำมาศึกษาเปรียบเทียบกับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยการเกิดสารเชิงซ้อนกับไดฟีนิลคาร์บาร์ไซด์ ตรวจสอบด้วยเทคนิคยูวี วิสึเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี (วิธีมาตรฐาน) และเมื่อนำมาทดสอบสมมุติฐานด้วยการคำนวณทางสถิติ: paired t-test [49] พบว่าทั้งสองวิธีไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 (ตัวอย่างทะเล  $t_{cal}$  เท่ากับ 0.97 และ  $t_{crit}$  เท่ากับ 3.18 แสดงให้เห็นว่าการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยชีวไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโคซานตรวจสอบด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริบปิงโวลแทมเมทรีสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในตัวอย่างจริงได้

ตารางที่ 4.10 การวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม(VI) ในตัวอย่างจริง ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นโครเมียม(VI) ที่ตรวจวัดได้ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	
	วิธีมาตรฐาน <sup>*a</sup>	วิธีที่พัฒนาขึ้น <sup>*b</sup>
S1	$18.9 \times 10^{-3}$	$19.1 \times 10^{-3}$
S2	$29.9 \times 10^{-3}$	$30.6 \times 10^{-3}$
S3	$31.8 \times 10^{-3}$	$31.3 \times 10^{-3}$
S4	$35.4 \times 10^{-3}$	$36.1 \times 10^{-3}$

หมายเหตุ \*a คือ เทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี

\*b คือ เทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปริงโวลแทมเมทรี

#### 4.3 การถ่ายทอดวิธีที่พัฒนาขึ้นสู่กลุ่มเป้าหมาย

วิธีที่พัฒนานี้ได้ถูกนำไปถ่ายทอดสู่กลุ่มเป้าหมายโดยการนำเสนอในการประชุมวิชาการต่างๆ อาทิเช่น การประชุมวิชาการนานาชาติ BUU international conference 2016, การประชุมวิชาการนานาชาติ 14<sup>th</sup> International conference on Flow Analysis (Flow Analysis XIV) และการถ่ายทอดองค์ความรู้ที่ได้นี้แก่ผู้ที่สนใจ แสดงดังรูปที่ 4.21



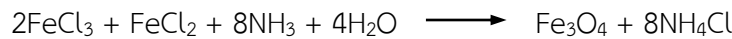
รูปที่ 4.21 ตัวอย่างภาพถ่ายการเข้าร่วมงานประชุมวิชาการต่างๆ เพื่อเผยแพร่ และถ่ายทอดองค์ความรู้ที่ได้จากโครงการวิจัยฯ นี้ให้แก่ผู้ที่สนใจ

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

#### 5.1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน

การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน หรืออนุภาคนาโนแมกนีไทต์ในโครงการวิจัยนี้ ได้ใช้ปฏิกิริยาการตกตะกอนร่วมระหว่าง Fe(II)/Fe(III) โดยอาศัยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ดังนี้ [25]



ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมคือ ใช้  $\text{NH}_4\text{OH}$  เข้มข้น 0.7 โมลาร์ (พีเอช 11) ด้วยอัตราการหยด  $15 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการกวนที่ 1,225 rpm พบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอยู่ที่  $8.88 \pm 2.30$  นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดที่ต้องการ (ระดับนาโนเมตร)

#### 5.2 การเคลือบไคโตซานบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

ตารางที่ 5.1 แสดงผลสรุปสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน

ตารางที่ 5.1 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน

ปัจจัยที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสม
<u>ไคโตซาน</u>	
● ปริมาณไคโตซาน (กรัม)	0.2
● ปริมาตร 25%กลูตารัลดีไฮด์ (มิลลิลิตร)	0.5
● ระยะเวลาการเกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลของไคโตซาน (นาที)	240

#### 5.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์

จากผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี และการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน แสดงให้เห็นว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนนี้สามารถถูกเคลือบด้วยไคโตซานและสามารถนำมาพัฒนาเป็นชีวไฟฟ้าได้

#### 5.4 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมชีวไฟฟ้า

จากผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมชีวไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 5.3



## ตารางที่ 5.2 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับเตรียมขั้วไฟฟ้า

ปัจจัยที่ศึกษา	สภาวะที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสม
● ชนิดของวัสดุรองรับ	แกรไฟต์ คาร์บอนเพสต์ และ คาร์บอนนาโนทิวป์	แกรไฟต์
● ขนาดของแกรไฟต์ ( $\mu\text{m}$ )	20-75	20
● ชนิดของสารเชื่อม	พาราฟิน และแนฟิออน	พาราฟิน
● ปริมาตรของสารเชื่อม (ร้อยละ)	10-40	25
● น้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน (ร้อยละ)	5-20	10

## 5.5 การศึกษาพีเอชของสารละลายโครเมียม(VI) และพฤติกรรมของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นในการวิเคราะห์โครเมียม(VI)

เนื่องจากพีเอชส่งผลต่อสปีซีของโครเมียม(VI) ดังนั้นในการทดลองนี้จึงได้ศึกษาผลของพีเอชที่มีต่อการวิเคราะห์ ซึ่งจากผลการศึกษาพบว่าที่พีเอชของสารละลายที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนแมกนีไทต์ที่เคลือบด้วยโคโตซานมีค่าเท่ากับ 0.14 และเมื่อศึกษาพฤติกรรมของขั้วไฟฟ้าพฤติกรรมระหว่างโครเมียม(VI)และผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น พบว่ามีพฤติกรรมในลักษณะของการดูดซับ (adsorption)

## 5.6 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรีในการวิเคราะห์โครเมียม(VI)

จากผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี สรุปดังตารางที่ 5.3

## ตารางที่ 5.3 สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมขั้วไฟฟ้าสำหรับการวิเคราะห์โครเมียมด้วยเทคนิคสแควร์-เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี

ปัจจัยที่ศึกษา	สภาวะที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสม
● ศักย์ไฟฟ้าในการเกาะติด (V)	1.0-0.1	0.8
● เวลาในการเกาะติด (s)	15-300	180
● ความถี่ (Hz)	10-45	30
● แอมพลิจูด (mV)	10-100	65
● สเตปโวลแทจ (mV)	1-14	4

## 5.7 คุณลักษณะของการวิเคราะห์

จากผลการศึกษาคุณลักษณะของการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยข้าวไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นโดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี สรุปดังตารางที่ 5.4

**ตารางที่ 5.4** คุณลักษณะของการวิเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยข้าวไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นโดยใช้เทคนิคเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี

คุณลักษณะการวิเคราะห์	ผลการศึกษา
ช่วงความเป็นเส้นตรง (ไมโครกรัมต่อลิตร)	0.01-0.3 และ 0.5-30
สมการเส้นตรงช่วง 0.01 ถึง 0.3 ไมโครกรัมต่อลิตร	$y = 52.7750x + 1.6367$ ( $r^2 = 0.9977$ )
สมการเส้นตรงช่วง 0.5 ถึง 30.0 ไมโครกรัมต่อลิตร	$y = 4.0841x + 23.027$ ( $r^2 = 0.9977$ )
ขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (ไมโครกรัมต่อลิตร)	0.0061 และ 0.0784
ปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (ไมโครกรัมต่อลิตร)	0.0202
ร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (n=30)	11.43

## 5.8 การประยุกต์ใช้ข้าวไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซานเพื่อการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างน้ำทะเลบริเวณบางแสน

สำหรับการนำอนุภาคนาโนแมกนีไทต์เคลือบโคโตซานสำหรับการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างน้ำทะเลด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรี พบว่าข้าวไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมีศักยภาพในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างน้ำทะเลบริเวณบางแสนได้เป็นอย่างดี และเมื่อนำมาทดสอบสมมุติฐานด้วยการคำนวณทางสถิติ: paired t-test [49] พบว่าทั้งสองวิธีไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 (ตัวอย่างน้ำทะเล  $t_{cal}$  เท่ากับ 0.97 และ  $t_{crit}$  เท่ากับ 3.18) แสดงให้เห็นว่าการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ด้วยข้าวไฟฟ้าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซานตรวจวัดด้วยเทคนิค สแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมทรีสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในตัวอย่างจริงได้ อีกทั้งเมื่อพิจารณาถึงคุณภาพของน้ำทะเลโดยพิจารณาเฉพาะปริมาณของโครเมียม(VI) พบว่าน้ำทะเลบริเวณชายหาดบางแสนมีปริมาณของโครเมียม(VI) ไม่เกินมาตรฐานที่กำหนด

## 5.8 ข้อเสนอแนะเกี่ยวกับงานวิจัยขั้นต่อไป

จากรายงานวิจัยนี้ข้าวไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นจากโครงการวิจัยฯ นี้ สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างจริงได้ (แหล่งน้ำธรรมชาติต่างๆ หรือแหล่งน้ำทิ้ง เป็นต้น) แต่อย่างไรก็ตามหากมีการพัฒนาต่อยอดโดยทำเป็นชุดทดสอบภาคสนามจะสามารถทำให้มีศักยภาพในการวิเคราะห์โครเมียม(VI) ในตัวอย่างน้ำทางสิ่งแวดล้อมได้

## 5.9 ผลผลิต

สำหรับผลผลิตที่ได้จากโครงการวิจัยในปีงบประมาณ 2561 มีดังนี้

- การนำเสนอผลงานวิจัย: การประชุมวิชาการนานาชาติ BUU international conference 2016 และการประชุมวิชาการ 14<sup>th</sup> International conference on Flow Analysis (Flow Analysis XIV)

- มีผลงานวิจัยตีพิมพ์:

(ก) บทความวิจัยที่ได้รับการตอบรับจากวารสารตีพิมพ์ลงในวารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ เรื่อง “อนุภาคนาโนแมกนีไทต์เคลือบด้วยอะกาโรส: การเตรียมและการประยุกต์ใช้สำหรับการดูดซับโคบอลต์”

(ข) อยู่ในขั้นตอนของการร่างต้นฉบับบทความวิจัยเพื่อตีพิมพ์ลงวารสารระดับนานาชาติ

- การผลิตนิสิต:

สำเร็จการศึกษาแล้ว จำนวน 3 คน (ระดับปริญญาตรี)

- นางสาวอุไรรัช ลบไธสง
- นางสาวเพชรลดา สัญชยานุกูล
- นางสาวสุตารัตน์ พรเพชรไพบุลย์

สำเร็จการศึกษาแล้ว จำนวน 1 คน (ระดับปริญญาโท)

- นางสาวเพชรลดา สัญชยานุกูล

บรรณานุกรม

## บรรณานุกรม

- [1] ลักษณ์ สัมมานิติ เอกสารประกอบการสอน: วิชาภูมิศาสตร์กายภาพ ภาควิชาภูมิทัศน์และอนุรักษ์สิ่งแวดล้อม คณะผลิตกรรมการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้
- [2] ประกาศคณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ ฉบับที่ 27 (พ.ศ.2549) เรื่อง กำหนดมาตรฐานคุณภาพน้ำทะเล ดัชนีพื้ในราชกิจจานุเบกษา 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 ultratrace 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 electro- thermal atomic absorption spectrometry and atomic fluorescence spectrometry: A comparative study. *Analytica Chimica Acta*. 664, 114–120.
- [15] Hutton, E.A., Hočevár, S.B., Mauko, L. & Ogorevc, B. (2006). Bismuth film electrode for anodic stripping voltammetric determination of tin. *Analytica Chimica Acta*. 580, 244-250.
- [16] Song, W-J., Wang, X-W., Ding, J-W., Zhang, J., Zhang, R-M. & Qin, W. (2012). Electrochemical sensing system for determination of heavy metals in sea water. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*. 40(5), 670-674.
- [17] Medina-Sánchez, M., Cadevall, M., Ros, J. & Merkoci, A. (2015). Eco-friendly electrochemical lab-on-paper for heavy metal detection. *Analytical Bioanalytical Chemistry*. 407, 8445–8449.
- [18] Zhang, X., Zhang, Y., Ding, D., Zhao, J., Lui, J., Yang, W. & Qu, K. (2016). On-site determination of Pb<sup>2+</sup> and Cd<sup>2+</sup> in seawater by double stripping voltammetry with bismuth-modified working electrodes. *Microchemical Journal*. 126, 280-286.
- [19] Vijayakumar, R., Kolytyn, Y., Felner, I. & Gedanken, A. (2000). Sonochemical synthesis and characterization of pure nanometer-sized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> particles. *Materials Science and Engineering A*. 286, 101–105.
- [20] Rodríguez-López, A., Torres-Torres, D., Mojica-Gomez, J., Estrada-Arteaga, C. & Antano-López, R. (2011). Characterization by electrochemical impedance spectroscopy of magnetite nano- particles supported on carbon paste electrode. *Electrochimica Acta*. 56, 8078–8084.
- [21] Haghshenas, E., Madrakian, T. & Afkhami, A. (2015). A novel electrochemical sensor based on magneto Au nanoparticles/carbon paste electrode for voltammetric

- determination of acetaminophen in real samples. *Materials Science and Engineering C*. 57, 205-214.
- [22] Li-Jun, S., Zhong-Qin, P., Jing, X., Xiao-Jun, L., Feng-Ting, S., Feng-Ming, S., Ning, B. & Hai-Ying, G. (2013). Electrocatalytic activity of salicylic acid on Au@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposites modified electrode and its detection in tomato leaves infected with *Botrytis cinerea*. *Journal of Electroanalytical Chemistry*. 706, 127-132
- [23] Parsaei, M., Asadi, Z. & Khodadoust, S. (2015). A sensitive electrochemical sensor for rapid and selective determination of nitrite ion in water samples using modified carbon paste electrode with a newly synthesized cobalt(II)-Sciff base complex and magnetite nanospheres. *Sensors and Actuators B: Chemical*. 220, 1131-1138.
- [24] Zhou, S-F., Han, X-J. & Lui, Y-Q. (2016). SWASV performance toward heavy metal ions based on a high-activity and sample magnetic chitosan sensing nanomaterials. *Journal of Alloys and Compounds*. 684, 1-7.
- [25] Wang, F.Y., Wang, H. & Ma, J.W. (2010). Adsorption of cadmium (II) ions from aqueous solution by a new low-coat adsorbent–bamboo charcoal. *Journal of Hazardous Materials*, 177, 300-306.
- [26] Iqbal, M. & Ashiq, M.N. (2007). Adsorption of dyes from aqueous solutions on activated charcoal. *Journal of Hazardous Materials B*, 139, 57-66.
- [27] Cai, Y., Shen, Y., Xie, A., Li, S. & Wang, X. (2010). Green synthesis of soya bean sprouts-mediated superparamagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, 2938-2943.
- [28] Xu, J., Yang, H., Fu, W., Du, K., Sui, Y. & Chen, J. (2007). Preparation and magnetic properties of magnetite nanoparticles by sol–gel method. *Journal of Colloid and Interface Science*. 314, 274–280.
- [29] ศศิธร มั่นเจริญ & ปิยะพร ณ หนองคาย. (2559). การกำจัดโลหะอันตรายในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) เคลือบด้วยพอลิเมอร์. รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์: มหาวิทยาลัยบูรพา
- [30] Goy, R. C., Britto, D. & Assis O. B. G. (2009). A Review of the Antimicrobial Activity of Chitosan, *Ciência e Tecnologia*, 19, 241-247.
- [31] Zhang, L., Xia, W., Teng, B., Liu, X. & Zhang, W. (2013). Zirconium cross-linked chitosan composite: Preparation, characterization and application in adsorption of Cr (VI). *Chemical Engineering Journal*, 229, 1–8.
- [32] Bhatt, R., Sreedhar, B. & Padmaja, P. (2015). Adsorption of chromium from aqueous solutions using crosslinked chitosan–diethylenetriaminepentaacetic acid. *International Journal of Biological Macromolecules*, 74, 458–466.

- [33] Dima, J. B., Sequeiros, C. & Zaritzky, N.E. (2015). Hexavalent chromium removal in contaminated water using reticulated chitosan micro/nanoparticles from seafood processing wastes. *Chemosphere*, 141, 100–111.
- [34] Liu, H. H., Tian, Q. Z., Lu, X. Z., Zhang, L. Z., Zhang M., & Pang W. D. (2004). Direct electro-chemistry and electrocatalysis of heme-proteins entrapped in agarose hydrogel films. *Biosensors and Bioelectronics*, 20, 294-304.
- [35] Li, J., Guo, Z., Zhang S., & Wang, X. (2011). Enrich and seal radionuclides in magnetic agarose microspheres. *Chemical Engineering Journal*, 172, 892-897.
- [36] Martinez-Huitle, C. A., Fernandes, N. S., Cerro-Lopez, M. & Quiroz M. A. (2010). Determination of Trace Metals by Differential Pulse Voltammetry at Chitosan Modified Electrodes. *Portugaliae Electrochimica Acta*, 28(1), 39-49.
- [37] โครงสร้างอะกาโรสปอลิเมอร์. วันที่ค้นข้อมูล 29 ธันวาคม 2558. เข้าถึงได้จาก <https://en.wikipedia.org/wiki/Agarose>.
- [38] Jahanbani, S. & Benvidi, A. (2016). Comparison of two fabricated aptasensors based on modified carbon paste/oleic acid and magnetic bar carbon paste/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@oleic acid nanoparticle electrodes for tetracyclin detection. *Biosensor and Bioelectronics*, 85, 553-562.
- [39] Mohammad, B.G., Maryam, T. & Elinaz, Y. (2015). Electrooxidation behavior of warfarin in Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles modified carbon paste electrode and its determination in real samples. *Materials Science and Engineering C*, 48, 235-242.
- [40] Kingsley, M.P., Desai, P.B., & Srivastava, A.K. (2015). Simultaneous electro-catalytic oxidative determination of ascorbic acid and folic acid using Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles modified carbon paste electrode. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 741, 71-79.
- [41] Benvidi, A., Jahanbani, S. Akbari, A. & Zare, H.R. (2015). Simultaneous determination of hydrazine and hydroxylamine on a magnetic bar carbon paste electrode modified with reduced graphene oxide/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles and a heterogeneous mediator. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 758, 68-77.
- [42] Neeraj, G., Krishnan, S., P. Kumar, S., Shriashvarya, R. K., & Kumar, V. V. (2016). Performance study on sequestration of copper ions from contaminated water using newly synthesized high effective chitosan coated magnetic nanoparticles. *Journal of Molecular Liquids*, 214, 335-346.
- [43] Nasirimoghaddam, S., Zeinali, S., & Sabbaghi, S. (2015). Chitosan coated magnetic nanoparticles as nano-adsorbent for efficient removal of mercury contents from



- industrial aqueous and oily samples. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 27, 79-87.
- [44] Bée, A., Talbot, D., Abramson, S., & Dupuis, V. (2011). Magnetic alginate beads for Pb(II) ions removal from wastewater. *Journal of Colloid and Interface Science*, 362, 486-492.
- [45] Wyantuti, S., Hartati, Y. W., Panatarani, C. & Tjokronegoro, R. (2015). Cyclic Voltammetric Study of Chromium (VI) and Chromium (III) on the Gold Nanoparticles-Modified Glassy Carbon Electrode. *Procedia Chemistry*, 17, 170-176.
- [46] Asangil, D., Hudai Tasdemir, I. & Kilic, E. (2012). Adsorptive stripping voltammetric methods for determination of aripiprazole. *J Pharm Anal*, 2(3), 193-199.
- [47] AOAC. (2002). Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Diatar Supplements and Botanicals Retrieved from [https://www.aoac.org/aoac\\_prod\\_imis/AOAC\\_Docs/StandardsDevelopment/SLV\\_Guidelines\\_Dietary\\_Supplements.pdf](https://www.aoac.org/aoac_prod_imis/AOAC_Docs/StandardsDevelopment/SLV_Guidelines_Dietary_Supplements.pdf).
- [48] Saleh, G. A., Askal, H. F., Refaat, I. H., Naggat, A. H. & Abdel-aal, F. A. M. (2016). Adsorptive square wave voltammetric determination of the antiviral drug valacyclovir on a novel sensor of copper microparticles-modified pencil graphite electrode. *Arabian Journal of Chemistry*, 9(1), 143-151.
- [49] Carrera, P., Espinoza-Montero, P. J., Fernández, L., Romero, H. & Alvarado, J. (2017). Electrochemical determination of arsenic in natural waters using carbon fiber ultra-microelectrodes modified with gold nanoparticles. *Talanta*, 166, 198-206.
- [50] Tukur, S. A., Yusof, N. A. & Hajian, R. (2015). Linear sweep anodic stripping voltammetry: Determination of Chromium (VI) using synthesized gold nanoparticles modified screen-printed electrode. *Journal of Chemical Sciences*, 127(6), 1075-1081.
- [51] Benvidi, A., Jahanbani, S., Mirjalili, B.-F. & Zare, R. (2016). Electrocatalytic oxidation of hydrazine on magnetic bar carbon paste electrode modified with benzothiazole and iron oxide nanoparticles: Simultaneous determination of hydrazine and phenol. *Chinese Journal of Catalysis*, 37(4), 549-560.
- [52] Ensafi, A.A., Bahrami, H., Karimi-Maleh, H. & Mallakpour, S. (2012). Carbon Paste Electrode Prepared from Chemically Modified Multiwall Carbon Nanotubes for the Voltammetric Determination of Isoprenaline in Pharmaceutical and Urine Samples. *Chinese Journal of Catalysis*, 33(11-12), 1919-1926.
- [53] Gholivand, M. B., Torkashvand, M. & Yavari, E. (2015). Electrooxidation behavior of warfarin in Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles modified carbon paste electrode and its determination in real samples. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*, 48, 235-242.

- [54] Stanić, Z., Stepanović, J. & Simić, Z. (2012). Voltammetric and potentiometric characterization of magnetite electrode for the assay of weak organic acids in non-aqueous media. *Polyhedron*, 45(1), 43-47.
- [55] Kousalya, G. N., Rajiv Gandhi, M. & Meenakshi, S. (2010). Sorption of chromium(VI) using modified forms of chitosan beads. *Int J Biol Macromol*, 47(2), 308-315.
- [56] Liu, Y.-q., Liu, Y.-g., Hu, X.-j. & Guo, Y.-m. (2013). Adsorption of Cr(VI) by modified chitosan from heavy-metal polluted water of Xiangjiang River, China. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 23(10), 3095-3103.
- [57] Phillips, C., Al-Ahmadi, A., Potts, S.-J., Claypole, T. & Deganello, D. (2017). The effect of graphite and carbon black ratios on conductive ink performance. *Journal of Materials Science*, 52(16), 9520-9530.
- [58] Nagata, K., Iwabuki, H. & Nigo, H. (2012). Effect of particle size of graphites on electrical conductivity of graphite/polymer composite. *Composite Interfaces*, 6(5), 483-495.
- [59] Muppariqoh, N. M., Wahyuni, W. T. & Putra, B. R. (2017). Detection of vitamin b1 (thiamine) using modified carbon paste electrodes with polypyrrole. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 58.
- [60] Zayed, S. I. M. & Arida, H. A. M. (2013). Preparation of Carbon Paste Electrodes and Its Using in Voltammetric Determination of Amiloride Hydrochloride Using in the Treatment of High Blood Pressure. *International Journal of Electrochemical Science*, 8(1), 1340-1348.
- [61] Dehdashtian, S., Gholivand, M. B., Shamsipur, M. & kariminia, S. (2016). Construction of a sensitive and selective sensor for morphine using chitosan coated Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticle as a modifier. *Materials Science and Engineering: C*, 58, 53-59.
- [62] Fan, H.-L., Zhou, S.-F., Gao, J. Liu, Y.-Z. (2016). Continuous preparation of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles through Impinging Stream-Rotating Packed Bed reactor and their electrochemistry detection toward heavy metal ions. *Journal of Alloys and Compounds*, 671, 354-359.
- [63] Kachoosangi, R. T. & Compton, R. G. (2013). Voltammetric determination of Chromium(VI) using a gold film modified carbon composite electrode. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 178, 555-562.
- [64] Welch, C. M., Nekrassova, O. & Compton, R. G. (2005). Reduction of hexavalent chromium at solid electrodes in acidic media: reaction mechanism and analytical applications. *Talanta*, 65(1), 74-80.

- [65] Izadyar, A., Al-Amoody, F. & Arachchige, D. R. (2016). Ion transfer stripping voltammetry to detect nanomolar concentrations of Cr(VI) in drinking water. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 782, 43-49.
- [66] Mekonnen, A., Saini, R. C., Tadese, A. & Pal, R. (2014). Square wave voltammetric determination of pyridoxine in pharmaceutical preparations using cobalthexacyanoferrate modified carbon paste electrode. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 6(1), 544-551.
- [67] Sari, T. K., Jin, J., Zein, R. & Munaf, E. (2017). Anodic Stripping Voltammetry for the Determination of Trace Cr(VI) with Graphite/Styrene-Acrylonitrile Copolymer Composite Electrodes. *Analytical Sciences*, 33(7), 801-806.
- [68] Liu, B., Lu, L., Wang, M. & Zi, Y. (2008). A study of nanostructured gold modified glassy carbon electrode for the determination of trace Cr(VI). *J. Chem. Sci.*, 150(5), 493-498.
- [69] Teófilo, R. F., Reis, E. L., Reis, C., Silva, G. A. d. & Kubota, L. T. (2004). Experimental design employed to square wave voltammetry response optimization for the glyphosate determination. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 15, 865-871.
- [70] Rojas-Romo, C., Serrano, N., Arino, C., Arancibia, V., Diaz-Cruz, J. M. Esteban, M. (2016). Determination of Sb(III) using an ex-situ bismuth screen-printed carbon electrode by adsorptive stripping voltammetry. *Talanta*, 155, 21-27.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก



This is to certify that

**Sasithorn Muncharoen**

presented the research work entitled

**Chitosan coated magnetite nanoparticle as a working electrode for  
determination of Cr(VI) using square wave adsorptive cathodic  
stripping voltammetry**

in the 14<sup>th</sup> International Conference on Flow Analysis  
Bangkok, Thailand  
December 2-7, 2018

Prof. Supa Hannongbua  
President of the Chemical Society of Thailand

Assoc. Prof. Duangjai Nacapricha  
Chairperson of Flow Analysis XIV



This is to certify that

**Sasithorn Muncharoen**

has participated in  
the 14<sup>th</sup> International Conference on Flow Analysis  
Bangkok, Thailand  
December 2-7, 2018

Prof. Supa Hannongbua  
President of the Chemical Society of Thailand

Assoc. Prof. Duangjai Nacapricha  
Chairperson of Flow Analysis XIV

## ภาคผนวก ข



วันที่ 17 เดือน พฤษภาคม พ.ศ. 2561

เรื่อง ตอบรับการตีพิมพ์บทความ

เรียน ดรศศิธร มั่นเจริญ

สิ่งที่ส่งมาด้วย

ตามที่ท่านได้ส่งบทความชื่อ อนาคตนาโนแมกนีไทด์เคลือบด้วยอะกาโรส: การเตรียมและ การประยุกต์ใช้สำหรับการดูดซับโคบอลต์(II) เพื่อขอรับการพิจารณาตีพิมพ์ในวารสาร วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี บัณฑิต ผู้ทรงคุณวุฒิได้อ่านและให้ความเห็นต่อบทความของท่านแล้ว มีความเห็น "ให้ตีพิมพ์บทความโดยไม่ต้องแก้ไข"

ในกรณีนี้ กองบรรณาธิการจึงมีความยินดีจะแจ้งให้ท่านทราบว่าบทความของท่านจะได้รับการตีพิมพ์ในวารสาร วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ขอให้ท่านดำเนินการในขั้นตอนมอบลิขสิทธิ์ผ่านระบบ TU-OSS เป็นขั้นตอนสุดท้าย กองบรรณาธิการจะเผยแพร่บทความของท่านผ่านหน้าเว็บไซต์

<http://tuoss.research.tu.ac.th/forthcoming/list?code=urfwpn1u> ก่อนดำเนินการจัดพิมพ์เป็นเล่มต่อไป

จึงเรียนมาเพื่อโปรดทราบ

ขอแสดงความนับถือ

(รศ.ดร.ธีระชัย ธนानันต์)  
บรรณาธิการ

## รายงานการใช้จ่ายเงิน

เลขที่โครงการระบบบริหารงานวิจัย 256106A1080014 สัญญาเลขที่ 233/2561

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนรัฐบาล)

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561

มหาวิทยาลัยบูรพา

ชื่อโครงการ: การสร้างชีวไฟฟ้าคาร์บอนเพสที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์  
สำหรับตรวจวัดโลหะอันตรายเพื่อติดตามคุณภาพน้ำทะเลบริเวณชายหาดบางแสน

ชื่อหัวหน้าโครงการฯ: ผศ.ดร.ศศิธร มั่นเจริญ

รายงานช่วงวันที่ 1 ต.ค. 2560 ถึงวันที่ 30 ก.ย. 2561

ระยะเวลาดำเนินการ 1 ปี

จำนวนเงินที่ได้รับ

งวดที่ 1 (50% มหาวิทยาลัยหัก 10% ออกแล้ว) 216,000 บาท เมื่อ 31/10/2560

งวดที่ 2 (50% มหาวิทยาลัยหัก 10% ออกแล้ว) 172,800 บาท เมื่อ 24/04/2561

งวดที่ 3 -

สรุปงบประมาณในภาพรวม

ลำดับ	กิจกรรม/รายการ	งบประมาณ (บาท)	เบิกจ่าย (บาท)	คงเหลือ (บาท)
1.	ค่าจ้างนักวิจัย	139,000	139,000	-
2.	ค่าตอบแทน	45,000	45,000	-
3.	ค่าวัสดุ	150,000	150,000	-
4.	ค่าใช้สอย	98,000	98,000	-
5.	ค่าใช้จ่ายอื่นๆ -ค่าธรรมเนียม 10%	48,000	48,000	-
	รวม	480,000	480,000	-

(.....)

ผศ.ดร.ศศิธร มั่นเจริญ

หัวหน้าโครงการวิจัยฯ ผู้รับทุน