



รายงานการวิจัย

การวิเคราะห์โลหะหนักโดยใช้ขั้วไฟฟ้าดัดแปลง 5-กรดอะมิโนลิวูลินิก-ไค
โตซาน

Analysis of heavy metals using 5-amino levulinic acid (ALA)-
chitosan modified electrodes

รัตติยา สารดิษฐ์ Rattiya Saradit
สุภามาส อินทฤทธิ์ Supamas Intharit

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย

ได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย
งบประมาณเงินรายได้ ประจำปี พ.ศ. 2561

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย งบประมาณเงินรายได้ประจำปี 2561 เป็นงานวิจัยพื้นฐานเพื่อก่อให้เกิดองค์ความรู้ใหม่ในการประเมินความเป็นไปได้ที่จะพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีประโยชน์ ตลอดจนผลการวิจัยสามารถใช้เป็นแนวทางในการต่อยอดความรู้ได้

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัยที่ได้ให้การสนับสนุนทุนในการทำวิจัยนี้ ขอขอบคุณผู้เกี่ยวข้องทุกฝ่ายที่ได้ให้ความช่วยเหลือในด้านต่างๆ ทั้งความสะดวกในการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์ ตลอดจนสถานที่ในการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่าง ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการที่ให้การช่วยเหลืออำนวยความสะดวกด้วยดีตลอดมา ขอขอบคุณผู้ร่วมวิจัยที่อุทิศกำลังกายและกำลังใจช่วยในการวิจัยครั้งนี้ลุล่วงได้ด้วยดี ตลอดจนครอบครัวที่ให้ความห่วงใย เป็นกำลังใจให้เสมอมา ประโยชน์อันใดที่เกิดจากงานวิจัยนี้ย่อมเป็นผลมาจากความกรุณาของท่านและหน่วยงาน ผู้วิจัยจึงใคร่ขอขอบพระคุณมา ณ โอกาส นี้

รัตติยา สารดิษฐ์
สุภามาส อินทฤทธิ์
มีนาคม 2562



การวิเคราะห์โลหะหนักโดยใช้ข้าวไฟฟ้าดัดแปลง 5-กรดอะมิโนลิวูลินิก-ไคโตซาน

รัตติยา สารดิษฐ์ และสุภามาส อินทฤทธิ์¹

บทคัดย่อ

ในการศึกษาครั้งนี้ได้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเตรียมและการดัดแปลงข้าวไฟฟ้าด้วย 5-กรดอะมิโนลิวูลินิก (ALA) - ไคโตซาน การศึกษาคุณสมบัติทางเคมีไฟฟ้าและพารามิเตอร์ที่เหมาะสมของข้าวไฟฟ้าดัดแปลง 5-กรดอะมิโนลิวูลินิก (ALA) - ไคโตซาน ได้รับการตรวจสอบโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าข้าวไฟฟ้าดัดแปลง ALA-chitosan มีประสิทธิภาพในการตรวจวัดตะกั่ว เนื่องจากมีค่ากระแสสูงและมีค่าศักย์คงที่ สภาวะที่เหมาะสมสำหรับตรวจวัดตะกั่วคือใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตตที่ pH 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ อัตราการสแกนเท่ากับ 0.6 โวลต์ต่อวินาที ระยะเวลาการตกตะกอน 80 วินาที เวลาเข้าสู่สมดุลคือ 20 วินาที และค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรงเท่ากับ 0.995

คำสำคัญ: ข้าวไฟฟ้าดัดแปลง ไคโตซาน 5-กรดอะมิโนลิวูลินิก

¹ อาจารย์ สาขาวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย อ.ทุ่งสง จ.นครศรีธรรมราช

Analysis of heavy metals using 5-amino levulinic acid (ALA)- chitosan modified electrodes

Rattiya Saradit and Supamas Intharit¹

Abstract

In this study the objective was proposed to investigate the preparation and modification of electrodes with 5-amino levulinic acid (ALA)-chitosan. The electrochemical characterization and optimum parameter of ALA-chitosan Modified Electrode has been investigated by cyclic voltammetry. The result has shown the ALA-chitosan Modified Electrode effective in measuring lead due to the highest current and the most stable voltage. The optimal conditions was observed for sodium acetate solution at pH 7 as supporting electrolyte, scan rate is 0.6 V/s, deposition time is 80 s, equilibration time is 20 s. and correlation coefficient is 0.995.

Keywords: modified electrode, chitosan, 5-amino levulinic acid

¹ Department of Science, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Srivijaya, Thungsong, Nakhonsithammarat.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	จ
สารบัญภาพ	ฉ
คำอธิบายสัญลักษณ์	ช
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	2
1.3 วัตถุประสงค์	9
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	9
บทที่ 2 วิธีการดำเนินงานวิจัย	
2.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี	10
2.2 วิธีการทดลอง	12
บทที่ 3 ผลการวิจัยและวิจารณ์ผล	
3.1 เตรียมขั้วไฟฟ้าดัดแปลง ALA- Chitosan Carbon Paste Electrode	15
3.2 การศึกษาพฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีของโลหะหนัก โดยใช้ขั้ว ALA-Chitosan โดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry	15
3.3 ปัจจัยที่เหมาะสมของขั้วดัดแปลง ALA – Chitosan	16
บทที่ 4 สรุปผลการวิจัย	22
บรรณานุกรม	23
ภาคผนวก ก	24
ภาคผนวก ข	38
ภาคผนวก ค	40

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 3.1 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l เมื่อใช้สารละลาย อิเล็กโทรไลต์ชนิดต่างๆ	16
ตารางที่ 3.2 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดที่ pH ต่างๆ และวิธีดั้งเดิม	17
ตารางที่ 3.3 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 7 ที่ค่า scan rate ต่างๆ	18
ตารางที่ 3.4 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 7 ที่ค่า deposition time ต่างๆ	19
ตารางที่ 3.5 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 7 ที่ค่า equilibration time ต่างๆ	20
ตารางที่ 3.6 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 10-50 mg/l เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์	21

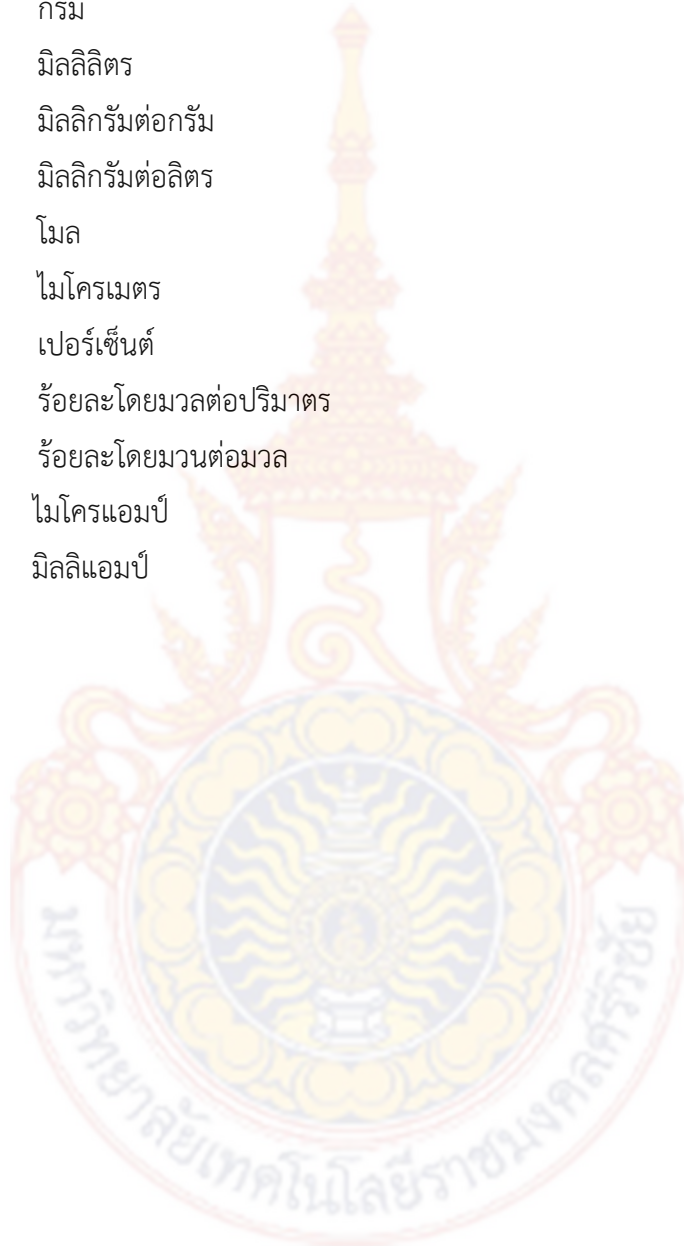


สารบัญรูปภาพ

	หน้า
ภาพที่ 1.1 โครงสร้างของไคตินและไคโตซาน	2
ภาพที่ 1.2 โครงสร้างของกรด 5-อะมิโนสิวาลินิก (ALA)	3
ภาพที่ 1.3 แบบของศักย์ไฟฟ้าที่ให้ในไซคลิกโวลแทมเมตรี	4
ภาพที่ 1.4 ไซคลิกโวลแทมโม่แกรม	5
ภาพที่ 2.1 เครื่อง VA 797 Computrace Analyzer connected to a Mertrohm.VA 797 multimode electrode	11
ภาพที่ 2.2 ขั้ว ALA Chitosan-CPE เป็น working electrode	11
ภาพที่ 2.3 ขั้ว Ag/AgCl saturated เป็น reference electrode	11
ภาพที่ 2.4 ขั้ว platinum เป็น Auxillary electrode	12
ภาพที่ 3.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าดัดแปลง ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode	15
ภาพที่ 3.2 พฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าของสารละลาย (ก) Cu(II) (ข) Pb (II) โดยใช้ขั้ว ALA- Chitosan Carbon Paste Electrode	16
ภาพที่ 3.3 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ pH ต่างๆ โดยใช้ขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดเป็นสารละลาย อิเล็กโทรไลต์	17
ภาพที่ 3.4 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 mg/l ที่ค่า scan rate ต่างๆเมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์	18
ภาพที่ 3.5 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 mg/l ที่ค่า deposition time ต่างๆเมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์	19
ภาพที่ 3.6 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 mg/l ที่ค่า equilibration time ต่างๆเมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์	20
ภาพที่ 3.7 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 10 – 50 mg/l โดยใช้โซเดียมอะซิเตด pH 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์	21

คำอธิบายสัญลักษณ์

°C	องศาเซลเซียส
g	กรัม
ml	มิลลิลิตร
mg/g	มิลลิกรัมต่อกรัม
mg/ l	มิลลิกรัมต่อลิตร
mol	โมล
µm	ไมโครเมตร
%	เปอร์เซ็นต์
% w/v	ร้อยละโดยมวลต่อปริมาตร
% w/w	ร้อยละโดยมวลต่อมวล
µA	ไมโครแอมป์
mA	มิลลิแอมป์



บทที่ 1 บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

ไคโตซานเป็นสารธรรมชาติชนิดหนึ่งซึ่งเป็นอนุพันธ์ที่ไม่ละลายน้ำของไคติน พบได้ในสัตว์กระดอง แข็งและขาเป็นปล้อง เช่น เปลือกกุ้ง กุ้ง และกระดองปู ซึ่งเมื่อนำมาสกัดแยกเอาแคลเซียม โปรตีน และแร่ธาตุที่ไม่ต้องการออกไป ก็จะได้สารสำคัญที่มีโครงสร้างทางเคมีคล้ายเซลลูโลส เรียกว่า "ไคติน" (chi-tin) และเมื่อนำไคตินผ่านกระบวนการทางเคมีอีกครั้ง ก็จะได้สารที่เรียกว่า "ไคโตซาน" ได้มีการทดลองใช้สารไคโตซานครั้งแรกในการบำบัดน้ำเสียแบบชีวภาพที่ประเทศญี่ปุ่น ซึ่งหลังจากนั้นไคโตซานก็ได้เข้ามามีบทบาทในวงการอุตสาหกรรมหลายสาขาซึ่งประโยชน์ของไคโตซานนั้นมีมากมาย เช่น เป็นสารเติมแต่งในเครื่องสำอาง ช่วยห้ามเลือดในวงการแพทย์ เป็นสารลดการแพ้ ป้องกันภาวะไขมันในเลือดสูง ใช้ทำปุ๋ยชีวภาพ ใช้ในอุตสาหกรรมสิ่งทอ และยังมีประสิทธิภาพในการจับกับโลหะหนักอีกด้วย(กมลศิริพันธ์นิยะ, 2556)โดยไคโตซานมีลักษณะโดดเด่นเฉพาะตัว คือเป็นวัสดุชีวภาพ ("Biomaterials") มีความปลอดภัยในการนำมาใช้กับมนุษย์โดยไม่เกิดผลเสียและปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อม ไม่เกิดอาการแพ้ ไม่เป็นวัตถุไวไฟและไม่เป็นพิษ ซึ่งปัจจุบันได้มีวิวัฒนาการการเปลี่ยนไคโตซานให้มีขนาดอนุภาคที่เล็กมากในระดับนาโนเพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณสารต่างๆ จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าได้มีการนำไคโตซานมาประยุกต์ใช้เพื่อทำเป็นขั้วตัดแปลงในการวิเคราะห์โลหะหนัก โดยอาจนำมาเคลือบเป็นแผ่นฟิล์ม (Deng P. et al, 2014) หรือนำมาทำการดีโพสิทบนขั้วคาร์บอน (Zheng M. et al, 2013) ไคโตซานที่ใช้อาจอยู่ในรูปไคโตซานบริสุทธิ์หรือไคโตซานผสมกับสารอื่นๆก็ได้ โดยจุดเด่นของการตัดแปลงขั้วคือการแก้ปัญหาของขั้วสำเร็จรูป เช่น ขั้วทอง ขั้วเงิน ขั้วหยาบพรอท หรือขั้วโลหะผสมต่างๆซึ่งพบว่าขั้วเหล่านี้เป็นขั้วที่วิเคราะห์ยาก ไม่เฉพาะเจาะจง มีช่วงการตอบสนองที่ไม่กว้าง ไม่เสถียร ราคาแพง และขั้วบางชนิดพบว่าอาจเป็นพิษแก่สิ่งแวดล้อมได้ เช่น ขั้วหยาบพรอท ซึ่งอาจก่อให้เกิดปัญหาตามมามากมาย (จิราภรณ์ อ่ำพันธ์, 2543)

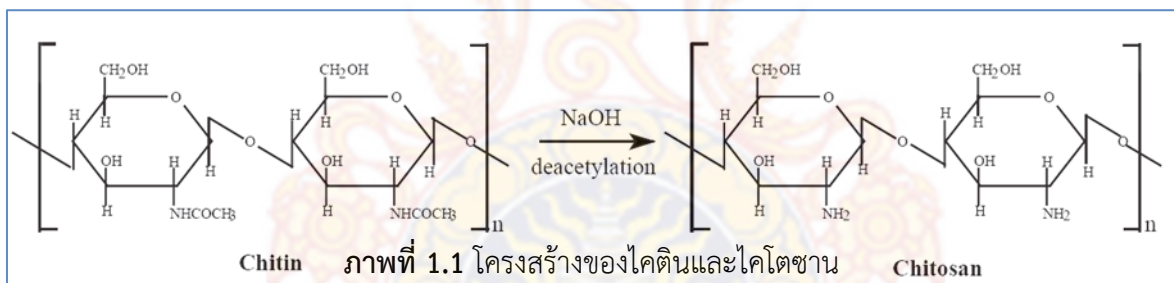
งานวิจัยชิ้นนี้จึงได้มีการตัดแปลงขั้วไฟฟ้าโดยใช้ปรับแต่งด้วยไคโตซานกับกรด 5-อะมิโนลีวูลินิก (ALA)-เพื่อใช้ในการตรวจวัดโลหะหนักโดยใช้เทคนิคโวลแทมเมทรี เพื่อทดแทนขั้วสำเร็จรูปที่มีราคาแพงและอาจก่อให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อม

1.2 ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.2.1 ทฤษฎี

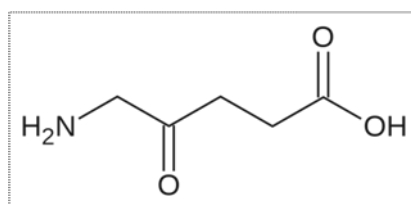
1.2.1.1 ไคโตซาน(Chitosan)

ไคโตซาน เป็นไบโอโพลิเมอร์ธรรมชาติอย่างหนึ่ง มีองค์ประกอบสำคัญในรูปของ D-glucosamine พบได้ในธรรมชาติ โดยเป็นองค์ประกอบอยู่ในเปลือกนอกของสัตว์พวก กุ้ง ปู แมลง และ เชื้อรา เป็นสารธรรมชาติที่มีลักษณะโดดเด่นเฉพาะตัว คือ เป็นวัสดุชีวภาพ(Biometerial) ย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ มีความปลอดภัยในการนำมาใช้กับมนุษย์ ไม่เกิดผลเสียและปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อม ไม่เกิดการแพ้ ไม้ไวไฟและไม่เป็นพิษต่อพืช (non - phytotoxic) นอกจากนี้ยังส่งเสริมการเพิ่มปริมาณของสิ่งมีชีวิตที่มีประโยชน์ซึ่งไคโตซาน คือสารไคตินในรูปที่มีปริมาณหมู่อะซิทิลต่ำ ที่เกิดจากปฏิกิริยากำจัดหมู่อะซิทิล (degree of deacetylation, DD) ของสารไคตินด้วยด่างเข้มข้น เมื่อมีการกำจัดหมู่อะซิทิลประมาณ 60% จะสามารถละลายในกรดเจือจางได้ การกำจัดหมู่อะซิทิลจะใช้วิธีทางเคมี ทำให้โครงสร้างทางเคมีของสารไคตินเปลี่ยนไป โดยหมู่อะเซทาไมด์ (NH-CO-CH₃) จะเปลี่ยนเป็นหมู่อะมิโน (-NH₂) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 ดังนั้นสารไคโตซานคือโพลิเมอร์ของ D-glucosamine (2-amino-deoxy-D-glucose)(กมลศิริพันธ์นิยม, 2556)



1.2.1.2 กรด 5-อะมิโนลิวกลินิก(ALA)

กรด 5-อะมิโนลิวกลินิก เป็นสารตัวกลางตัวแรกของวิถีการสังเคราะห์ฮีม คลอโรฟิลล์และวิตามินบี12ในสิ่งมีชีวิต กรด 5-อะมิโนลิวกลินิกเป็นสารที่ใช้ในการส่งเสริมการเจริญเติบโตของพืชและรักษาโรคมะเร็งกรด 5-อะมิโนลิวกลินิก มีการผลิตจากแบคทีเรียที่สังเคราะห์แสงได้แต่ยังไม่มีรายงานการผลิตกรด 5-อะมิโนลิวกลินิกจากแบคทีเรียโพรทีโอไนซึ่งเป็นแบคทีเรียที่สังเคราะห์วิตามินบี 12 เนื่องจากโพรทีโอไนแบคทีเรียเป็นโพรไบโอติกแบคทีเรีย ที่ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร เนยและนม อาหารสัตว์สารประกอบเตตราไซคลีน ดังนั้นจึงนับว่าเป็นแบคทีเรียที่มีศักยภาพในการนำมาพัฒนาเพื่อผลิตกรด5-อะมิโนลิวกลินิก



1.2.1.3 ตะกั่ว

ตะกั่วเป็นที่รู้จักมานานตั้งแต่ 3,500 ปีก่อนคริสตกาล ในอียิปต์สมัยโบราณมีการใช้แร่ตะกั่วเป็นเครื่องสำอางสำหรับทาตา โลหะตะกั่วก็นับเป็นโลหะชนิดหนึ่งที่มีการใช้มานานที่สุด การค้นพบโลหะตะกั่วเกิดขึ้นโดยบังเอิญ โดยขณะที่มีการก่อองไฟบนแร่ที่มีส่วนผสมของตะกั่วได้เกิดมีโลหะตะกั่วหลอมเหลวไหลออกมาบริเวณกองไฟนั้น เนื่องจากตะกั่วมีจุดหลอมเหลวต่ำจึงสามารถสกัดเอาโลหะออกจากแร่ได้โดยง่ายด้วยอุณหภูมิที่ไม่สูงนัก ชาวโรมันโบราณเริ่มนำโลหะตะกั่วมาใช้อย่างจริงจังสำหรับผลิตเป็นภาชนะและท่อน้ำซึ่งยังคงหลักฐานอยู่จนกระทั่งปัจจุบัน นับจากนั้นก็ได้มีการใช้ประโยชน์จากโลหะตะกั่วอย่างแพร่หลาย

โลหะตะกั่วเป็นมีคุณสมบัติเด่นคือ มีหลอมเหลวต่ำ มีความหนาแน่นสูง มีความอ่อนตัวสูง ความแข็งแรงอยู่ในเกณฑ์ต่ำ มีคุณสมบัติหล่อลื่น และต้านทานการกัดกร่อนได้ดี การใช้ประโยชน์โลหะตะกั่วส่วนใหญ่จะใช้ในอุตสาหกรรมทำแบตเตอรี่รถยนต์ ใช้เป็นสารประกอบตะกั่วสำหรับผสมทำสีใช้ทำลูกกระสุนและยุทธภัณฑ์ ใช้ทำฉากรกันเพื่อป้องกันรังสีต่างๆ เช่น รังสีเอ็กซ์ รังสีเบต้า รังสีแกมมา เป็นต้น นอกจากนี้ยังใช้เป็นธาตุผสมกับโลหะทองแดงและเหล็ก เพื่อเพิ่มคุณสมบัติด้านการกลึงหรือตัด ซึ่งการนำตะกั่วไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ ทั้งสภาพโลหะและสารเคมีที่สำคัญ

ตะกั่วเป็นโลหะที่ร่างกายไม่ต้องการ คือไม่มีส่วนที่เกี่ยวข้องกับระบบเผาผลาญอาหาร (metabolism) ตะกั่วยังเป็นพิษต่อร่างกายอย่างแรง ถ้าร่างกายรับตะกั่วเข้าไปในปริมาณสูง โดยปกติร่างกายคนเราสามารถทนต่อตะกั่วในปริมาณสูงพอสมควร มีการวิจัยพบว่าคนทั่วไปมีตะกั่วในเลือด 0.25 ppm โดยไม่เกิดอาการเป็นพิษแต่อย่างใด แต่ถ้าร่างกายรับตะกั่วเข้าไปในปริมาณมากในทันทีทันใดเช่นในเลือดมีมากกว่า 0.8 ppm จะเกิดอาการเป็นพิษอย่างฉับพลัน เช่น เกิดอาการปวดท้องอย่างแรง อุจจาระมีสีดำเกิดจากมีPbSในอุจจาระ เกิดอาการ ซีดตื้นเต็นง่าย ความจำเสื่อม และทำอันตรายต่อไต อาการพิษตะกั่วอย่างฉับพลันมักเกิดในคนงานที่ทำงานในอุตสาหกรรมที่ใช้ตะกั่วในกระบวนการการผลิต เช่น โรงงานสังเคราะห์เตตระเอทิลเลด โรงงานแบตเตอรี่รถยนต์ เป็นต้น

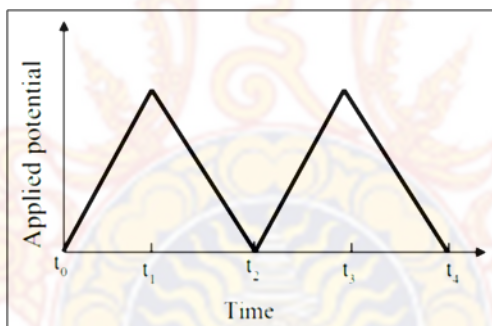
1.2.1.4 เทคนิคโวลแทมเมตรี (Voltammetry Technique)

โวลแทมเมตรีเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมีที่เกี่ยวข้องกับการให้ศักย์ไฟฟ้าที่ควบคุมได้ จากวงจรอิเล็กทรอนิกส์ภายนอกแก่ขั้วไฟฟ้าของเซลล์ไฟฟ้าเคมี ศักย์ไฟฟ้าที่ให้นี้ทำให้ขั้วทำงาน (Working electrode; WE) มีค่าศักย์ไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งจะทำให้สารบางชนิดที่อยู่ในสารละลายสามารถเกิดปฏิกิริยาถ่ายเทอิเล็กตรอน (electron transfer reaction) บนผิวของขั้วไฟฟ้าได้ นั่นคือ มีการให้ หรือ รับอิเล็กตรอนที่ Working Electrode ทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าไหลผ่านของ Working Electrode กระแสที่เกิดขึ้นนี้จะถูกตรวจวัดโดยวงจรอิเล็กทรอนิกส์ภายนอก ซึ่งขนาดของกระแสมีความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารที่เกิดปฏิกิริยา(ฮานินท์ แดงควาร์มย์และมานิชย์ ฌโนมวงค์, 2556)

ไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry: CV) เรียกว่าเทคนิค CV เป็นเทคนิคหนึ่งที่น่าสนใจกันอย่างแพร่หลายในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (quantitative analysis) ทางด้านสาขาเคมีและสาขาอื่นๆ ที่เกี่ยวข้อง นอกจากนี้ยังมีการนำมาศึกษาในด้านที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการรีดอกซ์ (redox

process) การเกิดสารตัวกลาง (intermediates) และความคงตัวของสารผลิตภัณฑ์ เป็นต้น ทางด้านนักเคมีอินทรีย์ได้ใช้เทคนิคนี้ศึกษาปฏิกิริยาทางชีวสังเคราะห์ และปฏิกิริยาที่ให้อนุมูลอิสระและนักเคมีอินทรีย์ได้ใช้เทคนิคนี้เพื่อหาผลของลิแกนด์ต่อค่าศักย์ของโลหะไอออนตรงกลางในสารประกอบเชิงซ้อน รวมทั้งใช้ศึกษาการเร่งของเอนไซม์ (ฮานินท์ แดงกวาร์มย์ และมาโนชย์ ฅนอมวงศ์, 2556)

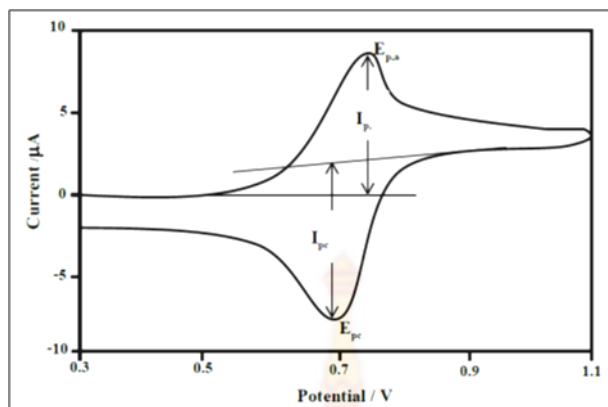
(1) รูปแบบศักย์ (Waveform) ไชคลิกโวลแทมเมตรีมีการให้ศักย์ไฟฟ้าเป็นไซเคิลที่มีลักษณะเป็นสามเหลี่ยมไปยังขั้วไฟฟ้าที่จุ่มอยู่ในสารละลายที่อยู่นิ่งแล้ววัฏกระแสที่เกิดขึ้น ศักย์ที่ขั้วไฟฟ้าทำงานจะถูกควบคุมเมื่อเทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงได้แก่ ขั้วไฟฟ้าคาโลเมลอิ่มตัว (saturated calomel electrode : SCE) หรือขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (silver/silver chloride) เมื่อพล็อตกราฟระหว่างแกนตั้งเป็นศักย์ไฟฟ้า และแกนนอนเป็นเวลาเมื่อมีการให้ศักย์ไฟฟ้าเข้าไปในเซลล์ เมื่อเวลาผ่านไปศักย์ที่จะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เรียกศักย์ไฟฟ้านี้ว่า การสแกนไปข้างหน้า (forward scan) เมื่อสแกนไปถึงจุดหนึ่งที่กำหนดไว้ แล้วศักย์ไฟฟ้าก็จะเริ่มลดลงด้วยอัตราการสแกนเท่าเดิมเรียกว่า การสแกนย้อนกลับ (reverse scan) จนกระทั่งศักย์ไฟฟ้ามีค่าเท่ากับศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้นจะได้เป็นหนึ่งไซเคิล(ฮานินท์ แดงกวาร์มย์และมาโนชย์ ฅนอมวงศ์ , 2556)



ภาพที่ 1.3 แบบของศักย์ไฟฟ้าที่ให้ในไซคลิกโวลแทมเมตรี

(2) ไชคลิกโวลแทมโมแกรม (Cyclic Voltammogram)

ไซคลิกโวลแทมโมแกรมที่วัดได้จากกระแสที่ขั้วไฟฟ้าทำงานในระหว่างการสแกนศักย์ เมื่อนำมาพล็อตกราฟระหว่างกระแส (แกนตั้ง) กับศักย์ไฟฟ้า (แกนนอน) จะได้ดังภาพที่ 4 เมื่อพิจารณาพิกัดด้านบนจากจุดยอดของพีคลากเส้นมาตัดแกนศักย์จะได้ตำแหน่งศักย์ของพีคทางด้านพีคแอโนดิก (anodic peak potential) หรือ E_{pa} ซึ่งมีค่าเป็นบวก ในทำนองเดียวกันพิกัดด้านล่างเป็นกระแสแคโทดิก หรือ E_{pc} (cathodic peak potential) ของ ส่วนความสูงของพีคทางด้านบน คือ กระแสของพีคแอโนดิก (anodic peak current), I_{pa} และความสูงของพีคด้านล่างเป็นกระแสของพีคแคโทดิก (cathodic peak current), I_{pc} ซึ่งกระแสของพีคจะแปรผันตามความเข้มข้นของสาร และตำแหน่งศักย์ของพีคก็เป็นค่าเฉพาะของสาร แต่ละตัวเหมือนกับเทคนิคอื่นๆ(ฮานินท์ แดงกวาร์มย์และมาโนชย์ ฅนอมวงศ์, 2556)



ภาพที่ 1.4 ไชคลิกโวลแทมโมแกรม

พารามิเตอร์ที่สำคัญในไซคลิกโวลแทมโมแกรม คือ ค่าศักย์ไฟฟ้าสูงสุด (E_{pc} , E_{pa}) และกระแสสูงสุด (I_{pc} , I_{pa}) ของสัญญาณแบบแคโทดิกและแอโนดิก หากปฏิกิริยาที่สารออกซิเดนต์รับอิเล็กตรอนหรือเกิดปฏิกิริยารีดักชัน มีอัตราเร็วเท่ากับสารรีดิวซ์ให้อิเล็กตรอน หรือเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันจะเรียกปฏิกิริยาแบบนี้ว่า เป็นปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าแบบย้อนกลับได้ (electrochemically reversible)

1.2.1.5 ขั้วไฟฟ้าทางไฟฟ้าเคมี

ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working Electrode:WE) มีขนาดของขั้วไฟฟ้าเล็กเพื่อให้มีพื้นที่ผิวในการสัมผัสกับสารตัวอย่างน้อยๆทำให้สามารถเกิดสถานะของโพลาริเซชันตลอดการวิเคราะห์ซึ่งมักจะใช้ขั้วไฟฟ้าที่เป็นโลหะเฉื่อย เช่น แพลตินัมหรือทอง โพลาริติกกราไฟต์กลาสคาร์บอน และผงคาร์บอน

ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference Electrode:RE) เป็นขั้วไฟฟ้าที่ใช้เทียบศักย์ไฟฟ้าที่ต้องให้กับขั้วไฟฟ้าทำงาน ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงนี้มีค่าศักย์ที่แน่นอน ไม่ขึ้นกับการเปลี่ยนแปลงของกระแสไฟฟ้าในวงจร ไม่ขึ้นกับส่วนประกอบของสารตัวอย่าง ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่ดีต้องมีส่วนประกอบคงตัวไม่เปลี่ยนแปลงง่ายเมื่อเก็บไว้และไม่แปรเปลี่ยนตามอุณหภูมิ ปกติแล้วค่าศักย์ของวงจรที่อ่านได้จากอุปกรณ์วัดสัญญาณเป็นค่าที่ได้จากผลต่างของศักย์จากขั้วไฟฟ้าทั้งสองของวงจร อาจเรียกค่าศักย์ของวงจรที่วัดได้นี้ว่า ค่าศักย์สัมพัทธ์ (Relative Potential) ถ้าขั้วไฟฟ้าตัวหนึ่งของวงจรเป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่รู้ค่าศักย์แน่นอน ก็สามารถหาค่าศักย์ของอีกขั้วไฟฟ้าที่ต่อในวงจรซึ่งเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานได้

ขั้วไฟฟ้าช่วย (Counter Electrode:CE) จะมีคุณลักษณะที่เฉพาะคือ ทำหน้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี เป็นขั้วที่รับพลังงานไฟฟ้าจากขั้วไฟฟ้าทำงาน ที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาเคมีของสารตัวอย่างที่ขั้วไฟฟ้าจุ่มอยู่ แล้วส่งต่อพลังงานที่ได้รับเข้าสู่เครื่องวัดศักย์ไฟฟ้า ขั้วไฟฟ้าช่วยนี้ไม่มีส่วนเกี่ยวข้องหรือไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆเกิดขึ้นในขณะเกิดปฏิกิริยาของสารตัวอย่างระหว่างการวิเคราะห์ ขั้วไฟฟ้าช่วยมักมีพื้นที่ผิวมากๆเพื่อให้เป็นการนำไฟฟ้าเป็นไปได้ดี วัสดุที่ใช้ทำขั้วชนิดนี้ได้แก่ ลวดแพลตินัมหรือแผ่นแพลตินัม กลาสคาร์บอนและกราไฟต์(ฮานินท์ แดงควาร์มัมและมานโซย์ ฌโนมวงค์, 2556)

1.2.2 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (Information) ที่เกี่ยวข้อง

Modified Carbon Paste Electrode คือขั้วไฟฟ้าที่ประดิษฐ์ขึ้นมาเพื่อให้มีความจำเพาะเจาะจงกับไอออนหรือโมเลกุลที่สนใจโดยอาศัยกลไกต่างๆ เช่น การดูดซับ การแลกเปลี่ยนไอออน การสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างของผิวขั้วหรือการใส่รีเอเจนต์ที่ผิวขั้วไฟฟ้าเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารที่สนใจกับรีเอเจนต์ที่ประกอบขึ้นเป็นขั้วไฟฟ้าแล้วให้สัญญาณไฟฟ้าในการตรวจวัดได้ ในที่นี้จะกล่าวถึงขั้วคาร์บอนเพสที่ถูกดัดแปรด้วยรีเอเจนต์ต่างๆ

จากงานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการนำโคโตะซานมาปรับแต่งขั้วเพื่อใช้ในการตรวจวัดหาปริมาณสารต่างๆ โดยโคโตะซานที่นำมาปรับแต่งขั้วอาจเตรียมอยู่ในรูปบริสุทธิ์หรือผสมกับสารอื่น โดยในปี 1998 Ye X. และคณะ ได้ทำการดัดแปลงขั้วกลาสซีคาร์บอนที่ปรับแต่งด้วยโคโตะซานเพื่อใช้ในการตรวจวัดหา ทองคำ, เงิน, แพลตินัมและพลาเดียม ซึ่งจากการทดลองพบว่าขั้วปรับแต่งที่ประดิษฐ์ขึ้นสามารถวัดได้ในตัวอย่างจริงและยังมีขีดจำกัดของการวิเคราะห์ที่ต่ำ (Ye X. et al, 1998) ต่อมา Guanghan Lu และคณะได้พัฒนาการใช้วิธี preconcentration และเทคนิคโวลแทมเมตรีในการตรวจวัดหาปริมาณเหล็กทั้งหมดโดยใช้ขั้วกลาสซีคาร์บอนที่ดัดแปรด้วยโคโตะซาน พบว่าสามารถวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กทั้งหมดได้ ซึ่งลักษณะการตอบสนองเชิงเส้นอยู่ในช่วงความเข้มข้น 2×10^{-8} ถึง 3×10^{-7} g/ml และขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ 1×10^{-8} g/ml ที่ deposition time 2 นาที ค่า RSD เท่ากับ 3.67 % (Guanghan Lu et al, 2001) ต่อมาได้มีการพัฒนาขั้วทางไฟฟ้าในการตรวจวัดโบรมไนด์โดยใช้ขั้วคาร์บอนนาโนทิวป์ปรับแต่งด้วยโคโตะซานซึ่งผลที่ได้เมื่อเปรียบเทียบกับขั้วกลาสซีคาร์บอนธรรมดาพบว่า มีความแตกต่างกันคือมีช่วงการตรวจวัดที่กว้างกว่าและมีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ต่ำกว่าขั้วกลาสซีคาร์บอนธรรมดา (Zeng Y. et al, 2005) ต่อมา Pauliukaite R. และคณะได้ประดิษฐ์ขั้วดัดแปรโดยใช้ขั้วแกรไฟต์-อีพ็อกซีเรซินมาเคลือบด้วยโคโตะซานโดยใช้สารครอสลิงค์ที่ต่างกัน ได้แก่ GA, GO, ECH, EDC และ NHS โดยวิธีใช้ ครอสลิงค์ (Pauliukaite R. et al, 2010) และในปีเดียวกันได้มีการดัดแปรพื้นผิวหน้าขั้วด้วยโคโตะซานบนขั้วกลาสซีคาร์บอนในการศึกษาหาโลหะต่างๆ เช่น ทองแดง ตะกั่ว แคดเมียม โคบอล สารหนูและแพลตินัม ซึ่งจะใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลโวลแทมเมตรีร่วมกับกระบวนการ preconcentration และวิธี standard addition ค่าการตรวจวัดของทองแดงจะอยู่ในช่วง 3.99×10^{-6} - 3.91×10^{-5} M, ตะกั่ว 1.99×10^{-6} - 1.58×10^{-6} M, แคดเมียม 1.59×10^{-5} - 6.23×10^{-5} M, สารหนู 7.99×10^{-6} - 5.04×10^{-5} M, แพลตินัม 8.19×10^{-6} - 3.59×10^{-5} M และโคบอลต์ 6.11×10^{-4} - 2.78×10^{-3} M (Martínez-Huitle C.A. et al, 2010) หลังจากนั้น ในปี 2011 ยูวากร เสนศรีและคณะได้มีการใช้วัสดุเชิงประกอบคาร์บอนนาโนทิวป์-โคโตะซาน เป็นเมทริกซ์ในการนำไปพัฒนาอุปกรณ์ตรวจวัดทางชีวภาพโดยการตรึงเอนไซม์แลคเคสในฟิล์มของเชิงวัสดุเชิงประกอบคาร์บอนนาโนทิวป์-โคโตะซานและสารละลายโบวินซีรัมอัลบูมินเพื่อตรวจวัดปฏิกิริยารีดักชันของออกซิเจนโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (ยูวากร เสนศรีและคณะ, 2011) Taufik S. และคณะได้พัฒนาขั้วตรวจวัดโดยใช้ดีเอ็นเอไปโอเซนเซอร์ซึ่งมีบิหมัสออกไซด์อนุภาคนาโนในการตรึงดีเอ็นเอและใช้เทคนิคการตรวจวัดร่วมกัน ขั้วทองคำจะถูกดัดแปรด้วยบิหมัสออกไซด์อนุภาคนาโน/โคโตะซานและถูกตรึงด้วยโอลิโกนิวคลีโอไทล์บนขั้วทองคำโดยใช้

สารละลาย 1-ethyl-3(3'-dimethylaminopropyl) -carbodiimide (EDC) และ N-hydroxysulfosuccinimide (NHS) โดยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี พบว่าพีคแอนโอดิกมีค่าสูงขึ้นเมื่อเทียบกับขั้วที่มีการผสมกับดีเอ็นเอเป้าหมายอย่างสมบูรณ์และยังมีคุณสมบัติจำเพาะเจาะจงต่อการวัดและมีความไวสูง (Taufik S. et al, 2011) ธานีรินทร์ แต่งกวารัมย์และมานอชย์ถนนวนวัฒน์ ได้พัฒนาเคมีคอลเซนเซอร์สำหรับวัดตะกั่วในน้ำฝิ่งด้วยขั้วไฟฟ้าปัสมาทอะมัลกัม-ท่อคาร์บอนปรับแต่งด้วยไคโตซานแบบครอสลิงค์โดยใช้เทคนิคแอนโอดิกสแคววโวลแทมเมตรี พบว่าให้ค่าขีดจำกัดการตรวจวัดที่ต่ำคือ 0.79 พีพีบี และมีช่วงความเป็นเส้นตรงที่กว้างตั้งแต่ 1 พีพีบี ถึง 50 พีพีเอ็ม (ธานีรินทร์ แต่งกวารัมย์และมานอชย์ถนนวนวัฒน์, 2555) หลังจากนั้นในปี 2012 Alwarappan S. และคณะ ได้ประดิษฐ์ขั้ววัดแปลงไคโตซาน/แกรฟีน เพื่อวิเคราะห์ความผันแปรของ DNA ผลที่ได้คือ ไคโตซานที่ตรึงกับ DNA ผันแปรอย่างสมบูรณ์จะให้กระแสที่สูงกว่าไคโตซานที่ตรึงกับ DNA ที่แปรผันอย่างไม่สมบูรณ์ (Alwarappan S. et al, 2012) Prakush S. และคณะ ได้มีประดิษฐ์ขั้ววัดแปลงจากกลาสซีคาร์บอนที่ปรับปรุงด้วยเงินอนุภาคนาโนและไคโตซานเพื่อวิเคราะห์หาสารหนูในน้ำโดยใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (Prakush S. et al, 2012) ต่อมา Deng P. และคณะ ได้มีการศึกษาและพัฒนาการวิเคราะห์ p-nitrophenol โดยใช้ขั้วอะเซทิลีนแบล็คเพสที่ปรับแต่งด้วยซาลิซิลอัลดีไฮด์และไคโตซานโดยเทคนิคโวลแทมเมตรีซึ่งจากการทดลองพบว่าการตอบสนองทางไฟฟ้าได้ดีและสามารถตรวจหา p-nitrophenol ในตัวอย่างน้ำได้โดยให้ประสิทธิภาพการวัดอยู่ในช่วง 96-104% และศึกษาพัฒนาขั้วทางไฟฟ้าในการตรวจวัดบิสฟีนอลเอในน้ำดื่มขวดพลาสติกและเครื่องดื่มกระป๋องโดยใช้ขั้วอะเซทิลีนแบล็คเพสเคลือบด้วยไคโตซาน-แกรฟีน พบว่าคุณสมบัติของขั้วมีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ 6 นาโนเมตรและเซนเซอร์ที่ประดิษฐ์ได้ยังแสดงถึงจุดเด่นในเรื่องของความจำเพาะเจาะจงของขั้ว (Deng P. et al, 2012) และได้ทำการวิเคราะห์หาวิตามินซีและรูตินในการเตรียมยาโดยใช้ขั้ววัดแปลงจากขั้วคาร์บอนนาโนทิวป์มัลติวอลล์เคลือบด้วยไคโตซาน ผลที่ได้พบว่าเมื่อเปรียบเทียบกับขั้วกลาสซีคาร์บอนธรรมดาจะมีพีคแอนโอดิกที่สูงกว่าและนำฟ้าได้ดีกว่าอีกทั้งยังมีพื้นที่สัมผัสและความสามารถในการดูดซับที่ดีกว่า เมื่อนำมาสอบเทียบก็ให้ค่าความเป็นเชิงเส้นที่ดีอีกด้วย (Deng P. et al, 2013)

การดัดแปลงคาร์บอนเพสอิเล็กโทรดด้วยไคโตซานอนุภาคนาโนซีฟเบส (CNSB) ในการวิเคราะห์หาตะกั่วในน้ำเสียโดยใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (DPASV) ขั้ววัดแปรที่ได้จะแสดงพีคออกซิเดชันที่แอนโอดิกสแกนเท่ากับ -0.35 V และพบว่าค่าการตอบสนองที่ดีที่สุดอยู่ที่ปริมาณของผงแกรไฟต์ 73.7 % โดยมวล, ไคโตซาน 5.3 % โดยมวลและน้ำมันพาราฟิน 21 % โดยมวล โดยใช้โซเดียมอะซิเตด 0.2 M pH เท่ากับ 6 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ preconcentration time เท่ากับ 600 วินาที ค่าศักย์ของรีดักชันเท่ากับ 0.1 V ค่า reduction time เท่ากับ 10 วินาที และพบว่าขั้ววัดแปลงที่ทำขึ้นนี้มีค่าการวัดในช่วง 1×10^{-6} M ถึง 1×10^{-4} M ค่าสัมประสิทธิ์ correlation เท่ากับ 0.998 ขีดจำกัดการตรวจวัดมีค่าเท่ากับ 7.24×10^{-7} M (Semahat Kucukkolbasilet al, 2013) Zheng M. และคณะ ได้ทดสอบคุณสมบัติทางไฟฟ้าของขั้ววัดแปลงจากอะซีตามิโนฟิน-แกรฟีน-ไคโตซานบนขั้วกลาสซี

คาร์บอน (Zheng M. et al, 2013) Xue W. และคณะได้วิเคราะห์หาซัลไฟด์และไนไตรต์โดยใช้ขั้วกลาสซีคาร์บอนปรับปรุงด้วยแกรฟีน-โคโตซานและทองคำอนุภาคนาโน โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี(Xue W. et al, 2013) และมีการวิเคราะห์หาบีเบนดาโซลโดยวิธีแอดซอร์พชันสทิปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทริกซึ่งใช้ขั้วตัดแปลงจากแกรฟีนนาโนซีส/โคโตซานและคาร์บอนนาโนสเฟียร์/โคโตซานมาเคลือบบนขั้วกลาสซีคาร์บอน ผลที่ได้พบว่า ช่วงการตอบสนองที่กว้างคือ 0.02–1 โมลาร์ และขีดจำกัดการตรวจวัดที่ต่ำคือ 10.5 นาโนโมลาร์(Ghalkhani M. et al, 2013)

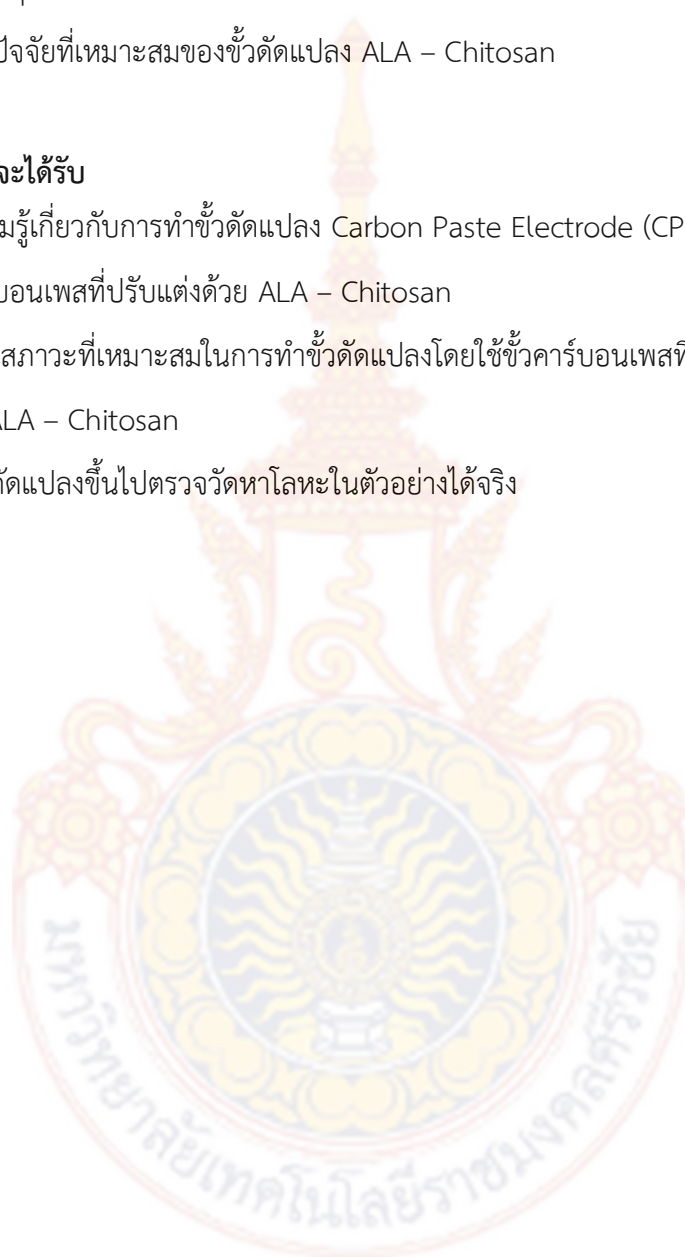
ล่าสุดในปี 2014 พบว่ามีขั้วตัดแปรที่ถูกประดิษฐ์ขึ้นต่าง ๆ มากมายเพื่อแก้ไขข้อเสียของขั้วสำเร็จรูปและขั้วตัดแปรที่ผ่านมา อีกทั้งยังเป็นการพัฒนาประสิทธิภาพของขั้วให้ดียิ่งขึ้นโดยได้มีการวิเคราะห์หา p-phenylenediamine และ resorcinol ในน้ำยาย้อมผมถาวรและน้ำประปาโดยเทคนิคโวลแทมเมทรีซึ่งใช้ขั้วคาร์บอนนาโนทิวป์ที่ตัดแปลงด้วยโคโตซาน(Hudari F.F et al, 2014) และได้มีประดิษฐ์ขั้วไบโอเซนเซอร์โดยใช้เอนไซม์แซนทีนมาปรับปรุงกับขั้วคาร์บอนนาโนทิวป์มัลติวอลล์นำมาตรึงด้วยโคโตซาน-CO₃O₄ ให้เสถียรขึ้น ผลที่ได้คือ ให้ผลการตรวจวัดที่ดี, มีความเสถียรสูง, ให้ผลการทดสอบที่ดีเมื่อทดสอบกับวิธีแบบ SEM ไซคลิกโวลแทมเมทรีและEIS และมีช่วงการตรวจวัดที่กว้าง(Dalkiran B. et al, 2014) Rajabzadeh S. และคณะได้ทำการพัฒนาขั้วตัดแปลงจากแกรฟีนออกไซด์นาโนซีทและโคโตซานที่ตีโพสิทบนขั้วกลาสซีคาร์บอนในการตรวจวัดโดเมทิลโดซัลไฟด์ (Rajabzadeh S. et al, 2014) Vicentini F.C. และคณะได้วิเคราะห์หาตะกั่วในน้ำธรรมชาติโดยใช้ขั้วตัดแปลงจากคาร์บอนนาโนทิวป์โครสลิงค์กับโคโตซานและกลูตาราลดีไฮด์โดยใช้เทคนิคสแควเวฟแอดซอร์พชันสทิปปิงโวลแทมเมทรี(Vicentini F.C. et al, 2014) Pandiselvi K. และคณะได้ประดิษฐ์ขั้วตัดแปลงจากกลาสซีคาร์บอนที่เคลือบด้วยโคโตซาน-ซิงค์ออกไซด์/โพลีแอนนิลีน เพื่อใช้วิเคราะห์หาโดพามีนในวิตามินซี หลังจากการทดลองพบว่าให้ผลดีในการวิเคราะห์เชิงโมเลกุล(Pandiselvi K. et al, 2014) Li Y. ได้ใช้ขั้วกลาสซีคาร์บอนเคลือบด้วยแคดเมียมซัลไฟด์ร่วมกับโคโตซานและเจลาติน(Li Y. et al, 2014) และได้มีการประดิษฐ์เซนเซอร์เพื่อตรวจวัดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์โดยใช้ขั้วกลาสซีคาร์บอนที่ตัดแปรด้วยทองคำอนุภาคนาโน-กราฟีน-โคโตซาน(Jia N. et al, 2014) ซึ่งงานวิจัยโดยใช้โคโตซานในการปรับปรุงขั้วที่ผ่านมาพบว่าให้ผลการทดสอบที่ดี มีความเฉพาะเจาะจง มีความเสถียร วัดได้ในช่วงที่กว้างมาก มีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ต่ำ อีกทั้งยังมีความสามารถในการดูดซับที่เพิ่มขึ้นและสามารถใช้ได้กับตัวอย่างจริง

1.3 วัตถุประสงค์

- 1.3.1 เพื่อทำขั้วตัดแปลงกรด 5-อะมิโนลิวูลินิก (ALA) – Chitosan สำหรับการตรวจวัดโลหะหนัก
- 1.3.2 เพื่อศึกษาพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าของขั้วตัดแปลง ALA – Chitosan
- 1.3.3 เพื่อศึกษาปัจจัยที่เหมาะสมของขั้วตัดแปลง ALA – Chitosan

1.4 ประโยชน์ที่คิดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 ได้องค์ความรู้เกี่ยวกับการทำขั้วตัดแปลง Carbon Paste Electrode (CPE) โดยกรนำขั้วคาร์บอนเพสต์ที่ปรับแต่งด้วย ALA – Chitosan
- 1.4.2 ได้ทราบถึงสถานะที่เหมาะสมในการทำขั้วตัดแปลงโดยใช้ขั้วคาร์บอนเพสต์ที่ปรับแต่งด้วยสาร ALA – Chitosan
- 1.4.3 ได้นำขั้วที่ตัดแปลงขึ้นไปตรวจวัดหาโลหะในตัวอย่างได้จริง



บทที่ 2
วิธีการดำเนินงานวิจัย

2.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

2.1.1 สารเคมี

ลำดับที่	ชื่อสารเคมี	เกรด	ที่มา(บริษัท)
1	Ethanol	AR grade	Ajax Finechem Pty Ltd
2	Methanol	AR grade	Ajax Finechem Pty Ltd
3	Chitosan	AR grade	Aldrich chemistry
4	5-Aminolevulinic acid	AR grade	Aldrich chemistry
5	Paraffin oil	AR grade	Ajax Finechem Pty Ltd
6	Graphite powder	AR grade	Aldrich chemistry
7	Sodium Nitrate	AR grade	QReC TM
8	Hydrochloric acid	AR grade	QReC TM
9	Sodium acetate	AR grade	QReC TM
10	Potassium nitrate	AR grade	QReC TM
11	Copper standard solution	AR grade	MerckKGaA
12	Leadstandard solution	AR grade	MerckKGaA
13	Mercurystandard solution	AR grade	MerckKGaA
14	Deionized Distilled Water	-	-

2.1.2 อุปกรณ์

ลำดับที่	ชื่ออุปกรณ์/เครื่องมือ	ขนาด
1	บีกเกอร์	50, 100, 250 ml
2	ขวดวัดปริมาตร	25, 100 ml
3	ไมโครปิเปต	10 – 100, 100 -1000 μ l
4	กระบอกตวง	10, 25 ml
5	กระจกนาฬิกา	-
6	Measuring Vessel	50 ml

7	Magnetic stirrer	เล็ก
8	แท่งเทปลอน	D = 8 mm x 100 mm
9	ลวดทองแดง	D = 2 mm x 80 mm
10	กระดาษซับมัน	-
11	โกร่ง	-

2.1.3 เครื่องมือ

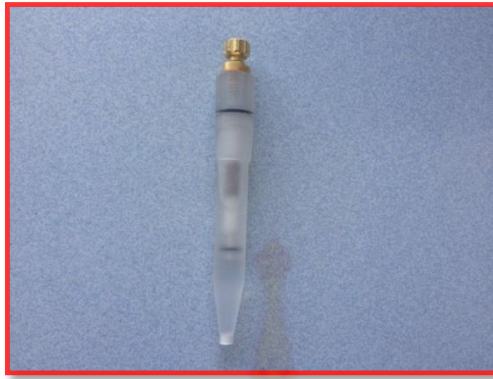
2.3.1.1 เครื่องวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก



ภาพที่ 2.1 เครื่อง VA 797 Computrace Analyzer connected to a Metrohm.VA 797 multimode electrode



ภาพที่ 2.2 ขั้ว ALA Chitosan-CPE เป็น working electrode



ภาพที่ 2.3 ขั้ว Ag/AgCl saturated เป็น reference electrode



ภาพที่ 2.4 ขั้ว platinum เป็น Auxillary electrode

2.3.1.2 เครื่องหมุนเหวี่ยงสุญญากาศชนิดปรับอุณหภูมิได้ รุ่น Digicen 20R

2.3.1.3 เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Sartorius รุ่น BP110s

2.3.1.4 เครื่อง Ultrasonic รุ่น CT-406

2.3.1.5 เครื่อง pH meter รุ่น Cyberscan 500

2.2 วิธีการทดลอง

2.2.1 การเตรียม ALA-Chitosan

นำไคโตซาน 150 มิลลิกรัม ละลายใน 2% กรดอะซิติก (ใช้สารละลาย ALA เป็นตัวทำละลาย) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เติมนลงในสารละลาย ALA 990 มิลลิลิตร แล้วนำไป Sonicate นาน 40 วินาที ที่

กระแสไฟฟ้า 120 วัตต์ บนอ่างน้ำแข็ง จากนั้นนำไปกวนด้วยเครื่อง magnetic stirred นาน 4 ชั่วโมง แล้วนำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อตกตะกอนที่ความเร็วรอบ 12,000 rpm อุณหภูมิที่ 4 °C นาน 15 นาที จะได้อนุภาคนาโนในส่วนใสเติม 15% mannitol ลงไป ก่อนนำไปพรีซตรายน (ชุด negative control ให้ทำซ้ำทุกขั้นตอน ยกเว้นขั้นตอนการเติม ALA)

2.2.2 สร้างขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode (ALA-C-CPE)

ชั่ง Graphite powder 73.7% และ ALA Chitosan 5.3% บดรวมกับ paraffin oil 21 % ด้วยโกร่งจนสารผสมเป็นเนื้อเดียวกัน นำของผสมที่ได้บรรจุให้สูงเป็น 2 ส่วน 3 ในตัวขั้ว อัดให้แน่นและปาดผิวให้เรียบ จากนั้นกดก้านหลอดทองแดง ให้เนื้อ paste โพล์พันตัวขั้วประมาณ 1 mm แล้วใช้แท่งแก้วปาดให้เสมอกับตัวขั้วแล้วขัดผิวด้วยกระดาษซับมันให้ผิวหน้าเรียบและเสมอกันที่สุดจากนั้น rinse ด้วยน้ำ DI รอบๆตัวขั้ว ระวังอย่าให้โดนผิวหน้าขั้วโดยตรงเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส(NarongritPratummat *et al* , 2014)

2.2.3 การศึกษาพฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีของโลหะหนัก ได้แก่ ทองแดง และตะกั่ว โดยใช้ขั้วตัดแปลง ALA-Chitosan โดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry

เติมสารละลายโซเดียมอะซิเตท เข้มข้น 0.2 โมล/ลิตร จำนวน 25 มิลลิลิตร ลงไปใน measuring vessel ขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายมาตรฐานทองแดงเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 3 มิลลิลิตร แล้วทำการประกอบขั้วไฟฟ้า ทั้งสามขั้ว คือ ขั้ว ALA Chitosan-CPE เป็น working electrode ขั้ว Ag/AgCl เป็น reference electrode และขั้ว Pt wire เป็น counter electrode หลังจากนั้นให้ทำการพ่นแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99.99% เป็นเวลา 5 นาที แล้วทำการวิเคราะห์ Cyclic Voltammogram ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนสารละลายมาตรฐานเป็นสารละลายมาตรฐานตะกั่ว

2.2.4 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของขั้ว ALA - Chitosan Carbon Paste Electrode

(1) สารละลายอิเล็กโทรไลต์

เติมสารละลายโซเดียมอะซิเตท เข้มข้น 0.2 โมล/ลิตร จำนวน 25 มิลลิลิตร ลงไปใน measuring vessel ขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 3 มิลลิลิตรแล้วทำการประกอบขั้วไฟฟ้า ทั้งสามขั้ว คือ ขั้ว ALA-Chitosan-CPE เป็น working electrode ขั้ว Ag/AgCl เป็น reference electrode และขั้ว Pt wire เป็น counter electrode หลังจากนั้นให้ทำการพ่นแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99.99% เป็นเวลา 5 นาที แล้วทำการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคโวลแทมเมตรี ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนสารละลายโซเดียมอะซิเตทเป็น กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมไนเตรต และ โพลแทสเซียมไนเตรต ตามลำดับ

(2) ค่า pH

เติมสารละลายโซเดียมอะซิเตท เข้มข้น 0.2 โมล/ลิตร pH 2 จำนวน 25 มิลลิลิตร ลงไปใน measuring vessel ขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 3 มิลลิลิตร แล้วทำการประกอบขั้วไฟฟ้า ทั้งสามขั้ว คือ ขั้ว ALA-Chitosan เป็น working electrode ขั้ว Ag/AgCl เป็น reference electrode และขั้ว Pt wire เป็น counter electrode หลังจากนั้นให้ทำการพ่นแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99.99% เป็นเวลา 5 นาที แล้วทำการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคโวลแทมเมตรี ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนค่า pH เป็น 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 ตามลำดับ

(3) Scan rate (0.1-1.0 V/s)

เติมสารละลายโซเดียมอะซิเตท เข้มข้น 0.2 โมล/ลิตร จำนวน 25 มิลลิลิตร ลงไปใน measuring vessel ขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 3 มิลลิลิตร แล้วทำการประกอบขั้วไฟฟ้า ทั้งสามขั้ว คือ ขั้ว ALA-Chitosan เป็น working electrode ขั้ว Ag/AgCl เป็น reference electrode และขั้ว Pt wire เป็น counter electrode ตั้งค่า scan rate ตั้งแต่ 0.1 ถึง 1.0 V/s โดยเพิ่มขึ้นครั้งละ 0.1 V/s หลังจากนั้นให้ทำการพ่นแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99.99% เป็นเวลา 5 นาที แล้วทำการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคโวลแทมเมตรี

(4) Deposition Time (10 – 100 s)

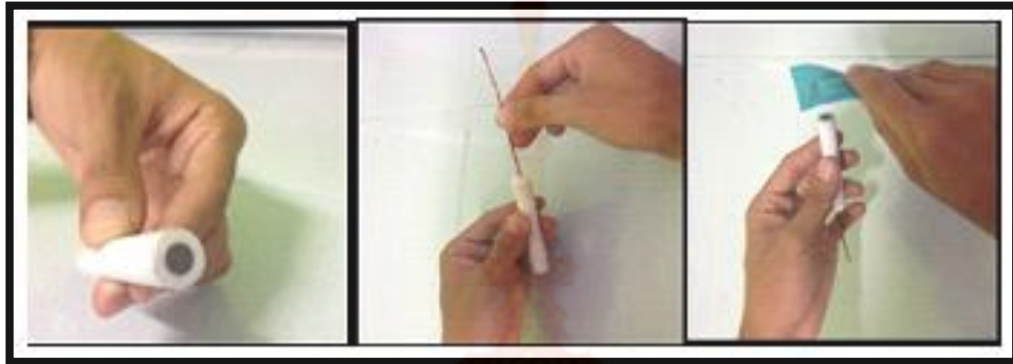
เติมสารละลายโซเดียมอะซิเตท เข้มข้น 0.2 โมล/ลิตร จำนวน 25 มิลลิลิตร ลงไปใน measuring vessel ขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 3 มิลลิลิตร แล้วทำการประกอบขั้วไฟฟ้า ทั้งสามขั้ว คือ ขั้ว ALA-Chitosan เป็น working electrode ขั้ว Ag/AgCl เป็น reference electrode และขั้ว Pt wire เป็น counter electrode ตั้งค่า deposition time ตั้งแต่ 10-100 วินาที โดยเพิ่มขึ้นครั้งละ 10 วินาที หลังจากนั้นให้ทำการพ่นแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99.99% เป็นเวลา 5 นาที แล้วทำการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค โวลแทมเมตรี

(5) Equilibration Time (5-30 s)

เติมสารละลายโซเดียมอะซิเตท เข้มข้น 0.2 โมล/ลิตร จำนวน 25 มิลลิลิตร ลงไปใน measuring vessel ขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 3 มิลลิลิตร แล้วทำการประกอบขั้วไฟฟ้า ทั้งสามขั้ว คือ ขั้ว ALA-Chitosan เป็น working electrode ขั้ว Ag/AgCl เป็น reference electrode และขั้ว Pt wire เป็น counter electrode ตั้งค่า Equilibration Time ตั้งแต่ 5- 30 วินาที โดยเพิ่มขึ้นครั้งละ 5 วินาที หลังจากนั้นให้ทำการพ่นแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99.99% เป็นเวลา 5 นาที แล้วทำการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคโวลแทมเมตรี

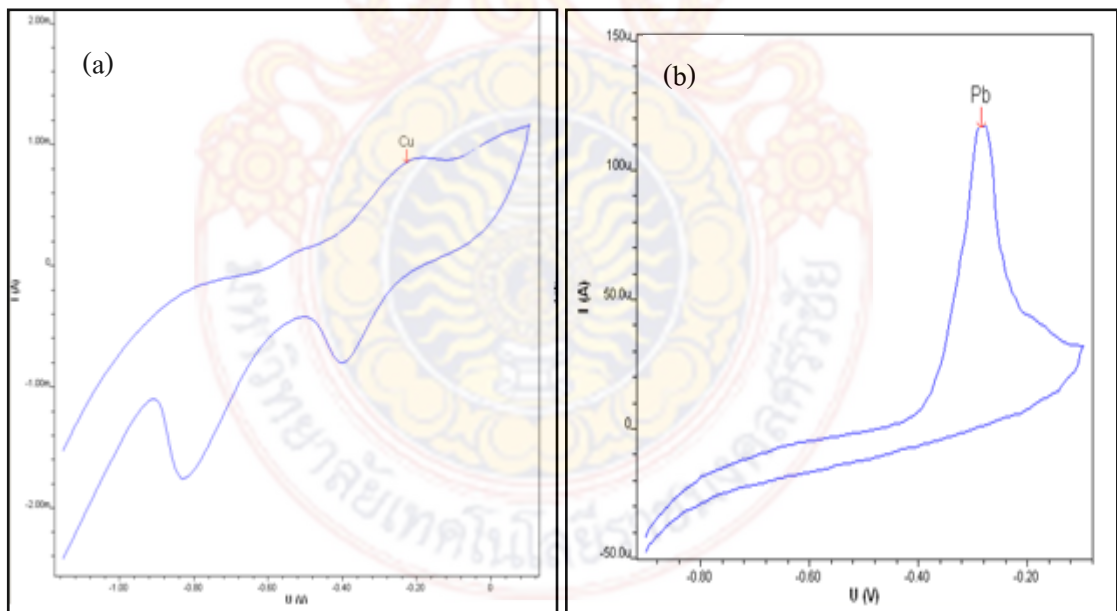
บทที่ 3 ผลการทดลอง

3.1 เตรียมขั้วไฟฟ้าดัดแปลง ALA- Chitosan Carbon Paste Electrode (ALA-CPE)



ภาพที่ 3.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าดัดแปลง ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode(ALA-CPE)

3.2 การศึกษาพฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีของโลหะหนัก โดยใช้ขั้ว ALA-Chitosan โดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry



ภาพที่ 3.2 พฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าของสารละลาย (ก) Cu(II) (ข) Pb (II) โดยใช้ขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode (ALA-CPE)

จากการศึกษาพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าของ ALA- Chitosan Carbon Paste Electrode (ALA-CPE) ในการตรวจวัดปริมาณทองแดงโดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry จะเกิดพีค Oxidation ที่ศักย์ -0.23 V ให้ค่ากระแสเท่ากับ 0.78 μA และเกิดพีค Reduction ที่ค่าศักย์ -0.38 V และ -0.81 V ให้ค่ากระแสเท่ากับ -107 mA และ -185 mA ตามลำดับ และการตรวจวัดปริมาณตะกั่วโดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry จะเกิดพีค Oxidation ที่ศักย์ -0.31 V ให้ค่ากระแสเท่ากับ 140 mA ดังแสดงในภาพที่ 3.2

ปฏิกิริยารีดอกซ์ของทองแดงบนขั้ว ALA-CCPE



ปฏิกิริยารีดอกซ์ของตะกั่วบนขั้ว ALA-CCPE



3.3 ปัจจัยที่เหมาะสมของขั้วตัดแปลง ALA – Chitosan

3.3.1 สารละลายอิเล็กโทรไลต์

จากผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode ในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/L โดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดต่างๆ ได้แก่ สารละลายโซเดียมอะซิเตด กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมไนเตรต และโพแทสเซียมไนเตรต พบว่าสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ทำให้มีค่ากระแสสูงที่สุดคือ โซเดียมอะซิเตด 160 μA ซึ่งจากการทดลองสามารถสรุปได้ว่าโซเดียมอะซิเตดเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่ากระแสที่สูงเมื่อเปรียบเทียบกับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดอื่นๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/L เมื่อใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดต่างๆ

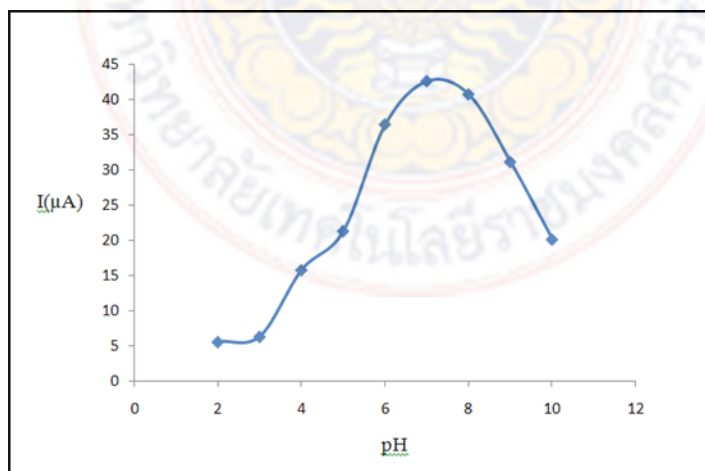
ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์	ค่าศักย์(v)	ค่ากระแส(μA)
Hydrochloric acid	-	-
Potassium Nitrate	-	-
Sodium Nitrate	-	-
Sodium acetate	-0.326	160

3.3.2 ค่า pH

จากผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode ในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l โดยใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดที่ pH ต่างๆคือ 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ที่ค่า pH 7 ให้ค่ากระแสสูงที่สุดคือ 42 μA ดังแสดงในตารางที่ 3.2 และภาพที่ 3.3 ผู้วิจัยจึงเลือกใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ pH 7 เนื่องจากให้ค่ากระแสที่สูงที่สุดและยังเป็นการรักษาเสถียรภาพและถนอมผิวหน้าขั้วในการวิเคราะห์ด้วย

ตารางที่ 3.2 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดที่ pH ต่างๆ

pH	ค่ากระแส(μA)
2	5.23
3	5.36
4	15.18
5	21.72
6	36.33
7	42.51
8	39.68
9	30.09
10	20.22



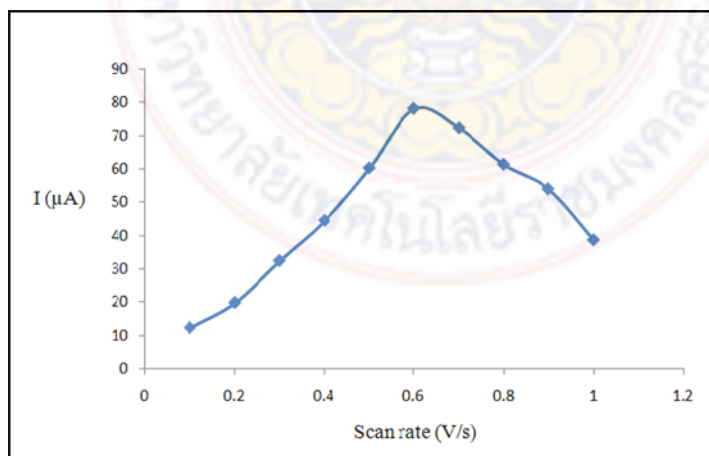
ภาพที่ 3.3 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ pH ต่างๆ โดยใช้ขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์

3.3.3 ค่า scan rate

จากผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode ในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l ที่สภาวะค่า scan rate ในช่วงต่างๆ โดยใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ค่ากระแสจะแปรผันตรงกับค่า scan rate และจะปรากฏค่ากระแสสูงสุดที่ค่า scan rate เท่ากับ 0.6 V/s ให้ค่ากระแสเท่ากับ 75.78 μA ซึ่งจะเป็นค่าที่เหมาะสมที่สุดในการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.3 และภาพที่ 3.4

ตารางที่ 3.3 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 7 ที่ค่า scan rate ต่างๆ

scan rate	ค่ากระแส(μA)
0.1	11.45
0.2	18.71
0.3	31.29
0.4	42.22
0.5	57.63
0.6	75.78
0.7	70.09
0.8	60.35
0.9	53.25
1.0	39.41



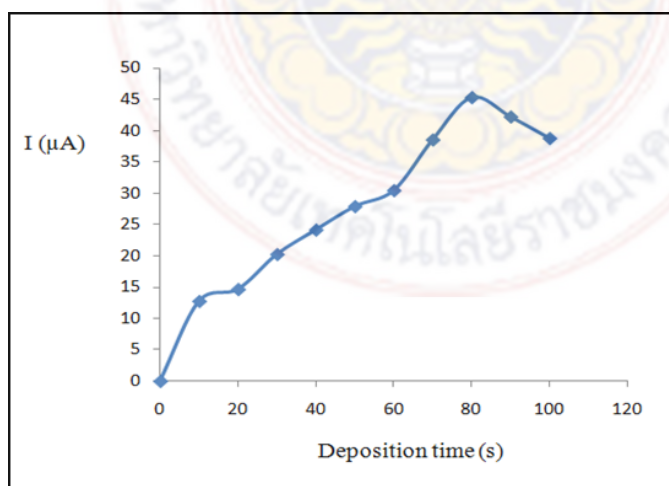
ภาพที่ 3.4 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 mg/l ที่ค่า scan rate ต่างๆเมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์

3.3.4 ค่า deposition time

จากผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode ในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/L ที่สภาวะค่า deposition time ต่างๆ โดยใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์พบว่า ที่ deposition time ที่ 80 วินาที ปรากฏค่ากระแสสูงสุด นั่นก็แสดงว่า ค่า deposition time ที่เหมาะสมคือ 80 วินาที ดังแสดงในตารางที่ 3.4 และภาพที่ 3.5

ตารางที่ 3.4 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/L เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 7 ที่ค่า deposition time ต่างๆ

deposition time	ค่ากระแส(μ A)
10	13.12
20	14.32
30	19.41
40	23.28
50	25.50
60	27.62
70	37.14
80	44.09
90	41.23
100	38.64



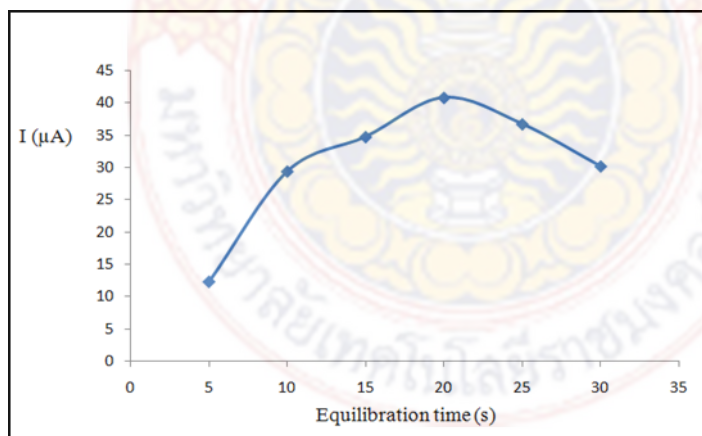
ภาพที่ 3.5 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 mg/L ที่ค่า deposition time ต่างๆ เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์

3.3.5 ค่า equilibration time

จากผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode ในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l ที่สภาวะค่า equilibration time ต่างๆ โดยใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ค่ากระแสจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเพิ่มค่า equilibration time และจะมีค่าสูงสุดที่ 20 วินาที หลังจากนั้นจะมีค่าลดลง นั่นก็แสดงว่า ค่า equilibration time ที่เหมาะสมคือ 20 วินาทีดังแสดงในตารางที่ 3.5 และภาพที่ 3.6

ตารางที่ 3.5 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 1000 mg/l เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 7 ที่ค่า equilibration time ต่างๆ

equilibration time	ค่ากระแส(μ A)
5	12.81
10	28.37
15	32.08
20	38.52
25	34.31
30	29.11



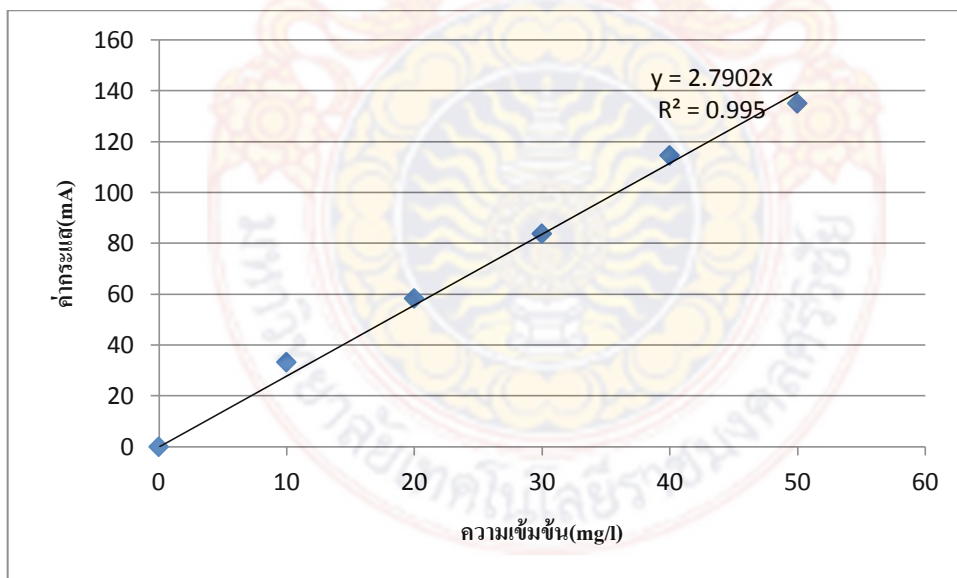
ภาพที่ 3.6 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 1000 mg/l ที่ equilibration time ต่างๆ เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตดเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์

3.3.6 การหาค่าความเป็นเส้นตรงและขีดจำกัดการตรวจวัด

จากการศึกษาการหาค่าความเป็นเส้นตรงของขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode ในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้นต่างๆ โดยใช้สภาวะที่เหมาะสม พบว่า ค่าความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วง 0.995 ดังแสดงในตารางที่ 3.6 และภาพที่ 3.7 ขีดจำกัดการตรวจวัด(LOD) คำนวณได้จากสมการ $LOD = 3S$ มีค่าเท่ากับ 40 $\mu\text{g/L}$.

ตารางที่ 3.6 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 10-50 mg/l เมื่อใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์

ความเข้มข้น(mg/l)	ค่ากระแส(mA)
0	0
10	33.26
20	58.32
30	83.78
40	114.57
50	135.02



ภาพที่ 3.7 ค่ากระแสของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 10 – 50 mg/l โดยใช้โซเดียมอะซิเตด pH 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองเตรียมขั้วไฟฟ้าดัดแปลง ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode(ALA-CPE) โดยใช้ Graphite powder 73.7% , ALA Chitosan 5.3% และ paraffin oil 21 % แล้วนำขั้วที่ผลิตขึ้นไปศึกษาพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าของสารละลายทองแดงและตะกั่ว และค่าพารามิเตอร์ที่เหมาะสม จากการศึกษากิจกรรมทางเคมีไฟฟ้าของ ALA- Chitosan Carbon Paste Electrode (ALA-CPE) ในการตรวจวัดปริมาณทองแดงโดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry จะเกิดพีค Oxidation ที่ศักย์ -0.23 V ให้ค่ากระแสเท่ากับ $0.78\text{ }\mu\text{A}$ และเกิดพีค Reduction ที่ค่าศักย์ -0.38 V และ -0.81 V ให้ค่ากระแสเท่ากับ -107 mA และ -185 mA ตามลำดับ และการตรวจวัดปริมาณตะกั่วโดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry จะเกิดพีค Oxidation ที่ศักย์ -0.31 V ให้ค่ากระแสเท่ากับ 140 mA โดยพีคออกซิเดชันของตะกั่วจะมีความคมชัดกว่าพีคของทองแดงและให้ค่าศักย์ที่คงที่ จึงสรุปได้ว่าขั้วไฟฟ้าดัดแปลงมีความสามารถในการวิเคราะห์หาตะกั่วได้ดีกว่าทองแดง

จากการศึกษาค่าพารามิเตอร์ที่เหมาะสมของขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode พบว่าพารามิเตอร์ที่เหมาะสมคือ ใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตด ที่ pH 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งให้ค่ากระแสที่สูงคือ $160\text{ }\mu\text{A}$ และเป็นการรักษาสภาพขั้วด้วยเนื่องจากค่าพีเอชเป็นกลาง deposition time เท่ากับ 80 วินาที scan rate เท่ากับ 0.6 V/s Equilibration time เท่ากับ 20 วินาที และขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ $40\text{ }\mu\text{g/}$

ในการใช้ขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode พบว่ายังมีข้อจำกัดในการวิเคราะห์อยู่บางประการ คือ ในการวิเคราะห์อย่างต่อเนื่องซ้ำหลายๆครั้งจำเป็นจะต้องมีการขัดผิวหน้าขั้วอยู่บ่อยครั้ง เนื่องจากในการวิเคราะห์อาจมีการ deposit ของตะกั่วบนผิวหน้าขั้ว จึงทำให้ศักย์ภาพในการตรวจวัดตะกั่วนั้นลดลง ส่งผลให้ค่ากระแสที่ปรากฏมีค่าน้อยลงด้วย และอีกประการคือ การเก็บรักษาขั้ว ALA-Chitosan Carbon Paste Electrode จำเป็นต้องเก็บไว้ที่ อุณหภูมิ 4°C เพื่อเป็นการรักษาหรือคงสภาพของ ALA Chitosan จึงจำเป็นต้องมีการพัฒนาต่อไปเพื่อประสิทธิภาพที่ดียิ่งขึ้น

เอกสารอ้างอิง

- Deng P., Xu Z.,Feng Y. and Li J. 2012. Electrocatalytic reduction and determination of p-nitrophenol on acetylene black paste electrode coated with salicylaldehyde-modified chitosan. *Sensors and Actuators B* 381-389
- Deng P.,Xu Z. and Li J.2013.Simultaneous determination of ascorbic acid and rutin in pharmaceutical preparations with electrochemical method based on multi-walled carbonnanotubes–chitosan composite film modified electrode. *Pharmaceutical and Biomedical Analysis* 76:234-242.
- Jia N., Huang B. Chen L.,TanL.and Yao S. 2014. A simple non-enzymatic hydrogen peroxide sensor using gold nano particle – grapheme – chitosan modified electrode *Sensors and Actuators B* 195 : 165-170.
- Kucukkolbasi S., ÖzdenErdoğan Z., Berek Mustafa Sahin J. and Kocak N., 2013. A Novel Chitosan Nanoparticle-Schiff Base Modified Carbon Paste Electrode as a Sensor for the Determination of Pb(II) in Waste Water, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 8.p : 2164 – 2181.
- Lu G.,Yao X., Wu X. and Zhan T., Determination of the total iron by chitosan-modified glassy carbon electrode, 2001.*Microchemical Journal* 69, p : 81-87
- Martínez-Huitle C.A., SuelyFernandes N., Cerro-Lopez M., Quiroz M.A. Determination of Trace Metals by Differential Pulse Voltammetry at Chitosan Modified Electrodes, 2010. *Portugaliae Electrochimica Acta.P* :39-49
- Vicentini F.C., Silva T.A., Pellatieri A., Janegitz B.C.,Filho O.F. and Faria R.C. 2014. PB(II) determination in natural water using a carbon nanotubes paste electrode modified with crosslinked chitosan. *Microchemical* : 191-196.
- Xue W.,Hui L., Min W., Li G.S.,YanZ.,JiangW.Q.,Gang H.P. and Zhi F.Y.2013. Simultaneous Electrochemical Determination of Sulphite and Nitrite by a Gold Nanoparticle/Graphene-Chitosan Modified Electrode. *Analytical chemistry* : 1232-1237.
- Ye X., Yang Q., Wang Y.and Li N.,1998. Electrochemical behaviour of gold, silver, platinum and palladium on the glassy carbon electrode modified by chitosan and its application. *Talanta* 47:1099-1106.

Zeng Y., Zhu Z., Wang R.X., and Lu G.H. 2005. Electrochemical determination of bromide at a multiwall carbon nanotubes-chitosan modified electrode. *Electrochimica Acta* 51 :649-654



ภาคผนวก ก
การเตรียมสารเคมี

1. การเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์

1.1 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ \text{g}/82.03 &= (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร

เมื่อ

g	คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)
Mw	คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M	คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V	คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.1.1 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร pH 2

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ \text{g}/82.03 &= (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 2 ด้วยสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น

เมื่อ

g	คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)
Mw	คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M	คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V	คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.1.2 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร pH 3

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ &\text{g}/82.03 = (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 3 ด้วยสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น

เมื่อ

g คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)
Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.1.3 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร pH 4

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ &\text{g}/82.03 = (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 4 ด้วยสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น

เมื่อ

g คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)
Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.1.4 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร pH 5

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ &\text{g}/82.03 = (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 2 ด้วยสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น

เมื่อ

- g คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)
Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.1.5 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร pH 6

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad g/Mw &= MV/1000 \\ g/82.03 &= (0.2 \times 100)/1000 \\ g &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 6 ด้วยสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น

เมื่อ

- g คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)
Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.1.6 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร pH 7

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad g/Mw &= MV/1000 \\ g/82.03 &= (0.2 \times 100)/1000 \\ g &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 7 ด้วยสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น

เมื่อ

- g คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)

- Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.1.7 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร pH 8

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ &= (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 8 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น

เมื่อ

- g คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)
Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.1.8 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร pH 9

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ &= (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 9 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น

เมื่อ

- g คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)
Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.1.9 การเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร pH 10

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ \text{g}/82.03 &= (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= 1.64 \text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมอะซิเตด 1.64 กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 10 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น

เมื่อ

g คือ น้ำหนักของโซเดียมอะซิเตด(กรัม)
Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมอะซิเตด(กรัม/โมล)
M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(โมลาร์)
V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมอะซิเตด(มิลลิลิตร)

1.2 การเตรียมสารละลายโซเดียมไนเตรด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ \text{g}/ &= (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= \text{g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โซเดียมไนเตรด กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร

เมื่อ

g คือ น้ำหนักของโซเดียมไนเตรด(กรัม)
Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมไนเตรด(กรัม/โมล)
M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไนเตรด(โมลาร์)
V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไนเตรด(มิลลิลิตร)

1.3 การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมไนเตรด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad \text{g/Mw} &= \text{MV}/1000 \\ \text{g}/ &= (0.2 \times 100)/1000 \\ \text{g} &= \text{g} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายโพแทสเซียมไนเตรด เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะต้องใช้โพแทสเซียมไนเตรด กรัม จากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร

เมื่อ

g	คือ น้ำหนักของโพแทสเซียมไนเตรด (กรัม)
Mw	คือ มวลโมเลกุลของโพแทสเซียมไนเตรด (กรัม/โมล)
M	คือ ความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมไนเตรด (โมลาร์)
V	คือ ปริมาตรของสารละลายโพแทสเซียมไนเตรด (มิลลิลิตร)

1.4 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตรจากสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลาร์

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1V_1 &= M_2V_2 \\ 1 \times V_1 &= 0.2 \times 100 \\ V_1 &= 20 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตรจะต้องใช้กรดไฮโดรคลอริก 20 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาละลายด้วยน้ำ DI และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร

เมื่อ

M_1	คือ ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกก่อนเจือจาง(โมลาร์)
V_1	คือ ปริมาตรของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
M_2	คือ ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกหลังเจือจาง(โมลาร์)
V_2	คือ ปริมาตรของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก(มิลลิลิตร)

2. การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว

2.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 900 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1V_1 &= M_2V_2 \\ 1000 \times V_1 &= 900 \times 25 \\ V_1 &= 22.5 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 900 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาณ 22.5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

M_1	คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
V_1	คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)

- M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 800 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 1000 \times V_1 &= 800 \times 25 \\ V_1 &= 20 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 800 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาณ 20 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 700 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 1000 \times V_1 &= 700 \times 25 \\ V_1 &= 17.5 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 700 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาณ 17.5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 600 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 1000 \times V_1 &= 600 \times 25 \\ V_1 &= 15 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 600 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 15 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.5 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 500 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 1000 \times V_1 &= 500 \times 25 \\ V_1 &= 12.5 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 500 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 12.5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.6 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 400 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 1000 \times V_1 &= 400 \times 25 \\ V_1 &= 10 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 400 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.7 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 300 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 1000 \times V_1 &= 300 \times 25 \\ V_1 &= 7.5 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 300 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 7.5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.8 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 200 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 1000 \times V_1 &= 200 \times 25 \\ V_1 &= 5 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 200 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาณ 5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.9 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{สูตร} \quad M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 1000 \times V_1 &= 100 \times 25 \\ V_1 &= 2.5 \text{ ml} \end{aligned}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 1000 ppm ปริมาณ 2.5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.10 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 50 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm

$$\begin{array}{lcl} \text{สูตร} & M_1V_1 & = M_2V_2 \\ & 100 \times V_1 & = 50 \times 25 \\ & V_1 & = 12.5 \text{ ml} \end{array}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 50 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm ปริมาณ 12.5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.11 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 40 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm

$$\begin{array}{lcl} \text{สูตร} & M_1V_1 & = M_2V_2 \\ & 100 \times V_1 & = 40 \times 25 \\ & V_1 & = 10 \text{ ml} \end{array}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 40 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.12 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 30 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm

$$\begin{array}{lcl} \text{สูตร} & M_1V_1 & = M_2V_2 \\ & 100 \times V_1 & = 30 \times 25 \\ & V_1 & = 7.5 \text{ ml} \end{array}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 30 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm ปริมาณ 7.5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.13 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 20 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm

$$\begin{array}{lcl} \text{สูตร} & M_1V_1 & = M_2V_2 \\ & 100 \times V_1 & = 20 \times 25 \\ & V_1 & = 5 \text{ ml} \end{array}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 20 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm ปริมาณ 5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

เมื่อ

- M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)
 M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)

2.14 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm

$$\begin{array}{rclcl} \text{สูตร} & M_1V_1 & = & M_2V_2 & \\ & 100 \times V_1 & = & 10 \times 25 & \\ & V_1 & = & 2.5 \text{ ml} & \end{array}$$

ดังนั้น ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว เข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตรจะต้องใช้สารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 ppm ปริมาณ 2.5 มิลลิลิตรจากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ให้ได้ 25 มิลลิลิตร

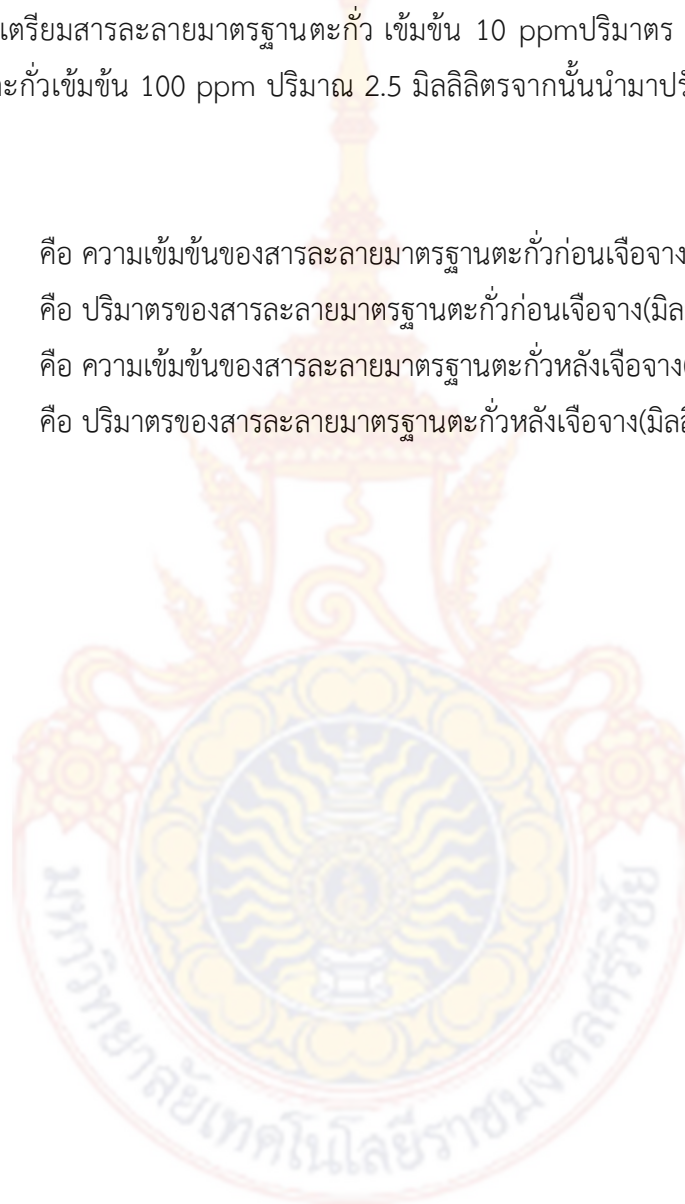
เมื่อ

M_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(ppm)

V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วก่อนเจือจาง(มิลลิลิตร)

M_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(ppm)

V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลังเจือจาง(มิลลิลิตร)



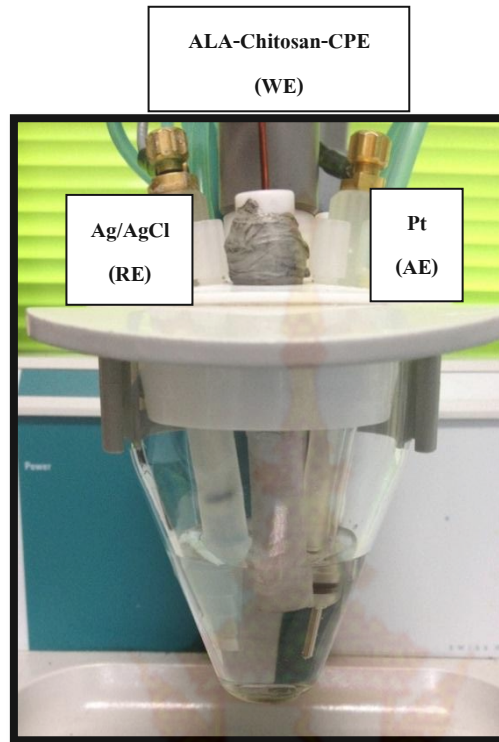
ภาคผนวก ข
การทำ ALA- Chitosan-CPE



ภาพภาคผนวกที่ 1 แท่งเทปลอน(ขนาด $D=8\text{mm} \times 100\text{ mm}$, $d_1=2\text{ mm}$, $d_2=6\text{mm}$)



ภาพภาคผนวกที่ 2 การสังเคราะห์ ALA- Chitosan



ภาพภาคผนวกที่ 3 ขั้วและการประกอบขั้ว ALA- Chitosan เพื่อศึกษาพฤติกรรมทางไฟฟ้าเคมีของโลหะหนัก



ภาคผนวก ค
การนำเสนองานวิจัยระดับนานาชาติ

Poster presentation หัวข้อ Analysis of heavy metals using 5-amino levulinic acid (ALA)-chitosan modified electrodes การประชุมวิชาการระดับนานาชาติ The 9th Rajamangala University of Technology International Conference (RMUTCON 2018) หัวข้อ“RMUT Driving Innovation for Thailand 4.0 ระหว่าง วันที่ 1-3 สิงหาคม 2561 ณ โรงแรมเรือรัฐภา อ.เมือง จ.ตรัง

