

การสร้างขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนด้วยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์และ  
อนุภาคนาโนของทอง เพื่อวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิก  
ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

FABRICATION OF REDUCED GRAPHENE OXIDE/GOLD  
NANOPARTICLES SCREEN-PRINTED ELECTRODE FOR  
DETERMINATION OF ASCORBIC ACID USING  
CYCLIC VOLTAMMETRY



กนกพร เขียวชาญสมุทร  
มาลีสา แซ่ม้า

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานปีการศึกษา 2561 ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

FABRICATION OF REDUCED GRAPHENE OXIDE/GOLD  
NANOPARTICLES SCREEN-PRINTED ELECTRODE FOR  
DETERMINATION OF ASCORBIC ACID USING  
CYCLIC VOLTAMMETRY



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF  
THE REQUIREMENT FOR  
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)  
DEPARTMENT OF CHEMISTRY FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่หรือนำไปใช้ในการค้า  
ACADEMIC YEAR 2018

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การสร้างขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนด้วยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์และอนุภาคนาโนของทอง เพื่อวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

Fabrication of Reduced Graphene Oxide/Gold Nanoparticles Screen-Printed Electrode for Determination of Ascorbic Acid Using Cyclic Voltammetry

ชื่อนักศึกษา

นางสาวกนกพร เชี่ยวชาญสมุทร รหัสนักศึกษา 58050429  
นางสาวมาลีสา แซ่ม้า รหัสนักศึกษา 58050532

ปริญญา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา

เคมี

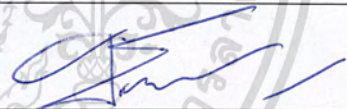


ปีการศึกษา

2561

อาจารย์ที่ปรึกษา

ผศ.ดร.เอกรัฐ เดชศรี

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2561

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ ประธานกรรมการ	
ดร.กิตติมนต์ จิระกิตติดุลย์ กรรมการ	
ผศ.ดร.เอกรัฐ เดชศรี กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้สิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์ อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้ง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสร้างขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนด้วยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์และอนุภาคนาโนของทอง เพื่อวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี
ชื่อนักศึกษา	นางสาวกนกพร เชี่ยวชาญสมุทร รหัสนักศึกษา 58050429 นางสาวมาลิสา แซ่ม้า รหัสนักศึกษา 58050532
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2561
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.เอกรัฐ เดชศรี

### บทคัดย่อ

ในโครงการพิเศษนี้ ได้ทำการสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิต โดยใช้อนุภาคนาโนของทองและรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ เพื่อใช้ตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก แผ่นฟิล์มบางหลายชั้นถูกสร้างขึ้นด้วยแรงดึงดูดทางไฟฟ้าระหว่างชั้นประจุบวกของโพลีไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ และชั้นประจุลบของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงบนขั้วไฟฟ้าอนุภาคนาโนของทองแบบพิมพ์สกรีนโดยใช้เทคนิคเลเยอร์บายเลเยอร์ สมบัติทางเคมีไฟฟ้าและลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตที่ปรับปรุงแล้ว ถูกศึกษาด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี และมีการปรับสภาวะให้มีความเหมาะสมต่อการทำงานของเซ็นเซอร์ โดยค่ากระแสสูงสุดที่ได้จากเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีมีการเพิ่มขึ้นอย่างเป็นเส้นตรงเมื่อความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิกเพิ่มขึ้น ซึ่งขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตสามารถตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 20-500  $\mu\text{M}$  มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดและขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์เท่ากับ 22.1 และ 73.6  $\mu\text{M}$  (S/N = 3) ตามลำดับ เนื่องด้วยอนุภาคนาโนของทองและรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ช่วยให้อิเล็กทรอนิกส์เกิดการเคลื่อนที่ได้ดีและยังทำให้ขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตมีความไวต่อสารที่ต้องการวิเคราะห์เพิ่มขึ้น จึงสามารถสรุปได้ว่า ขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตที่ถูกพัฒนาขึ้น มีความไวสูง มีความเสถียร และมีความสามารถในการทำซ้ำได้ดี

**คำสำคัญ :** กรดแอสคอร์บิก ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ อนุภาคนาโนของทอง  
เทคนิคเลเยอร์บายเลเยอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Fabrication of Reduced Graphene Oxide/Gold Nanoparticles Screen-Printed Electrode for Determination of Ascorbic Acid Using Cyclic Voltammetry
Students	Miss Kanokporn Cheawchansamoot Student ID 58050429 Miss Malisa Saema Student ID 58050532
Degree	Bachelor of Science (Industrial chemistry)
Department	Chemistry
Faculty	Science
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)
Academic Year	2018
Advisor	Asst. Prof. Dr. Ekarat Detsri

### Abstract

In the present study, gold nanoparticles and reduced-graphene oxide were used to fabricate nanocomposite electrode for determination of ascorbic acid. The multilayer thin films were achieved by electrostatic interaction between positively-charged poly(diallyldimethylammonium chloride) and negatively-charged reduced-graphene oxide on gold nanoparticles screen-printed electrode using Layer-by-Layer technique. The electrochemical and electrocatalytic characteristics of the modified nanocomposite electrode were recorded using cyclic voltammetry (CV) and the factors that affected the performance of the sensor were also optimized. The peak currents obtained by CV increased linearly with the increasing of the concentration of ascorbic acid and the nanocomposite electrode had a detection range over the concentration ranges of 20-500  $\mu\text{M}$ , with limit of detection and limit of quantitation were 22.1 and 73.6  $\mu\text{M}$ , respectively ( $S/N = 3$ ). Due to gold nanoparticles and reduced-graphene oxide promoting the electron transfer, and raising the sensitivity of the nanocomposite electrode, the proposed disposable nanocomposite electrode displayed a good sensitivity, stability and reproducibility.

**Keywords :** Ascorbic Acid, Screen Printed Electrode, Reduced Graphene Oxide,

Gold Nanoparticles, Layer-by-Layer Technique

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษ เรื่อง การสร้างขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนด้วยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์และอนุภาคนาโนของทอง เพื่อวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี เนื่องจากได้รับความอนุเคราะห์ผู้มีพระคุณหลายท่านที่เกี่ยวข้อง ดังนี้

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.เอกรัฐ เดชศรี อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษนี้เป็นอย่างสูง ที่ได้ให้ความรู้ ความช่วยเหลือ และคำแนะนำต่างๆจนโครงการพิเศษฉบับนี้มีความสมบูรณ์และสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ดร.ชาวลย์ ศรีวงษ์ เป็นอย่างสูง ที่กรุณาเป็นคณะกรรมการสอบโครงการพิเศษ อีกทั้งยังให้ความรู้ คำแนะนำ และให้ความอนุเคราะห์สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์และการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์จนสำเร็จลุล่วง

ขอขอบพระคุณ ดร.กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ เป็นอย่างสูง ที่กรุณาเป็นคณะกรรมการสอบโครงการพิเศษ ตลอดจนให้คำแนะนำ และข้อเสนอแนะต่างๆในการจัดทำโครงการพิเศษฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ได้ให้ความรู้ และความช่วยเหลือในการใช้เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ห้องธุรการ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่คอยอำนวยความสะดวกและช่วยติดต่อประสานงานในเรื่องต่างๆ

สุดท้ายนี้ ขอขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัว ที่ได้ให้กำลังใจและสนับสนุนในการทำโครงการพิเศษฉบับนี้มาโดยตลอดจนสำเร็จลุล่วง

กนกพร เชี่ยวชาญสมุทร  
มาลิส่า แซ่ม้า

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ญ
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	ฐ
<b>บทที่ 1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>3</b>
2.1 กรดแอสคอร์บิก.....	3
2.1.1 สมบัติทางเคมีของกรดแอสคอร์บิก.....	3
2.1.2 วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณกรดแอสคอร์บิก.....	4
ก. วิธีการไทเทรตแบบรีดอกซ์.....	4
ข. วิธีสเปกโตรโฟโตเมตริก.....	5
ค. วิธีฟลูออโรเมตริก.....	6
ง. วิธีโครมาโทกราฟี.....	8
2.2 วัสดุที่ใช้สร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิต.....	9
2.2.1 อนุภาคนาโนของทอง.....	9
ก. การสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทอง.....	10
2.2.2 รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	12
ก. วิธีการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	13
2.3 ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน.....	17
2.4 เทคนิคเลเซอร์บายเลเยอร์.....	19
2.5 การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า.....	20
2.5.1 หลักการทางเคมีไฟฟ้า.....	20
2.5.2 ไซคลิกโวลแทมเมตรี.....	21

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.6 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์.....	22
2.6.1 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสง.....	22
2.6.2 Fourier Transform Infrared Spectrophotometer.....	22
2.6.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	23
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	23
2.7.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์โดยใช้วิธีปรับปรุงของฮัมเมอร์.....	23
2.7.2 ผลของขนาดและรูปร่างของอนุภาคกราฟาไฟต์ที่มีต่อเวลาในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยใช้วิธีของฮัมเมอร์ในการสังเคราะห์.....	24
2.7.3 วิธีการดูดซับชั้นไอออนและปฏิกิริยา (SILAR) เพื่อการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้นของแมงกานีสไดออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เพื่อการใช้งานเป็นตัวเก็บประจุ.....	26
2.7.4 การปรับปรุงขั้วไฟฟ้า Glassy Carbon ด้วยท่อานาโนคาร์บอนแบบผนังชั้นเดียวและซิงค์ออกไซด์ เพื่อตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรี.....	28
2.7.5 การวิเคราะห์โดพามีนและกรดแอสคอร์บิกในตัวอย่างชีวภาพด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าด้วยขั้วไฟฟ้าแบบไฮบริดของแผ่นกราฟีนขนาดนาโนร่วมกับ Silver Nanorods และพอลิเมอร์.....	29
2.7.6 การตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเซ็นเซอร์เฮเทอโรจีเนียสคาร์บอนซึ่งปรับปรุงด้วยท่อานาโนคาร์บอนและอนุภาคนาโนของทอง.....	30
2.7.7 การตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกในตัวอย่างน้ำเลือดด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนแบบพิมพ์สกรีนซึ่งปรับปรุงด้วยอนุภาคนาโนของทอง.....	32
2.7.8 เซ็นเซอร์โวลแทมเมตริกที่มีการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนขั้วไฟฟ้าคาร์บอนแบบพิมพ์สกรีนเพื่อตรวจวัดกรดยูริก กรดแอสคอร์บิก และโดพามีนพร้อมกัน.....	33
2.7.9 ขั้วไฟฟ้าคอมพอสิต Glassy Carbon และท่อานาโนคาร์บอนที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชันเพื่อตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกและกรดยูริกพร้อมกัน.....	35
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....</b>	<b>37</b>
3.1 สารเคมี.....	37
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	38
3.3 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ (GO) และการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO).....	38

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมอนุญาตให้นำไปเผยแพร่ภายนอก

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ด้วยวิธีการปรับปรุงวิธีของฮัมเมอร์.....	38
3.3.2 การรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการรีดักชันทางเคมี .....	40
3.4 การศึกษาสภาวะต่างๆในการสร้างแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น	40
3.4.1 การเตรียมแผ่นกระจกให้มีคุณสมบัติชอบน้ำ .....	41
3.4.2 การศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ Reducing Agent ที่ใช้ในการรีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์ .....	41
3.4.3 การศึกษาเวลาที่เหมาะสมของแผ่นฟิล์มบางในการจุ่มสารละลายรีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์ .....	42
3.4.4 การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง .....	43
ก. การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบ ชั้นต่อชั้น .....	43
ข. การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบ แบบชั้นต่อชั้น .....	43
ค. การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบ รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก.....	44
3.5 การสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิต .....	45
3.5.1 การสร้างแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน GO/AuNPs ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น .....	45
3.5.2 การสร้างแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ บนแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน .....	45
3.6 การวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิก โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี.....	46
3.6.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิค ไซคลิกโวลแทมเมตรี .....	46
ก. การศึกษาชนิดของขั้วไฟฟ้า (Electrode) ที่เหมาะสม .....	46
ข. การศึกษาอัตราการสแกน (Scan Rate) ที่เหมาะสม .....	46
3.6.2 การตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี.....	47
ก. การสร้างกราฟมาตรฐานของกรดแอสคอร์บิก.....	47
ข. การศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) .....	47
ค. การศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ).....	47
ง. การศึกษาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) .....	48

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ประโยชน์ทางการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล .....	49
4.1 การวิเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์ของกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์..	49
4.1.1 ผลของการศึกษาการดูดกลืนแสงของกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค UV-Visible spectrophotometry ...	49
4.1.2 ผลของการศึกษารูปร่างและขนาดของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยการส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	51
4.1.3 ผลของการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy	52
4.2 การศึกษาสถานะต่างๆในการสร้างแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique).....	53
4.2.1 ผลจากการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของของ Reducing Agent ที่ใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	53
4.2.2 ผลจากการศึกษาเวลาที่เหมาะสมของแผ่นฟิล์มบางในการจุ่มสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	55
4.3 ผลจากการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางชนิดต่างๆโดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique).....	56
4.3.1 ผลจากการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น.....	56
4.3.2 ผลจากการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น.....	58
4.3.3 ผลจากการศึกษาการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก (In-situ) .....	59
4.3.4 ผลการเปรียบเทียบการศึกษาแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้นและแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก.....	61
4.4 การศึกษาการวิเคราะห์หาคาร์บอนแอสคอร์บิก โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี.....	63
4.4.1 การศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์คาร์บอนแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี .....	63
ก. ผลการศึกษาชนิดของขั้วไฟฟ้า (Electrode) ที่เหมาะสม.....	63
ข. ผลการศึกษาอัตราการสแกน (Scan Rate) ที่เหมาะสม .....	65

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.5 ผลจากการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี .....	67
4.5.1 ผลจากการสร้างกราฟมาตรฐานของกรดแอสคอร์บิก .....	67
4.5.2 ผลของการศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) และขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ) .....	68
4.5.3 การศึกษาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) .....	69
<b>บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ</b> .....	<b>70</b>
5.1 สรุปผลการวิจัย .....	70
5.2 ปัญหาและข้อเสนอแนะ .....	71
เอกสารอ้างอิง .....	72
ภาคผนวก .....	77
ภาคผนวก ก .....	78
ภาคผนวก ข .....	81
ประวัติผู้วิจัย .....	83

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติทางเคมีของกรดแอสคอร์บิก .....	4
2.2 ปริมาณวิตามินซีที่ตรวจวัดได้ด้วยวิธีไทเทรตแบบรีดอกซ์ .....	5
2.3 ค่าที่ได้จากวิธีที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน .....	8
2.4 สภาวะต่างๆที่ใช้ในการตรวจวัด .....	8
2.5 ปริมาตรของสารต่างๆที่ใช้ในขั้นตอนที่สอง .....	12
2.6 ปริมาณวิตามินซีที่ตรวจวัดด้วยเทคนิคไซคลอคลิกโวลแทมเมตรีและวิธีมาตรฐาน .....	19
2.7 ตัวอย่างโพลีสไตรีนโพลีไธม .....	20
2.8 ค่า Recovery (%) และ RSD (%) .....	29
2.9 ค่า Recovery (%) และ RSD (%) .....	33
2.10 ค่า Recovery (%) .....	34
3.1 สารเคมีที่ใช้ .....	37
4.1 เปรียบเทียบแถบการสั่นที่สำคัญของกราฟอินฟราเรด และรีดิฟกราฟอินฟราเรด .....	53
4.2 ค่า LOD และ LOQ .....	69
4.3 ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) .....	69

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างทางเคมีของกรดแอสคอร์บิก .....	3
2.2 สเปกตรัมของกรดแอสคอร์บิก .....	5
2.3 Calibration curve ของสารมาตรฐานกรดแอสคอร์บิกที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0-16 mg/L..	6
2.4 กราฟเปรียบเทียบระหว่างวิธีสเปกโตรโฟโตเมตริกและวิธีการไทเทรตแบบบรีดออกซ์ .....	6
2.5 ปฏิกริยารีดอกซ์ที่เกิดขึ้นของเมทิลีนบลู .....	7
2.6 สเปกตรัมของเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	7
2.7 โคโรมาโทแกรมที่ได้จากตัวอย่างน้ำเลือด .....	9
2.8 อนุภาคนาโนของทองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย TEM .....	10
2.9 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมที่ได้จากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทอง .....	11
2.10 ผลการทดลองที่ได้จากวิธี Seed-Mediated Growth .....	12
2.11 กราฟอินฟราเรดและรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ .....	13
2.12 สเปกตรัม IR ของกราฟีนและรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	14
2.13 สเปกตรัม Raman ของกราฟีนและรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ .....	14
2.14 ลักษณะของรีดิวซ์กราฟีนและกราฟไฟต์ที่ได้จาก SEM.....	15
2.15 สเปกตรัม Raman ของกราฟไฟต์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ .....	16
2.16 ลักษณะของรีดิวซ์กราฟีนที่สังเคราะห์ได้จากทั้งสองวิธี .....	16
2.17 สเปกตรัม Raman ที่ได้จากทั้งสองวิธี.....	17
2.18 ส่วนประกอบของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน .....	18
2.19 กระบวนการขึ้นรูปแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคเลเยอร์บายเลเยอร์ .....	19
2.20 ไซคลิกโวลแทมโมแกรม.....	22
2.21 สเปกตรัมของกราฟีนออกไซด์ .....	24
2.22 ภาพกราฟีนออกไซด์ที่ได้จาก SEM.....	24
2.23 XRD Pattern ที่ได้จากกราฟีนออกไซด์.....	25
2.24 ภาพ SEM ของกราฟีนออกไซด์ .....	26
2.25 ขั้นตอนการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น .....	27
2.26 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับขั้วดั้งเดิม.....	27
2.27 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของทั้ง 3 ขั้วไฟฟ้า .....	28
2.28 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น.....	30
2.29 ไซคลิกโวลแทมของขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพสเปรียบเทียบกับอีก 3 ขั้วไฟฟ้า .....	31
2.30 ไซคลิกโวลแทมของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนเปรียบเทียบกับอีก 3 ขั้วไฟฟ้า.....	31

เอกสารนี้ 2.30 ไซคลิกโวลแทมของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนเปรียบเทียบกับอีก 3 ขั้วไฟฟ้าไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.31 แอมเพอโรแกรมที่ได้จากสารละลายผสมของ DA, AA และ UA.....	32
2.32 ดิฟเฟอเรนเชียล พัลส์ โวลแทมโมแกรมของ DA, AA และ UA.....	33
2.33 ไสคลิกโวลแทมโมแกรมของข้าวโพ่าที่พัฒนาขึ้นและข้าวโพ่าแบบดั้งเดิม .....	34
2.34 เปรียบเทียบกระแสที่ได้จากข้าวที่พัฒนาขึ้นและข้าวดั้งเดิม .....	36
2.35 ไสคลิกโวลแทมโมแกรมที่ได้จากสารละลายผสมระหว่าง AA และ UA.....	36
3.1 แผนผังแสดงการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ด้วยวิธีการปรับปรุงวิธีของฮัมเมอร์ .....	39
3.2 แผนผังแสดงการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการรีดักชันทางเคมี .....	40
3.3 การปรับสภาพพื้นผิวของแผ่นกระจกด้วยการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น .....	41
3.4 แผนผังการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตที่ใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ .....	42
3.5 แผนผังแสดงการศึกษาเวลาที่เหมาะสมของแผ่นฟิล์มบางในการจุ่มสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	42
3.6 การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น.....	43
3.7 การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น.....	44
3.8 การรีดิวซ์แผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก	44
3.9 แผ่นข้าวพิมพ์สกรีน GO/AuNPs ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น.....	45
3.10 แผ่นข้าวพิมพ์สกรีน rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นข้าวพิมพ์สกรีนด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี .....	45
3.11 แผนผังการศึกษาอิเล็กทรอนิกส์ที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ทารกตแอสคอร์บิก .....	46
3.12 แผนผังการศึกษาอัตราการสแกนที่เหมาะสม .....	47
4.1 ค่าการดูดกลืนแสงของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	50
4.2 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ .....	51
4.3 FTIR สเปกตรัมของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ .....	52
4.4 โครงสร้างทางเคมีของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	53
4.5 ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่เติมสารละลายไฮดราซีนที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	54
4.6 ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของสารละลายไฮดราซีนที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	54
4.7 ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC โดยการจุ่มในเวลาที่แตกต่างกัน.....	55

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.8 ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC โดยการจุ่มในเวลาที่แตกต่างกัน.....	56
4.9 ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น.....	57
4.10 ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น.....	57
4.11 ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น.....	58
4.12 ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น.....	59
4.13 ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี.....	60
4.14 ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก.....	60
4.15 ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น และแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก .....	61
4.16 รูปพื้นผิวแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น และสร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก.....	62
4.17 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้น 200 ไมโครโมลาร์ โดยใช้ขั้วไฟฟ้า AuNPs, GO/AuNPs และ rGO/AuNPs.....	63
4.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสกับชนิดของขั้วไฟฟ้าของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 200 ไมโครโมลาร์.....	64
4.19 การเกิดปฏิกิริยาที่หน้าขั้วไฟฟ้า.....	64
4.20 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 500 ไมโครโมลาร์ที่อัตราการสแกนต่างๆ .....	65
4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสออกซิเดชัน กับอัตราการสแกนต่างๆ ของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 500 ไมโครโมลาร์ .....	65
4.22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสออกซิเดชัน กับ Scan Rate <sup>1/2</sup> ต่างๆ ของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้น 500 ไมโครโมลาร์.....	66
4.23 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้นต่างๆ .....	67
4.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสออกซิเดชัน กับกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) ที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	68

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่เผยแพร่เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/สัญลักษณ์	คำอธิบาย
rGO	Reduced Graphene Oxide
AuNPs	Gold Nanoparticles
PDADMAC	Poly (diallyl dimethyl ammonium chloride)
PSS	Poly (4-styrene sulfonic acid) sodium salt
NaCl	Sodium Chloride
LbL	Layer-by-Layer Technique
In-situ	การสร้างแผ่นฟิล์มบางที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นขั้วพิมพ์สกรีนด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี
UV-visible spectrophotometry	Ultraviolet-visible Spectrophotometry
XRD	X-Ray Diffractometer
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectrophotometry
TEM	Transmission Electron Microscope
ml	Milliliter (มิลลิลิตร)
$\mu\text{M}$	Micromolar (ไมโครโมลาร์)
$R^2$	Correlation Coefficient (ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์)
LOD	Limit of Detection (ขีดจำกัดต่ำสุดที่ตรวจพบ)
LOQ	Limit of Quantitation (ขีดจำกัดต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้)
V	Volt (โวลต์)
A	Ampere (แอมแปร์)
a.u.	Absorbance Unit
$\text{cm}^{-1}$	หน่วยของเลขคลื่น
$I_p$	กระแสสูงสุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

กรดแอสคอร์บิกหรือวิตามินซี เป็นสารอาหารที่จำเป็นต่อร่างกาย หากเกิดภาวะพร่องวิตามินซีจะทำให้เกิดอาการของโรคเลือดปูดแตก ดังนั้น ร่างกายต้องได้รับปริมาณวิตามินซีที่เพียงพอ ซึ่งปริมาณที่ร่างกายควรได้รับต่อวัน คือ 60-90 มิลลิกรัม [1] จึงทำให้ผู้บริโภคนิยมรับประทานอาหารเสริมประเภทวิตามินซีเป็นอย่างมาก โดยส่วนใหญ่ในอาหารเสริมประเภทวิตามินซี ที่มีวางขายตามท้องตลาด จำนวน 1 เม็ด จะมีปริมาณวิตามินซีถึง 500 ถึง 1,000 มิลลิกรัม และยังมีสารอื่นๆเป็นส่วนประกอบ แต่ในบางครั้งกระบวนการผลิตอาหารเสริมประเภทวิตามินซีอาจมีข้อผิดพลาดจึงทำให้ปริมาณวิตามินซีในอาหารเสริมแต่ละเม็ดไม่ถึง 500 ถึง 1,000 มิลลิกรัม ส่งผลให้ผู้ผลิตต้องมีการตรวจสอบคุณภาพของอาหารเสริมที่ผลิตได้ในแต่ละรอบ

ปัจจุบันมีวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณของกรดแอสคอร์บิกอยู่หลายเทคนิค ยกตัวอย่างเช่น การไทเทรตแบบบริดจซ์ [5] เทคนิคสเปกโตรโฟโตเมตริก [6] เทคนิคฟลูออโรเมตริก [7] และเทคนิคโครมาโทกราฟี [8] เป็นต้น แม้วิธีการดังกล่าวจะมีประสิทธิภาพสูง มีความแม่นยำ และมีความน่าเชื่อถือสูง แต่มีข้อเสีย คือ บางเทคนิคมีวิธีการเตรียมตัวอย่างที่ซับซ้อน มีการใช้ตัวอย่างในปริมาณมาก ใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน และมีต้นทุนสูง ทำให้มีการพัฒนาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณกรดแอสคอร์บิกเพื่อแก้ไขข้อเสียเหล่านี้ เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าเป็นหนึ่งในเทคนิคที่นิยมนำมาประยุกต์ใช้ในการพัฒนาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณกรดแอสคอร์บิก เนื่องจากเป็นเทคนิคที่ใช้สารตัวอย่างในปริมาณน้อย แม่นยำ และรวดเร็ว ซึ่งโดยส่วนใหญ่จะเป็นการพัฒนาขั้วไฟฟ้าด้วยวัสดุที่แตกต่างกันออกไป เช่น กราฟีนออกไซด์ ไรดิคัลกราฟีนออกไซด์ อนุภาคเงินในระดับนาโน และท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น (MWCNTs) เป็นต้น ซึ่งขึ้นอยู่กับ การนำไปประยุกต์ใช้กับสารตัวอย่างที่ต้องการจะวิเคราะห์

โครงการพิเศษนี้ได้พัฒนาขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิต สำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า ในการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก โดยขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตที่พัฒนาขึ้น เป็นขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน (Screen-Printed Electrode) ที่ทำมาจากอนุภาคนาโนของทอง และไรดิคัลกราฟีนออกไซด์ด้วยเทคนิคเลเยอร์บายเลเยอร์ (Layer-by-Layer Technique) และใช้เทคนิคโซลลิควิลเทมเมทรีในการตรวจวัดหากรดแอสคอร์บิกในอาหารเสริมประเภทวิตามินซี

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) เพื่อสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ ด้วยวิธีการปรับปรุงวิธีของฮัมเมอร์ (Modified Hummer's Method) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ด้วยกระบวนการรีดักชันทางเคมี (Chemical Reduction)
- 2) เพื่อสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตด้วยอนุภาคนาโนของทอง และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique) บนขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน (Screen-Printed Electrode)
- 3) เพื่อทดสอบประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น โดยนำไปวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic Voltammetry)

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) สังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ ด้วยวิธีการปรับปรุงวิธีของฮัมเมอร์ (Modified Hummer's Method) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการรีดักชันทางเคมี (Chemical Reduction)
- 2) ศึกษากระบวนการและสภาวะต่างๆที่เหมาะสมในการสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตของอนุภาคนาโนของทองและรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique) บนขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน (Screen-Printed Electrode) ตั้งแต่ 1 ถึง 11 ชั้น
- 3) ประเมินประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าคอมพอสิตที่พัฒนาขึ้นด้วยการนำไปวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic Voltammetry) ตั้งแต่ 20 ถึง 500 ไมโครโมลาร์

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) ได้วิธีการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ที่ปรับปรุงจากวิธีของฮัมเมอร์ (Modified Hummer's Method)
- 2) สามารถสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตของอนุภาคนาโนของทองและรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique) ลงบนขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน (Screen-Printed Electrode) ได้สำเร็จ
- 3) ขั้วไฟฟ้าคอมพอสิตที่พัฒนาขึ้นด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique) สามารถนำไปใช้วิเคราะห์กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) ได้เป็นผลสำเร็จ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

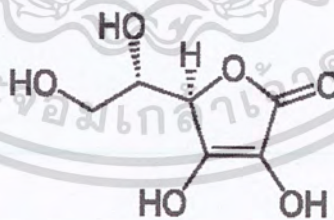
# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 กรดแอสคอร์บิก

กรดแอสคอร์บิกหรือวิตามินซี เป็นสารอาหารที่จำเป็นต่อร่างกาย พบได้ทั่วไปในผักและผลไม้บางชนิด เป็นสารสำคัญที่มีผลต่อการสังเคราะห์คอลลาเจน หากมีการทำงานผิดปกติหรือเกิดภาวะพร่องวิตามินซีจะทำให้เกิดอาการโรคเลือดออกตามไรฟัน เนื่องจากปราศจากกรดแอสคอร์บิกในขั้นตอนการสังเคราะห์ทำให้คอลลาเจนที่สังเคราะห์ได้ไม่เสถียร นอกจากนี้ยังทำให้ขาดแคลเซียม ปวดกระดูก ปวดข้อ เลือดออกตามไรฟัน อ่อนเพลีย และอาจมีภาวะโลหิตจางได้ ดังนั้น เพื่อป้องกันการเกิดอาการดังกล่าว ร่างกายควรได้รับปริมาณวิตามินซีที่เพียงพอ ซึ่งปริมาณวิตามินซีที่ควรได้รับในแต่ละวัน คือ 60-90 มิลลิกรัม แต่ถ้าได้รับวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิกในปริมาณที่ค่อนข้างมากจะส่งผลให้เกิดการย่อยไม่ดี โดยเฉพาะเมื่อทานเข้าไปตอนท้องว่าง และเมื่อได้รับในปริมาณที่มากเกินไปจะส่งผลให้เกิดอาการท้องร่วง และเกิดนิ่วจากกรดออกซาลิกและกรดยูริก

ทางเลือกอื่นนอกจากการบริโภคผักและผลไม้เพื่อให้ได้รับปริมาณวิตามินซีที่เพียงพอ คือ การรับประทานอาหารเสริมประเภทวิตามินซี เป็นทางเลือกที่เป็นที่นิยมอย่างมาก เนื่องจากอาหารเสริมประเภทวิตามินซี จำนวน 1 เม็ด มีปริมาณวิตามินซีที่มากกว่าซึ่งเพียงพอต่อความต้องการของร่างกาย โดยส่วนใหญ่จะมีปริมาณวิตามินซี 1,000 มิลลิกรัม เพราะมีการค้นพบว่าวิตามินซีปริมาณ 1,000 มิลลิกรัม จะช่วยในเรื่องภูมิคุ้มกันและการบำรุงผิวพรรณ ชะลอวัย ช่วยเสริมสร้างคอลลาเจน [2]

#### 2.1.1 สมบัติทางเคมีของกรดแอสคอร์บิก



รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางเคมีของกรดแอสคอร์บิก [3]

วิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิกจัดเป็นสารชีวโมเลกุลประเภทคาร์โบไฮเดรตชนิดหนึ่ง เนื่องจากกรดแอสคอร์บิกเป็นอนุพันธ์ของน้ำตาลกลูโคส และวิตามินซีในรูปแบบ L-Isomer เท่านั้นที่มีผลกับร่างกาย มีสมบัติที่ทนต่อกรดแต่ถูกออกซิไดส์ได้ง่ายเมื่ออยู่ในสภาวะที่เป็นเบส การที่กรดแอสคอร์บิกทนต่อกรดได้ส่งผลให้มีความคงตัวทั้งในสารละลายกรดอินทรีย์และอนินทรีย์ สลายตัวได้ง่ายเมื่อเจอ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสง ความร้อน และโลหะบางชนิด เช่น ทองแดง [4] สมบัติทางเคมีของกรดแอสคอร์บิกแสดงได้ดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงถึงสมบัติทางเคมีของกรดแอสคอร์บิก

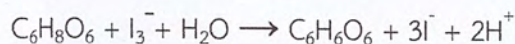
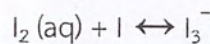
สูตรทางเคมี	$C_6H_8O_6$
ชื่อ IUPAC	(2R)-2-[(1S)-1,2-dihydroxyethyl]-3,4-dihydroxy-2H-furan-5-one
มวลโมเลกุล	176.124 กรัมต่อโมล
ความสามารถในการละลาย	ละลายน้ำได้
จุดหลอมเหลว	191 องศาเซลเซียส

### 2.1.2 วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณกรดแอสคอร์บิก

เนื่องจากกรดแอสคอร์บิกสามารถสลายตัวได้ง่ายเมื่อเจอแสงและความร้อน ทำให้มีการพัฒนาวิธีการตรวจวัดหากรดแอสคอร์บิก ขึ้นหลากหลายวิธีด้วยกัน ซึ่งจะยกตัวอย่างวิธีการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกมา 4 วิธี มีดังนี้

#### ก. วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณกรดแอสคอร์บิกด้วยการไทเทรตแบบรีดอกซ์

งานวิจัยของ Mohammed C. และคณะ [5] ได้ศึกษาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณกรดแอสคอร์บิก โดยอาศัยการไทเทรตแบบรีดอกซ์ซึ่งเป็นวิธีแบบดั้งเดิม โดยจะใช้สารละลายไอโอดีนเป็นไทเทรนต์ (Titrant) ส่วนวิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิกเป็นไทเทรนต์ (Titrand) อินดิเคเตอร์ คือ น้ำแป้ง เมื่อทำการหยดไทเทรนต์ลงไปในช่วงรูปกรวย ไอโอดีนจะถูกรีดิวซ์เป็นไอโอดัด และกรดแอสคอร์บิกถูกออกซิไดซ์เป็นกรดดีไฮโดรแอสคอร์บิกพร้อมกัน เมื่อกรดแอสคอร์บิกถูกออกซิไดซ์จนหมด จะทำให้ไอโอดีนที่เหลืออยู่เกิดปฏิกิริยากับน้ำแป้ง ทำให้ที่จุดยุติเกิดสีน้ำเงินขึ้น ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างไอโอดีนและกรดแอสคอร์บิกสามารถเขียนสมการเคมีได้ดังนี้



ในงานวิจัยนี้ใช้ตัวอย่างเป็นอาหารเสริมประเภทวิตามินซีแบบเม็ด 4 ยี่ห้อ ซึ่งแต่ละเม็ดมีปริมาณวิตามินซีเท่ากับ 250 มิลลิกรัม และทางผู้วิจัยได้ใช้ปริมาตรไอโอดีนในการไทเทรตเท่ากับ 49 มิลลิลิตร กับทั้ง 4 ตัวอย่าง ผลการทดลองที่ได้แสดงดังตารางที่ 2.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

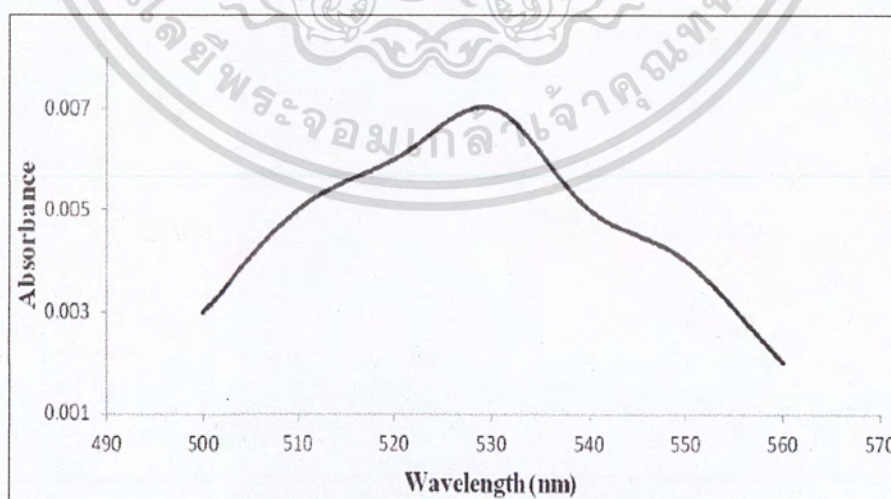
ตารางที่ 2.2 แสดงปริมาณวิตามินซีที่ตรวจวัดได้ด้วยวิธีไทเทรตแบบปริตอกซ์

ยี่ห้อ	ปริมาณที่ตรวจวัดได้ (มิลลิกรัม)
Nutrivit® C	228.85
Vasco	248
Cecon	232.9
Ascobex	220

จากผลการทดลองที่ได้ พบว่าปริมาณที่ตรวจวัดได้มีความคลาดเคลื่อนไป ทั้งนี้อาจเป็นเพราะตัวอย่างทั้ง 4 ยี่ห้อ ผลิตมาจากบริษัทที่ต่างกัน ปริมาณวิตามินซีในอาหารเสริมอาจมีปริมาณไม่เท่ากัน เนื่องจากอาจใช้กระบวนการผลิตที่ต่างกัน ส่งผลให้เกิดความคลาดเคลื่อนในการตรวจวัดหาปริมาณกรดแอสคอร์บิก

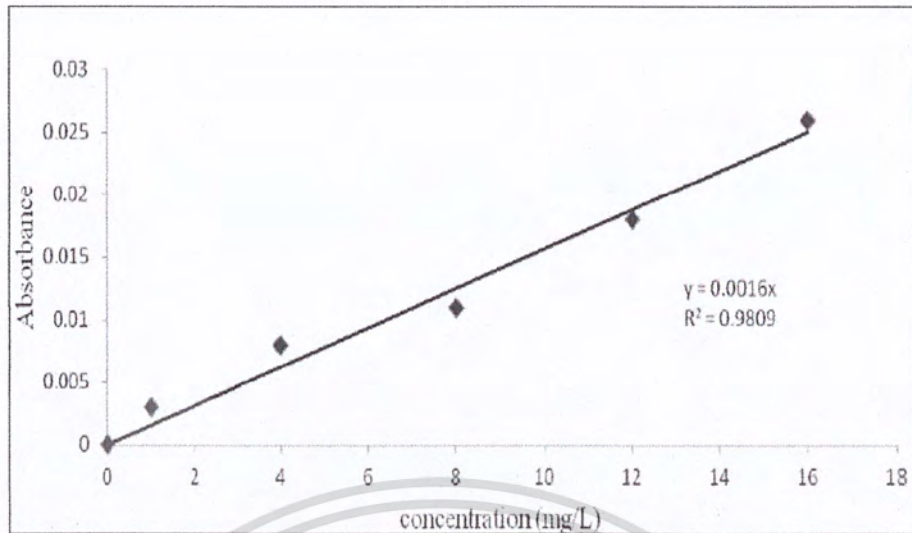
#### ข. วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมตริก

เป็นวิธีที่พัฒนาขึ้นโดย Isam E. และคณะ [6] โดยใช้เครื่องมือสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ในการตรวจวัด วิธีนี้ใช้โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเป็นตัวที่เข้าไปทำปฏิกิริยากับกรดแอสคอร์บิกแล้วทำให้เกิดสีขึ้น ทำให้สามารถนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ ขั้นตอนในการตรวจวัดเริ่มจากเติมตัวอย่างที่เป็นน้ำผลไม้ทั้ง 5 ชนิด ได้แก่ แอปเปิ้ล ส้ม มะนาว ส้มเขียวหวาน และองุ่น ลงในหลอดทดลอง หลังจากนั้นจึงเติมโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตลงไป ทั้งไว้ 5 นาที เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดได้สมบูรณ์ แล้วจึงนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงซึ่งจะเห็นค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ความยาวคลื่น 530 นาโนเมตร ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 2.2 และ 2.3



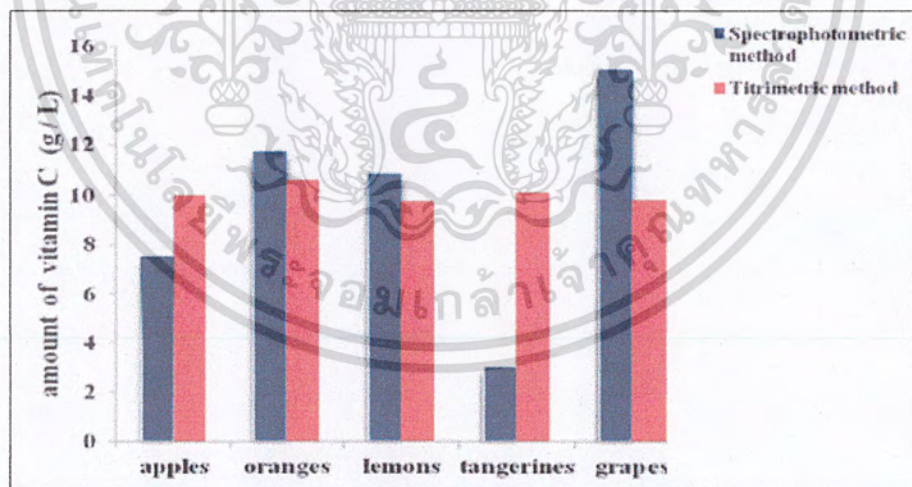
รูปที่ 2.2 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของกรดแอสคอร์บิก [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 Calibration Curve ของกรดแอสคอร์บิกที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0-16 mg/L [6]

เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับวิธีการไทเทรตแบบปริดออกซ์ จะเห็นว่าความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิกในน้ำแอปเปิ้ล ส้ม และมะนาว มีค่าต่างกันเล็กน้อยเท่านั้น แต่สำหรับน้ำส้มเขียวหวาน และน้ำองุ่น จะเห็นได้ว่าทั้งสองวิธีให้ค่าความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิกที่ตรวจวัดได้แตกต่างกัน แม้ทั้งสองวิธีจะให้ค่าความเข้มข้นที่ต่างกัน แต่วิธีที่พัฒนาขึ้นเป็นวิธีที่นิยมใช้มากกว่า เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายและรวดเร็ว ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แสดงกราฟเปรียบเทียบระหว่างวิธีสเปคโตรโฟโตเมตริก และวิธีการไทเทรตแบบปริดออกซ์ [6]

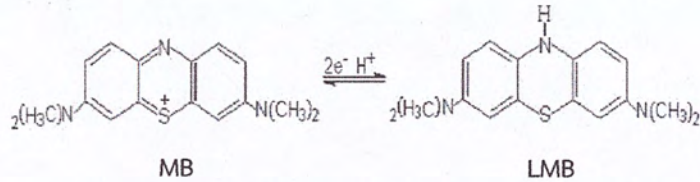
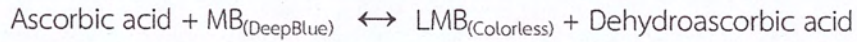
### ค. วิธีการตรวจวัดหากรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคฟลูออโรเมตริก

เป็นวิธีที่พัฒนาขึ้นโดย Yusuf D. และคณะ [7] ซึ่งเป็นวิธีวิเคราะห์ที่ใช้เครื่องฟลูออโร

มิเตอร์ในการตรวจวัดสาร ใช้เมทิลีนบลูเป็นตัวเข้าไปทำปฏิกิริยากับกรดแอสคอร์บิก หลักการ คือ เมทิลีนบลูจะถูกรีดิวซ์ไปเป็นลิวโค-เมทิลีนบลู (Leuco Methylene Blue) ซึ่งจะเปลี่ยนเป็นไม่มีสี

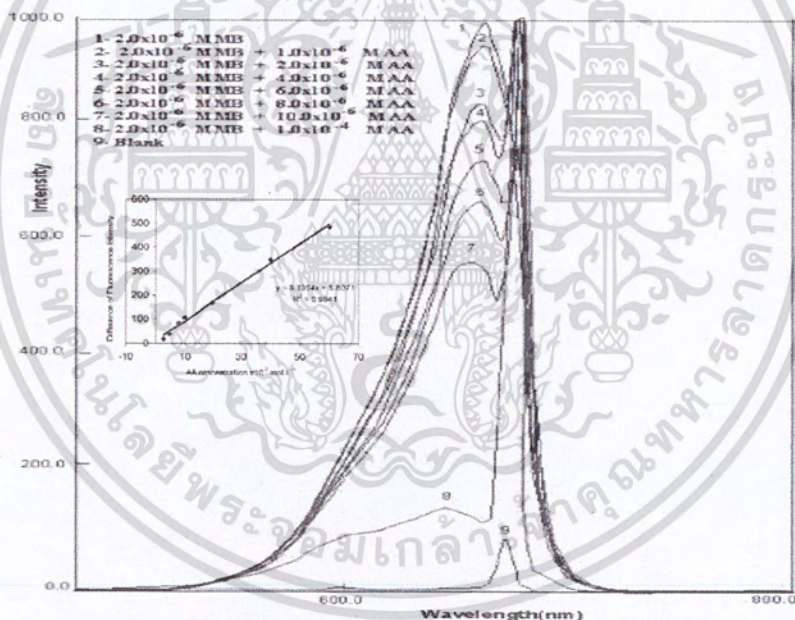
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนกรดแอสคอร์บิกจะถูกออกซิไดซ์ไปเป็นกรดดีไฮโดรแอสคอร์บิก สามารถเขียนสมการเคมีที่เกิดขึ้นได้ดังนี้



รูปที่ 2.5 แสดงปฏิกิริยารีดอกซ์ที่เกิดขึ้นของเมทิลีนบลู [7]

ดังนั้น ถ้ากรดแอสคอร์บิกมีปริมาณมาก สีของเมทิลีนบลูจะจางมาก ความเข้มแสงที่ได้ก็จะน้อยลงตามไปด้วย ซึ่งจะเห็น Excitation Peak ที่ 664 นาโนเมตร และจะเห็น Emission Peak ที่ 682 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 สเปกตรัมของเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นต่างๆ [7]

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้ตัวอย่างเป็นอาหารเสริมประเภทวิตามินซีแบบเม็ด 2 ยี่ห้อ และนำค่าที่ตรวจวัดได้ไปเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน ซึ่งทั้งสองวิธีมีค่าความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิกต่างกันเล็กน้อย แสดงค่าดังตารางที่ 2.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 แสดงค่าที่ได้จากวิธีที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน

ตัวอย่าง	ปริมาณของกรดแอสคอร์บิก (มิลลิกรัมต่อกรัม)	
	วิธีที่พัฒนาขึ้น	วิธีมาตรฐาน
Redoxon	205.203 ± 9.20	218.02 ± 1.14
Sandoz	129.87 ± 7.72	145.63 ± 2.02

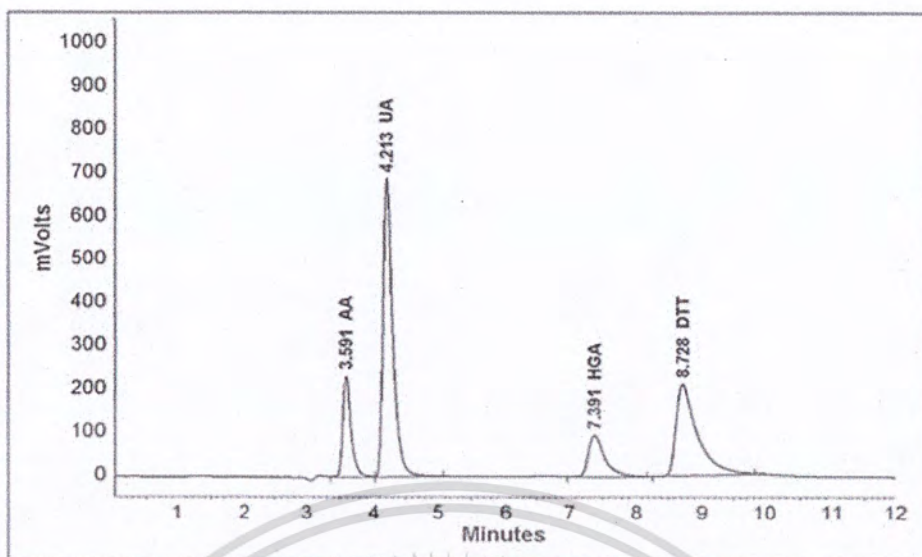
#### ง. วิธีการตรวจวัดหากรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟี

เป็นวิธีที่พัฒนาขึ้นโดย Xingnan L. และคณะ [8] ซึ่งเป็นวิธีวิเคราะห์ที่ใช้เครื่องมือโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ในการตรวจวัด ซึ่งสภาวะที่ใช้ในการตรวจวัดแสดงดังตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 แสดงสภาวะต่างๆที่ใช้ในการตรวจวัด

เฟสหยุดนิ่ง	ODS-AQ (Reversed-phase)
ขนาดอนุภาค	3 ไมโครเมตร
ขนาดของคอลัมน์	3.0 มิลลิเมตร × 150 มิลลิเมตร
เฟสเคลื่อนที่	สารละลายผสมระหว่างเมทานอลและกรดคลอโรแอซิดิก
อัตราการไหล	300 ไมโครลิตรต่อนาที
ระบบการชะ	Gradient elution
ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้	30 ไมโครลิตร
Internal standard	1-Methyl uric acid (MURIC)

โดยทั่วไปวิธีนี้จะใช้วิเคราะห์ตัวอย่างที่มีกรดแอสคอร์บิกผสมอยู่ด้วย และกรดแอสคอร์บิกมักจะถูกชะออกมาก่อนสารตัวอื่นๆ โดยในงานวิจัยนี้ใช้ตัวอย่างเป็นน้ำเสือด และมีเครื่องตรวจวัดเป็นแบบ Electrochemical Detector (ECD) หลักการของเครื่องตรวจวัดนี้ คือ จะทำการให้ศักย์แก่ขั้วไฟฟ้า ส่งผลให้สารตัวอย่างเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือรีดักชัน แล้ววัดออกมาเป็นค่ากระแสไฟฟ้า ในหน่วยมิลลิโวลต์ [9] แสดงโครมาโทแกรมที่ได้ดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 โครมาโทแกรมที่ได้จากตัวอย่างน้ำเลือด [8]

## 2.2 วัสดุที่ใช้สร้างชีวไฟฟ้านาโนคอมพอสิต

### 2.2.1 อนุภาคนาโนของทอง (Gold Nanoparticles, AuNPs)

ทองคำเป็นโลหะทรานซิชันที่มีสีเหลืองมันวาว มีคุณสมบัติสามารถยึดและตีเป็นแผ่นได้ไม่ร่วงไวต่อปฏิกิริยาเคมีแต่สามารถทำปฏิกิริยากับสารบางชนิดได้ เช่น คลอรีน ฟลูออรีน และน้ำประสานทอง ทนต่อการผุกร่อนและการเกิดสนิม นำไฟฟ้าได้ดี นิยมนำมาทำเป็นส่วนประกอบของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ [10] ต่อมามีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทองขึ้น ทำให้ได้อนุภาคนาโนของทองที่มีสมบัติแตกต่างจากเดิม เช่น สมบัติทางแสงที่เปลี่ยนไปซึ่งเกิดจากอนุภาคของทองมีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตร ส่งผลให้อนุภาคของทองนั้นมีขนาดเล็กกว่าความยาวคลื่นแสงที่มากกระทบ จึงทำให้เกิดปรากฏการณ์ที่เรียกว่า เซอร์เฟซพลาสมอนเรโซแนนซ์ (Surface Plasmon Resonance) อนุภาคนาโนของทองจะเกิดการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงสีเขียวซึ่งเท่ากับความยาวคลื่นประมาณ 520 นาโนเมตร ดังนั้น อนุภาคนาโนของทองจะมีสีแดง ความว่องไวในปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นจากเดิม เนื่องจากอนุภาคที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรจะมีอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงมาก เมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคชนิดเดียวกันที่มีขนาดใหญ่กว่าส่งผลให้อนุภาคที่มีขนาดระดับนาโนมีจำนวนอะตอมที่อยู่บริเวณพื้นผิวสูงมาก ทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีบนพื้นผิวหน้าของอนุภาคได้ง่ายขึ้น ความแข็งแรงและความแข็งแรงที่มีการเพิ่มขึ้นจากเดิม เนื่องจากอนุภาคนาโนของทองมีขนาดเกรน (Grain Size) ในระดับนาโนเมตร ซึ่งจะมีความแข็งแรงและความทนทานต่อการแตกหักสูงมากกว่าอนุภาคนาโนของทองที่มีขนาดเกรนในระดับที่ใหญ่กว่า และอนุภาคนาโนของทองมีโครงสร้างผลึกในระดับนาโนจะมีความแข็งแรงและความแข็งแรงสูงกว่าอนุภาคทองที่มีขนาดผลึกใหญ่ [11]

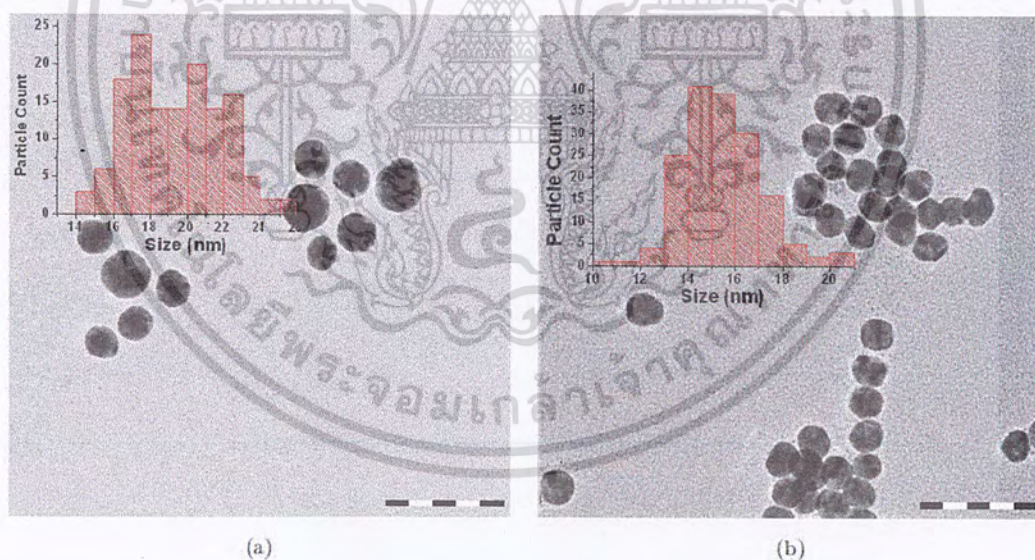
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประโยชน์จากสมบัติที่เปลี่ยนแปลงไปของอนุภาคนาโนของทองนี้ ทำให้มีการนำไปประยุกต์ใช้ในงานวิจัยกันอย่างแพร่หลาย ไม่ว่าจะเป็นการนำไปพัฒนาเพื่อสร้างเซ็นเซอร์ทางแสงหรือสร้างขั้วไฟฟ้าที่จำเพาะเจาะจงและมีประสิทธิภาพต่อสารตัวอย่างนั้นๆ

### ก. การสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทอง

อนุภาคนาโนของทอง (Gold Nanoparticles) สามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธี ดังต่อไปนี้

1. วิธีของ Turkevich เป็นวิธีที่พัฒนาขึ้นโดย John T. [12] โดยเติมสารละลายไซโตเดียมซีเตรทปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลงในสารละลายกรดคลอโรอริกปริมาตร 95 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งไซเตรทจะทำหน้าที่เป็นทั้งตัวรีดิวซ์และสารรักษาเสถียรภาพ (Stabilizing Agent) และปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลา 15 นาที จึงนำสารละลายที่ได้ไปทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ต่อมา Frens G. [13] ได้พัฒนาวิธีนี้ให้ดียิ่งขึ้นด้วยการปรับอัตราส่วนระหว่างทองและไซเตรท เพื่อควบคุมขนาดอนุภาคนาโนของทองที่สังเคราะห์ได้ โดยสามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทองที่มีขนาดตั้งแต่ 10-100 นาโนเมตร หลังจากนั้น Dhiraj K. และคณะ [14] ได้มีการนำวิธีดังกล่าวมาใช้สังเคราะห์อนุภาคนาโนของทอง และได้มีการศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างปริมาตรทองและไซเตรทที่ส่งผลต่อขนาดอนุภาคนาโนของทอง ดังแสดงในรูปที่ 2.8

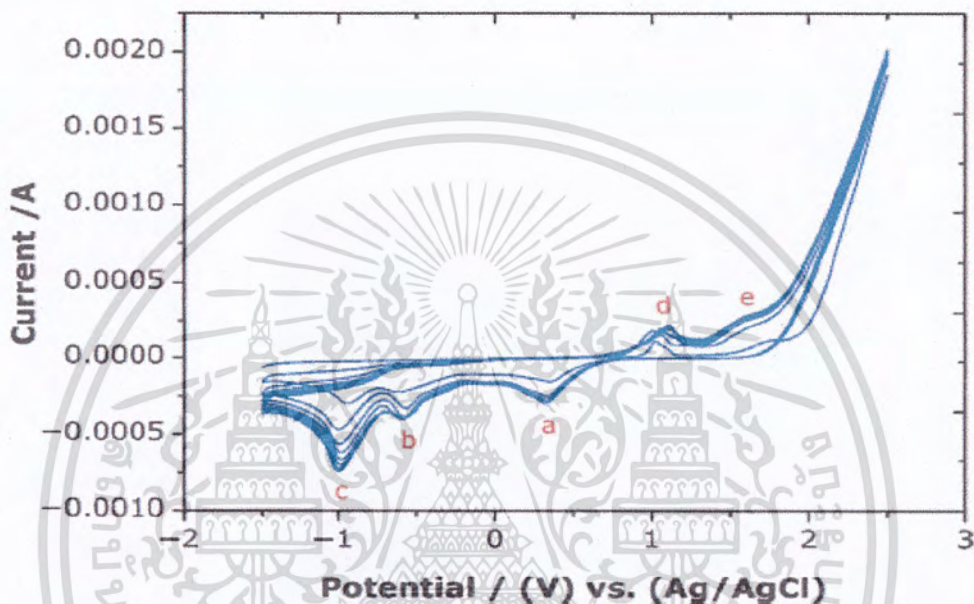


รูปที่ 2.8 อนุภาคนาโนของทองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย TEM [14]

ภาพ (a) เป็นอนุภาคนาโนของทองที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนระหว่างปริมาตรทองและไซเตรทมีค่าเท่ากับ 0.35 และภาพ (b) เป็นอนุภาคนาโนของทองที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนระหว่างปริมาตรของทองและไซเตรทมีค่าเท่ากับ 0.09 จะเห็นว่าอัตราส่วนที่มีค่ามากจะสังเคราะห์ได้อนุภาคนาโนของทองที่มีขนาดใหญ่กว่าอัตราส่วนที่มีค่าน้อย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. วิธี Electrodeposition เป็นวิธีที่ Jayakumar C. และคณะ [15] ได้ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทองบนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้า Glassy Carbon โดยใช้สารละลาย  $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ที่มีความเข้มข้น 0.001 M ในสารละลาย KCl ที่มีความเข้มข้น 0.1 M ซึ่งทำหน้าที่เป็น Support Electrolyte จากนั้นจุ่มขั้วไฟฟ้า Glassy Carbon ลงไป และใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีในการสังเคราะห์ ให้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -1.5 ถึง 2.6 โวลต์ เป็นจำนวน 8 รอบ ด้วยอัตราการสแกนเท่ากับ 100 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ดังแสดงในรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมที่ได้จากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทอง [15]

จากกราฟจะเห็นว่า การเลื่อนของพีคที่ลดลงในรอบที่สอง แสดงถึงการที่อนุภาคทองเกิด Electrodeposition ได้ง่ายขึ้นเมื่ออยู่บนชั้นฟิล์มของอนุภาคนาโนของทองที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นไปก่อนหน้านี้ และเมื่อทำการให้ศักย์ไฟฟ้าไปเรื่อยๆ จะทำให้สังเกตเห็นถึงสีของอนุภาคนาโนของทอง นอกจากนี้ยังใช้สารละลายทองที่มีความเข้มข้นมากและใช้เวลาในการ Deposit นาน จะส่งผลให้เกิดอนุภาคนาโนของทองเกาะอยู่บนขั้วสเตรทมากขึ้น แต่อนุภาคนาโนของทองที่สังเคราะห์ได้จะมีรูปร่างแบบ Aggregate Form

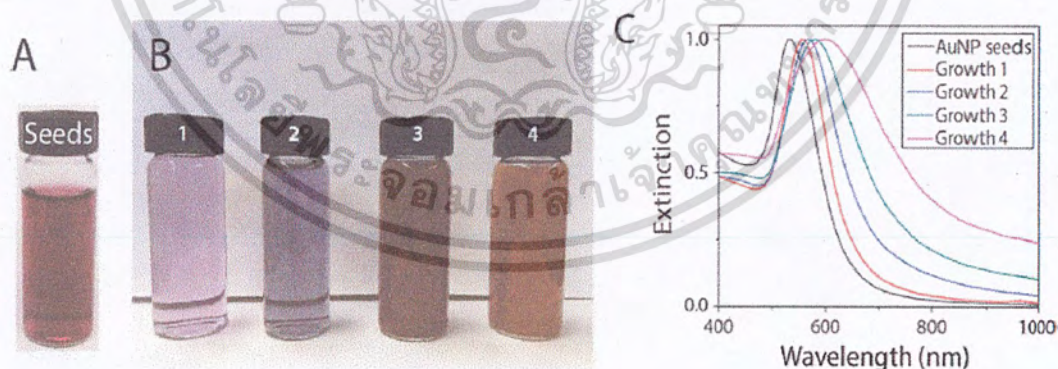
3. วิธี Seed Mediated Growth เป็นวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทองที่ Julie J. และคณะ [16] ซึ่งมี 2 ส่วนด้วยกัน โดยเริ่มจากสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทองที่มีขนาดประมาณ 40 นาโนเมตร ขึ้นด้วยวิธีของ Frens G. [13] เติม  $\text{HAuCl}_4$  ที่มีความเข้มข้น 0.025 M ปริมาตร 1 มิลลิตร ลงในน้ำที่ปราศจากไอออนปริมาตร 99 มิลลิตร ภายใต้การปั่นกววน เมื่อสารละลายเริ่มเดือด จึงค่อยเติมโซเดียมซิเตรทความเข้มข้น 0.0388 M ปริมาตร 1 มิลลิตรลงไป ทิ้งให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลา 20 นาที ซึ่งเริ่มแรกจะเห็นสารละลายเป็นสีม่วงเข้มและไม่นานนักจะเปลี่ยนเป็นสีไวน์แดงแสดงว่าเกิดอนุภาคนาโนของทองขึ้นแล้ว หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

ส่วนที่สองจะเป็นการเพิ่มขนาดของอนุภาคนาโนของทองโดยใช้อนุภาคนาโนของทองที่สังเคราะห์ได้ในตอนแรกเป็นสารตั้งต้น ใช้  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  เป็นตัวรีดิวซ์ ซึ่งขนาดของอนุภาคสามารถควบคุมได้โดยกำหนดปริมาณของ  $\text{HAuCl}_4$  และ  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  การสังเคราะห์เริ่มจากเติมน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 52 มิลลิลิตร ลงในปิกเกอร์ ตามด้วยเติมอนุภาคนาโนของทองที่สังเคราะห์ที่ได้ก่อนหน้านี้นี้ปริมาตร 4 มิลลิลิตร และโซเดียมซิเตรท 1 มิลลิลิตร ลงไป ภายใต้การปั่นกวน หลังจากนั้น 4 นาที จึงค่อยๆหยด  $\text{HAuCl}_4$  ลงไป รอให้ปฏิกิริยาเกิดเป็นเวลา 8 นาที จึงจะค่อยๆหยด  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  ตามลงไปได้ และรอเป็นเวลา 10 วินาที จะเกิดการเปลี่ยนแปลงสีที่สามารถสังเกตได้ และต้องปั่นกวนต่อเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายมีความเสถียร แสดงปริมาตรสารต่างๆที่ใช้ในตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 แสดงถึงปริมาตรของสารต่างๆที่ใช้ในขั้นตอนที่สอง

สารละลาย	โซเดียมซิเตรท (mL)	$\text{HAuCl}_4$ (mL)	$\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ (mL)
1	1.0	0.08	0.11
2	1.0	0.23	0.34
3	1.0	0.50	0.75
4	1.0	0.90	1.40

จากผลการทดลอง อนุภาคนาโนของทองที่มีขนาดเล็กจะดูดกลืนแสงในช่วงแสงสีเขียว ทำให้เห็นสารละลายที่มีสีแดง แต่เมื่อมีขนาดเพิ่มขึ้น จะเกิดการเลื่อนไปทาง Red Shift ทำให้ดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นที่มากขึ้น สีของสารละลายก็จะเริ่มมีสีออกม่วง ดังแสดงในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 แสดงผลการทดลองที่ได้จากวิธี Seed Mediated Growth [16]

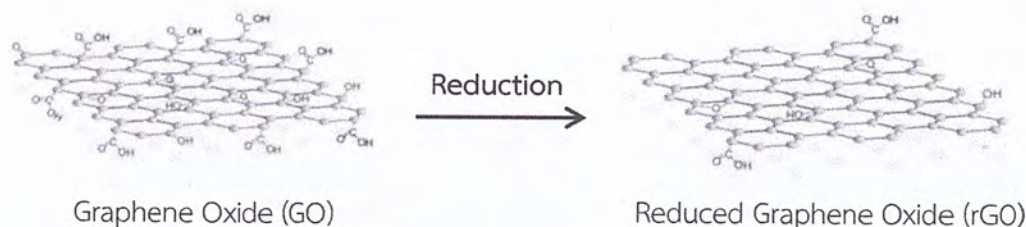
### 2.2.2 รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (Reduced Graphene Oxide, rGO)

รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ เป็นสารประกอบที่มีอะตอมของคาร์บอนจัดเรียงตัวอยู่ในรูปแบบวงหก

เหลี่ยมเรียงต่อกันเป็นแผ่นยาว โดยที่อะตอมของคาร์บอนแต่ละตัวจะยึดกันด้วยพันธะโควาเลนต์

ลักษณะคล้ายกับกราฟีนออกไซด์แต่มีหมู่ออกซิเจนน้อยกว่า ดังแสดงในรูปที่ 2.11

แม้ว่ากรณีนี้จะมีผลต่อการนำไฟฟ้าและคุณสมบัติทางเคมี แต่อย่างไรก็ตาม การนำเอากราฟีนออกไซด์มาใช้



รูปที่ 2.11 กราฟีนและรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ [17]

สมบัติของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่คล้ายกับกราฟีนออกไซด์ คือ น้ำหนักเบา แข็งแรง พื้นที่ผิวสัมผัสสูง แต่ที่แตกต่างจากกราฟีนออกไซด์อย่างเห็นได้ชัด คือ สมบัติทางไฟฟ้า มีความสามารถในการนำไฟฟ้าสูงกว่ากราฟีนออกไซด์เนื่องจากมีหมู่คาร์บอนิลและไฮดรอกซิลน้อยกว่า ทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่จากฝั่งหนึ่งไปยังอีกฝั่งได้สะดวก เพราะเกิดการกักอิเล็กตรอนไว้ที่หมู่คาร์บอนิลและไฮดรอกซิลน้อยลง และสมบัติทางแสง ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดในช่วงความยาวคลื่นยูวี-วิสิเบิลเปลี่ยนไปจากเดิม เพราะรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มีสีดำแต่กราฟีนออกไซด์มีน้ำตาลดำ การละลายน้ำของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์จะละลายน้ำได้ดีเท่ากับกราฟีนออกไซด์ เนื่องจากมีหมู่ฟังก์ชันที่ชอบน้ำน้อย

การประยุกต์ใช้มักใช้ในงานทางอิเล็กทรอนิกส์ เช่น แบตเตอรี่ โลหะออกไซด์จะถูกดูดซับไว้บนรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ พื้นที่ผิวสัมผัสที่สูงของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ช่วยเพิ่มความสามารถของแบตเตอรี่ในการเก็บพลังงาน และยังสามารถนำไปทำขั้วไฟฟ้า LED แผงโซลาร์เซลล์ เป็นต้น [18]

### ก. วิธีการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

เนื่องจากการสังเคราะห์รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ มีสารตั้งต้นเป็นกราฟีนออกไซด์ ซึ่งวิธีที่นิยมในการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ คือ วิธีของฮัมเมอร์ โดยเริ่มต้นจากกราไฟต์แล้วเติมตัวออกซิไดซ์ลงไป หลังจากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน มีการเปิดวงหกเหลี่ยมทำให้เกิดพันธะคู่สลับเดี่ยวระหว่างอะตอมคาร์บอน หมู่คาร์บอนิลและไฮดรอกซิลเริ่มมาเกาะ จนสุดท้ายจะได้สารละลายสีน้ำตาลดำ นำสารละลายที่ได้ไปทำการ Sonicate เพื่อให้อนุภาคเกิดการกระจายตัว จะได้สารละลายกราฟีนออกไซด์ หลังจากนั้นนำกราฟีนออกไซด์ที่ได้มาใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ซึ่งมี 3 วิธีดังนี้

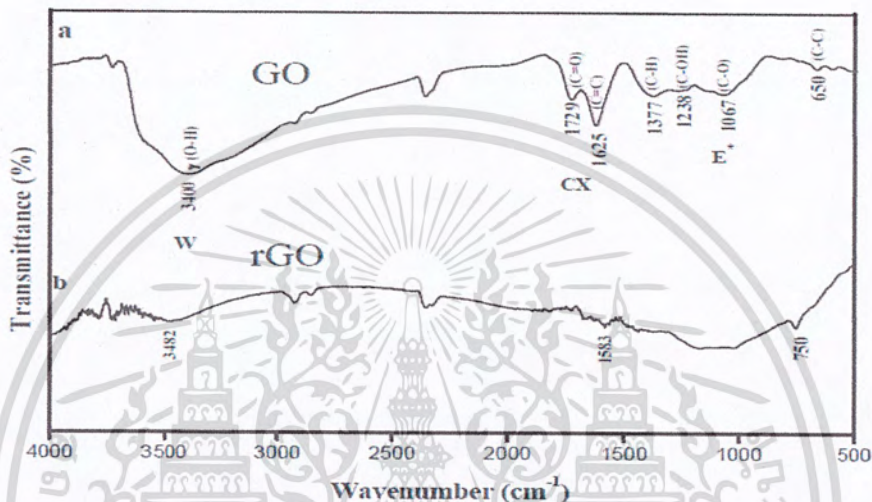
1. วิธีรีดักชันทางเคมี ถูกนำมาใช้โดย Cherukutty R. และคณะ [19] เป็นวิธีที่อาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างตัวรีดิวซ์และกราฟีนออกไซด์ ขั้นตอนเริ่มจากเติมสารละลายของกราฟีนออกไซด์ลงในภาชนะรองรับ หลังจากนั้นจึงเติมตัวรีดิวซ์ซึ่งก็คือสารละลายไฮดราซีนไฮเดรต ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และ ควบคุมอุณหภูมิในการทดลองให้อยู่ที่ประมาณ 100 องศาเซลเซียส จนครบ 24 ชั่วโมง จะได้สารแขวนลอยสีดำของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โครงสร้างจะมีหมู่คาร์บอนิลและไฮดรอกซิลน้อยลงเนื่องจากถูกรีดิวซ์ออกไป หลังจากนั้นนำไปกรองและล้างด้วยน้ำกลั่นและเมทานอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่หรือใช้ซ้ำโดยไม่ได้รับอนุญาต

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

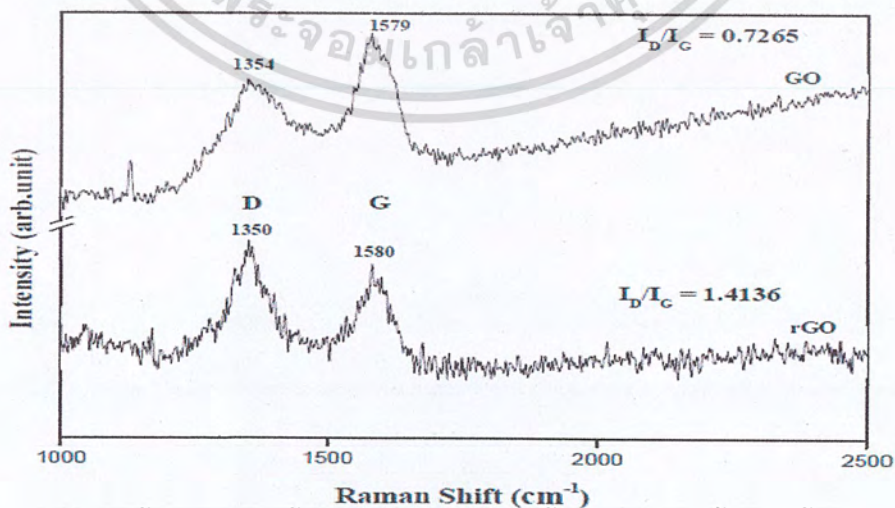
หลายๆครั้ง ทำให้แหล่งที่อุณหภูมิห้อง จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ซึ่งจะถูกนำไปศึกษาด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer และ Raman Spectrometer

จากผลการทดลองที่ได้ สเปกตรัม IR ที่ได้จากรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์จะมีจุดที่แตกต่างจากกราฟีนออกไซด์ที่เห็นได้ชัด คือ ที่เลขคลื่น 3400  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นการสั่นของหมู่ OH และเลขคลื่น 1729  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นการสั่นของหมู่ C=O จะมีพื้นที่ของพีคน้อยกว่า เนื่องจากมีการรีดิวซ์หมู่คาร์บอนิลและไฮดรอกซิลออกไปจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 สเปกตรัม IR ของกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ [19]

สเปกตรัม Raman ที่ได้จะเห็นว่าที่ G band ( $\text{sp}^2$  carbon atom) ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ มี Intensity ที่ลดลง และ D band ( $\text{sp}^3$  carbon atom) มี Intensity ที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากหมู่ออกไซด์ที่เกาะหลุดออกไปบางส่วน ทำให้มีการสร้างพันธะคู่เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.13

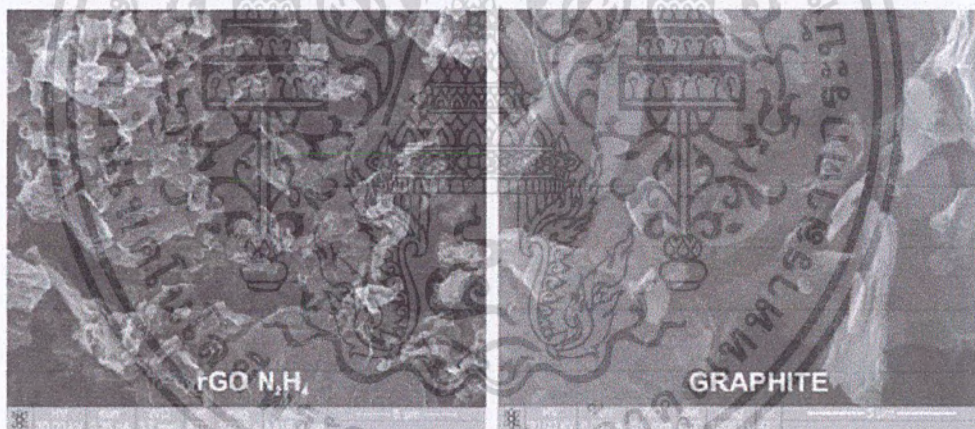


รูปที่ 2.13 สเปกตรัม Raman ของกราฟีนและรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ [19]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. วิธี Hydrothermal ได้ถูกพัฒนาขึ้นโดย William H. และคณะ [20] เป็นวิธีที่อาศัยความร้อนเข้ามาช่วยในกระบวนการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยใช้ Hydrothermal Chamber เป็นอุปกรณ์ในการรีดิวซ์ ขั้นตอนเริ่มจากเตรียมสารละลายกราฟีนออกไซด์ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 2 mg/ml ในน้ำปราศจากไอออน แล้วปรับพีเอชให้เท่ากับ 3.8 หลังจากนั้นบรรจุลงใน Teflon Container เติมกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.1 M ที่มีพีเอชเท่ากับ 1.16 ตามลงไป โดยควบคุมความดันไว้ที่ 180 psi อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ต่อเนื่อง 12 ชั่วโมง เมื่อครบแล้วจะนำรีดิวซ์กราฟีนที่ได้มาทำการ Sonicate เป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นนำไปใส่เครื่องปั่นเหวี่ยง 30 นาที ที่ 3000 rpm เพื่อล้างสิ่งเจือปนออก สุดท้ายจะนำไปอบที่ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ผงรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ในที่สุด และนำรีดิวซ์กราฟีนที่ได้ไปศึกษาต่อกับ Scanning Electron Microscope (SEM) และ Raman Spectrometer

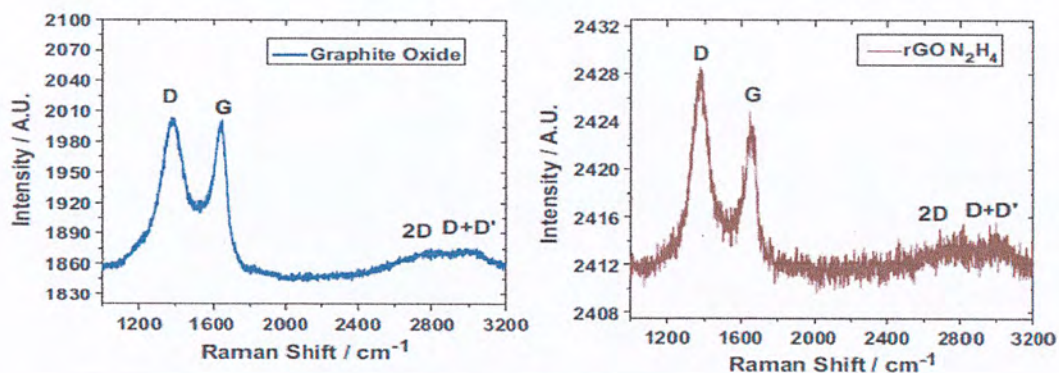
จากรูปที่ 2.14 จะพบว่ากราฟไฟต์จะมีความหนาแน่นกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่มีความหนาน้อยกว่า เนื่องจากรีดิวซ์กราฟีนมีโครงสร้างคล้ายกับกราฟไฟต์ที่มีความหนาเพียงชั้นเดียว และรีดิวซ์กราฟีนที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีนี้ บริเวณพื้นผิวจะมีความขรุขระ เมื่อเทียบกับกราฟไฟต์ที่พื้นผิวจะมีความเรียบมากกว่า



รูปที่ 2.14 ลักษณะของรีดิวซ์กราฟีน และกราฟไฟต์ที่ได้จาก SEM [20]

จากสเปกตรัม Raman ที่ได้ จะเห็น Intensity ของทั้ง D และ G band มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับกราฟไฟต์ เนื่องจากโครงสร้างภายในของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่แตกต่างจากกราฟไฟต์ เพราะมีหมู่คาร์บอนิลและไฮดรอกซิลจำนวนหนึ่งมาเกาะระหว่างพันธะ C=C ส่งผลให้รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มีความไม่เป็นระเบียบในโครงสร้างมากขึ้น แสดงได้ดังรูปที่ 2.15

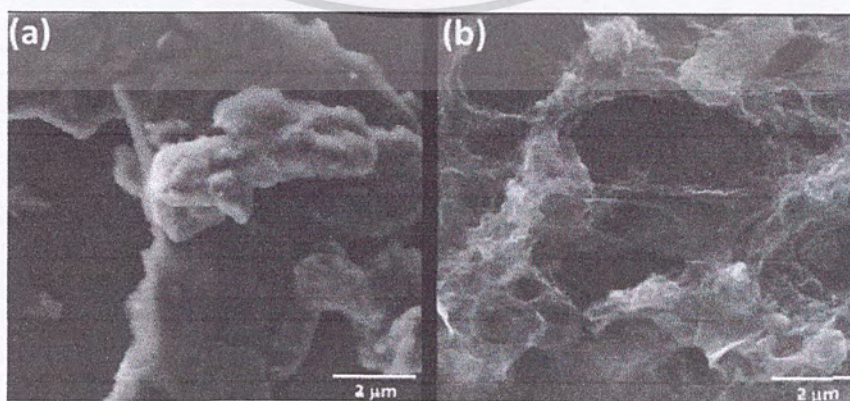
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.15 สเปกตรัม Raman ของกราฟไฟต์และรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์ [20]

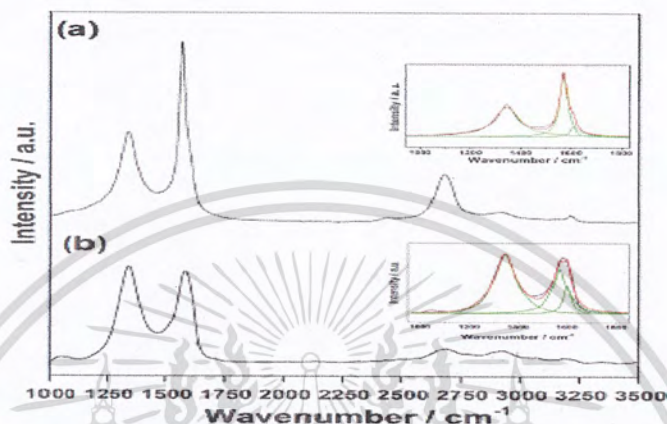
3. วิธีรีดิวซ์ด้วยเคมีไฟฟ้า เป็นวิธีที่ Diego R. และคณะ [21] อาศัยศักย์ไฟฟ้าเข้ามาช่วยในการรีดิวซ์ โดยจะใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีในกระบวนการรีดิวซ์ เริ่มจากเติมสารละลายกราฟไฟต์ออกไซด์ที่เข้มข้น 1 mg/ml ในสารละลายไฮเดียมฟอสเฟตเข้มข้น 0.05 โมลาร์ ปริมาตร 10 mL ลงในภาชนะรองรับ แล้วนำไปไว้ในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วทำการใส่แก๊สออกซิเจนออกด้วยการใส่แก๊สไนโตรเจนเข้าไปแทนที่เป็นเวลา 10 นาที ในกระบวนการนี้จะใช้ขั้วไฟฟ้าทั้ง 3 แบบ คือ ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ขั้วไฟฟ้าทำงาน และขั้วไฟฟ้าช่วย โดยให้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -1.7 ถึง 0 V เป็นจำนวน 10 รอบ ใช้อัตราสแกนเท่ากับ 75 mV/s จึงจะได้สารละลายรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์

ผู้วิจัยได้นำรีดิวซ์กราฟไฟต์ที่สังเคราะห์ได้จากทั้งสองวิธีไปศึกษาด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) และ Raman Spectrometer ซึ่งภาพ SEM ที่ได้แสดงถึงลักษณะพื้นผิวของรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์ที่ได้จากทั้งสองวิธี โดยภาพ (a) คือ รีดิวซ์กราฟไฟต์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีรีดักชันทางเคมี จะมีลักษณะเป็นแผ่นขนาด 2-5 ไมโครเมตร และภาพ (b) คือ รีดิวซ์กราฟไฟต์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีรีดิวซ์ด้วยเคมีไฟฟ้า จะเห็นว่าลักษณะของรีดิวซ์กราฟไฟต์ที่ได้จะมีรูพรุน ซึ่งทำให้ได้แผ่นรีดิวซ์กราฟไฟต์ออกไซด์ขนาดเล็กมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.16



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
รูปที่ 2.16 ลักษณะของรีดิวซ์กราฟไฟต์ที่สังเคราะห์ได้จากทั้งสองวิธี [21]  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนสเปกตรัม Raman ที่ได้ รัศมีกราฟีนที่ได้จากทั้งสองวิธีแสดงถึง D, G และ 2D band เหมือนกัน แต่ที่สเปกตรัม (a) ซึ่งเป็นของรัศมีกราฟีนที่ได้จากวิธีรีดักชันทางเคมีจะมี intensity ของ D band ที่ต่ำกว่ารัศมีกราฟีนที่ได้จากวิธีรีดักชันด้วยเคมีไฟฟ้า เนื่องจากมี Defect ที่น้อยกว่า และที่ 2D band ของสเปกตรัม (a) มี Intensity มากกว่า เนื่องจากรัศมีกราฟีนที่ได้จากวิธีรีดักชันทางเคมีมีจำนวนชั้นของกราฟีนที่ได้มากกว่า ดังภาพ SEM ข้างต้น สเปกตรัม Raman ที่แสดงในรูปแบบที่ 2.17



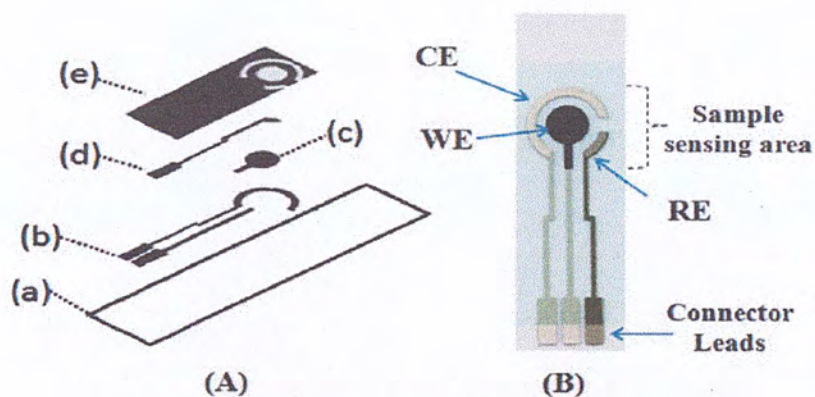
รูปที่ 2.17 สเปกตรัม Raman ที่ได้จากทั้งสองวิธี [21]

### 2.3 ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน

ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน (Screen-Printed Electrode) เป็นขั้วไฟฟ้าที่มี 3 ขั้ว คือ ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ขั้วไฟฟ้าทำงาน และขั้วไฟฟ้าช่วยอยู่ในแผ่นเดียวกัน เป็นนวัตกรรมที่พัฒนาขึ้นซึ่งทำให้สะดวก รวดเร็ว และใช้งานได้ง่ายกว่าการใช้งานแบบปกติสำหรับเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่ต้องมีทั้ง 3 ขั้ว ขั้วไฟฟ้านี้เป็นแผ่นที่มีขนาดเล็ก ทำให้ใช้ปริมาตรตัวอย่างในการวิเคราะห์น้อย [22] ขั้วไฟฟ้านี้จะมี ส่วนที่สำหรับเสียบเข้ากับอุปกรณ์คล้ายกับการเสียบแฟลชไดรฟ์เพื่อเชื่อมเข้ากับเครื่องมือ หลักการของการใช้ขั้วไฟฟ้านี้ คือ เมื่อทำการหยดตัวอย่างลงบนบริเวณหน้าขั้วทั้ง 3 ขั้ว ศักย์ไฟฟ้าที่ให้จาก เครื่องจะส่งผ่านมายังขั้วไฟฟ้าที่เสียบอยู่ ส่งผลให้ตัวอย่างเกิดปฏิกิริยาและตอบสนองกลับไปยัง เครื่องมือวิเคราะห์

วิธีการสร้างขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนมีการพัฒนาขึ้นหลายวิธี เมื่อไม่นานมานี้ Jaymin J. และคณะ [23] ได้พัฒนาการสร้างขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนที่สร้างจากวัสดุเงินและคาร์บอนเพื่อ วิเคราะห์หาวิตามินซีในน้ำผลไม้ โดยเริ่มจากสังเคราะห์อนุภาคนาโนของเงินและอนุภาคนาโนของ คาร์บอนขึ้น หลังจากนั้นจะทำให้เป็น Conductive Ink โดยทำให้อนุภาคนาโนของเงิน อนุภาคนาโน ของคาร์บอน และซิลเวอร์คลอไรด์กระจายตัวใน Thermoset E-105 Clear Epoxy Resin ปั่นเหวี่ยง ที่ 10,000 rpm อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส จะได้ Solid Paste ของเงิน คาร์บอน และซิลเวอร์ คลอไรด์ จากนั้นใช้โปรแกรม Coral Draw X7 Graphic Suite ในการออกแบบขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์ สกรีนที่ทำจากวัสดุเงินและคาร์บอน แสดงส่วนประกอบของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนได้ดังรูปที่ 2.18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการเรียนการสอน ซึ่งหากมีข้อผิดพลาดประการใด ขออภัยเป็นอย่างสูง และขอแจ้งให้ทราบว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.18 ส่วนประกอบของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน [23]

จากรูปที่ 2.18 ภาพ (a) จะเป็นซับสเตรตที่ทำมาจากโพลีเอสเตอร์ (b) เป็น Silver Track ซึ่งเป็นขั้วไฟฟ้าช่วย (c) เป็นชั้นของคาร์บอนซึ่งเป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน (d) เป็น Ag/AgCl Track ซึ่งเป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และ (e) เป็นชั้นของฉนวน เมื่อทำการ Printing ทั้ง 3 ขั้วไฟฟ้าเสร็จเรียบร้อยแล้ว ต้องทำการ Heat Cure फिल्मของโพลีเอสเตอร์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ชั้นตอนสุดท้ายจะทำการ Printing Transparent Dielectric Polymer เพื่อใช้เป็น Connector Lead โดยทำการ Heat Cure ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที จะได้ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนที่ทำจากเงินและคาร์บอน

ผู้วิจัยได้นำขั้วไฟฟ้าที่สร้างขึ้นไปใช้ตรวจวัดหาปริมาณของวิตามินซีในน้ำผลไม้ โดยทำการเปรียบเทียบระหว่างเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและวิธีมาตรฐาน เพื่อดูประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น คำนวณค่า p value ได้  $p < 0.05$  แสดงว่าทั้งสองวิธีให้ค่าที่ไม่แตกต่างกัน แสดงปริมาณวิตามินซีที่ตรวจวัดได้ตามตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6 แสดงปริมาณวิตามินซีที่ตรวจวัดด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและวิธีมาตรฐาน

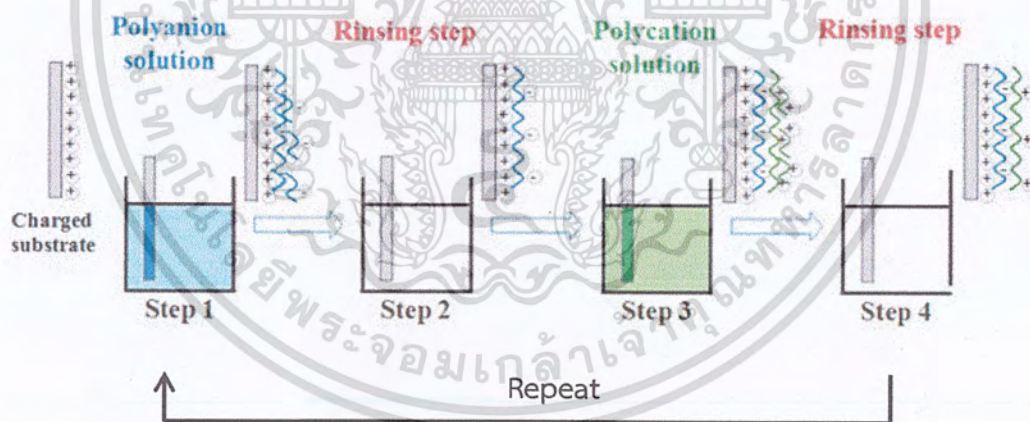
Juice samples	Cyclic voltammetry analysis	Biochemical method (DNPH coupling)
	Vitamin C (mg/100 ml)	Vitamin C (mg/100 ml)
Orange	45.58 ± 0.27	48.34 ± 1.20
Guava	26.83 ± 0.22	24.13 ± 0.16
Mango	7.65 ± 0.10	6.67 ± 0.29
Lichi	50.21 ± 0.37	54.58 ± 0.47
Sweet Lime	59.28 ± 1.29	58.87 ± 0.30
Mixed fruit	40.26 ± 2.13	42.64 ± 0.74
Grape	29.04 ± 0.57	27.18 ± 0.67
Apple	5.51 ± 0.43	5.97 ± 0.63

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่ในวงกว้าง  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.4 เทคนิคเลเยอร์บายเลเยอร์

เทคนิคเลเยอร์บายเลเยอร์ เป็นเทคนิคการขึ้นรูปแผ่นฟิล์มบางแบบ Bottom-Up Approach ซึ่งเป็นที่นิยมในการสร้างแผ่นฟิล์มบางขนาดนาโน ผู้ที่นำมาใช้เป็นคนแรก คือ Ralph L. [24] เขาใช้คอลลอยด์ที่มีประจุบวกและลบชั้นฟิล์มบางบนแผ่นกระจกสไลด์ ต่อมาเทคนิคนี้ถูกพัฒนาขึ้นโดย Gero D. [25] ในการพัฒนาขึ้นนี้ ใช้สารละลายเป็นสารโพลีอิเล็กโทรไลต์ที่มีประจุตรงกันข้าม คือโพลีแคทไอออนและโพลีแอนไอออน และใช้ซับสเตรทเป็นวัสดุที่มีประจุ

เมื่อซับสเตรทที่มีประจุบวกจุ่มลงสารละลายโพลีแอนไอออน เกิดแรงดึงดูดทางไฟฟ้าระหว่างซับสเตรทที่มีประจุบวกและสารละลายที่มีประจุลบ ทำให้โพลีแอนไอออนติดอยู่บนผิวหน้าซับสเตรท และประจุที่ผิวของซับสเตรทจะเปลี่ยนไปเป็นลบ ชั้นตอนการดูดซับนี้จะมีบางส่วนของโพลีแอนไอออนที่ไม่ได้ถูกดึงดูดด้วยประจุบวก ดังนั้นจึงมีการนำซับสเตรทไปล้างเพื่อกำจัดส่วนที่มากเกินไปออก โดยล้างด้วยน้ำกลั่นหรือน้ำปราศจากไอออน ต่อมานำซับสเตรทจุ่มลงในสารละลายโพลีแคทไอออน เกิดแรงดึงดูดทางไฟฟ้าระหว่างประจุลบที่ผิวของซับสเตรทและประจุบวกของสารละลาย ที่พื้นผิวของซับสเตรทเปลี่ยนเป็นมีประจุลบ และนำซับสเตรทไปกำจัดสารละลายโพลีแคทไอออนที่เกินออก สามารถทำกระบวนการสร้างฟิล์มเหล่านี้หลายครั้งเพื่อให้ได้ชั้นฟิล์มบางหลายชั้น แสดงได้ดังรูปที่ 2.19

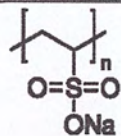
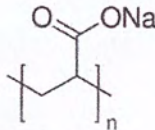
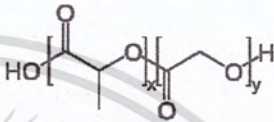
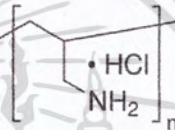
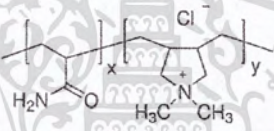


รูปที่ 2.19 กระบวนการขึ้นรูปแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคเลเยอร์บายเลเยอร์ [26]

โพลีอิเล็กโทรไลต์ คือ พอลิเมอร์ที่โครงสร้างเป็นสารประกอบที่มีประจุต่อกันเป็นสายโซ่ยาว โดยมี 3 ชนิดด้วยกัน คือ โพลีแคทไอออน โพลีแอนไอออน และโพลีแอมโฟไลต์ซึ่งมีทั้งประจุบวกและประจุลบ เมื่อละลายอยู่ในน้ำจะทำให้พอลิเมอร์มีประจุ มีคุณสมบัติคล้ายกับเกลือ เป็นสารละลายที่มีความสามารถในการนำไฟฟ้า จึงมักเป็นที่นิยมในการนำมาสร้างฟิล์มบางเพื่อสร้างเซ็นเซอร์ สารละลายโพลีอิเล็กโทรไลต์ที่นิยมนำมาใช้ แสดงดังตารางที่ 2.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.7 ตัวอย่างโพลีอิเล็กโทรไลต์ [27,28]

ชื่อ	โครงสร้าง	ชนิด
Poly (vinyl sulfonate)		แอนไอออน
Poly (acrylic acid)		แอนไอออน
Poly (lactic-co-glycolic acid)		แอนไอออน
Poly (allylamine hydrochloride)		แคตไอออน
Poly (acrylamide-co-diallyldimethylammonium chloride)		แคตไอออน

## 2.5 การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า

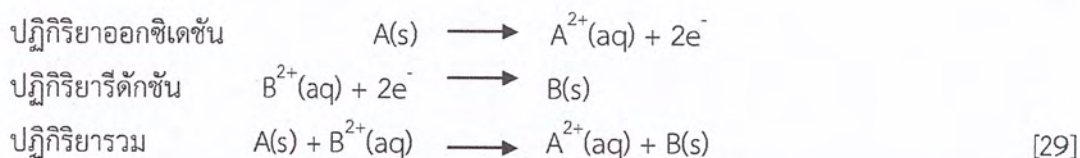
การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า เป็นการนำหลักการของเคมีไฟฟ้ามาใช้ในการวิเคราะห์ทั้งปริมาณและคุณภาพ อาศัยปฏิกิริยาตอบสนองของสารตัวอย่างที่เกิดขึ้นบริเวณผิวหน้าสัมผัสของขั้วไฟฟ้า ข้อดีของเทคนิคนี้เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการวิเคราะห์แบบปกติ คือ สามารถควบคุมการเกิดปฏิกิริยาด้วยวิธีการทางไฟฟ้าได้

### 2.5.1 หลักการทางเคมีไฟฟ้า

เคมีไฟฟ้าเป็นการอาศัยปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นแล้วเปลี่ยนแปลงเป็นพลังงานไฟฟ้า โดยจะมีเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ประกอบไปด้วยขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference Electrode) ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working Electrode) และบางครั้งมีการใช้ขั้วไฟฟ้าช่วย (Counter Electrode) ด้วย ซึ่งขั้วไฟฟ้าอ้างอิงจะมีศักย์ไฟฟ้าที่คงที่เพื่อเทียบกับขั้วไฟฟ้าทำงานที่เปลี่ยนแปลงไปตามสารตัวอย่างที่เกิดปฏิกิริยา และสารตัวอย่างที่ใช้จะมีเกลืออิเล็กโทรไลต์ละลายอยู่ เพื่อนำไฟฟ้าในสารละลายส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาขึ้นบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้า ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นบริเวณผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า คือ ปฏิกิริยารีดอกซ์

ปฏิกิริยารีดอกซ์ คือ ปฏิกิริยารวมระหว่างออกซิเดชันและรีดักชัน ซึ่งปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็นการให้หรืออิเล็กตรอนแก่อะตอมอื่น ส่วนปฏิกิริยารีดักชันเป็นการรับอิเล็กตรอนจากอะตอมอื่น

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ซึ่งการที่ไอออนต่างๆจะเกิดปฏิกิริยาขึ้นบริเวณหน้าขั้วไฟฟ้าได้ ไอออนในสารละลายต้องไป เคลื่อนที่ไปในบริเวณนั้นเพื่อให้หรือรับอิเล็กตรอนจากขั้วไฟฟ้า แล้วจึงเกิดการตอบสนองไปยัง ขั้วไฟฟ้าออกมาเป็นกระแสที่วัดได้ ทั้งนี้นอกจากความเข้มข้นของสารละลายจะส่งผลต่อปริมาณ กระแสไฟฟ้าที่วัดได้แล้ว การเคลื่อนที่ของไอออนในสารละลายยังส่งผลถึงปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ เกิดขึ้นด้วยเช่นกัน มีการเคลื่อนที่ของไอออนในสารละลายอยู่ 3 ลักษณะ ดังนี้

1. การแพร่ (Diffusion) เป็นการเคลื่อนที่ของไอออนที่มีประจุเข้าไปยังบริเวณหน้าขั้วไฟฟ้า โดยเคลื่อนที่จากความเข้มข้นมากไปยังบริเวณที่มีความเข้มข้นน้อย
2. ไมเกรชัน (Migration) เป็นการเคลื่อนที่ของไอออนที่มีประจุเข้าไปยังบริเวณหน้าขั้วไฟฟ้า ตามแรงสนามไฟฟ้าที่เกิดขึ้น ไอออนที่มีประจุบวกเคลื่อนที่เข้าหาขั้วไฟฟ้าลบ ไอออนที่มีประจุลบ เคลื่อนที่เข้าหาขั้วไฟฟ้าบวก
3. การพา (Convection) เป็นการเคลื่อนที่ของไอออนที่เกิดจากแรงทางกายภาพส่งผลให้ สารละลายเกิดการไหลเวียน เช่น การกวนสารละลาย การสั่น

### 2.5.2 ไชคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry)

ไชคลิกโวลแทมเมตรีเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าที่ให้ศักย์ไฟฟ้าในลักษณะ สามเหลี่ยมหน้าจั่วกับขั้วทำงานไฟฟ้าเป็นรอบๆ นิยมใช้ในการศึกษาปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของสาร ตัวอย่างที่เกิดขึ้นบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้า

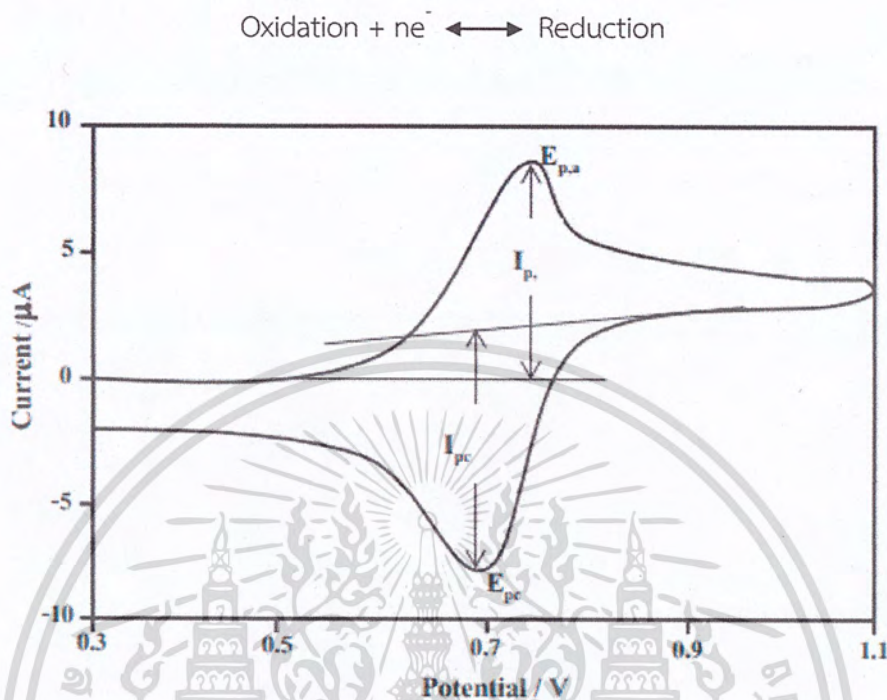
เมื่อเริ่มให้ศักย์ไฟฟ้าที่มีค่าเป็นบวกเพิ่มขึ้นไปเรื่อยๆจนถึงเวลาหนึ่งที่สารตัวอย่างถูก ออกซิไดซ์บริเวณหน้าขั้ว กระแสที่เกิดขึ้นจะเป็นกระแสแอโนดิก (Anodic Current) ซึ่งกระแสนี้จะ เพิ่มขึ้นเรื่อยๆจนสารตัวอย่างถูกออกซิไดส์หมด จะได้กระแสสูงสุดและเริ่มลดลงเรื่อยๆ โวลแทมโม แกรมที่ได้จะมีลักษณะเป็นพีก เรียกว่า แอโนดิกพีก (Anodic Peak) กระแสสูงสุดที่ได้วัดจากเส้นฐาน พีกถึงจุดสูงสุดของพีก จะได้กระแสแอโนดิกพีก (Peak Anodic Current,  $I_{pa}$ )



หลังจากนั้นจะเริ่มให้ศักย์ที่มีค่าผันกลับกับในตอนแรกหรือเป็นลบมากขึ้นเรื่อยๆจนถึงเวลา หนึ่งที่สารตัวอย่างถูกรีดิวซ์บริเวณหน้าขั้ว กระแสที่เกิดขึ้นจะเป็นกระแสแคโทดิก (Cathodic Current) ซึ่งกระแสนี้จะมีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อยๆจนสารตัวอย่างบริเวณหน้าขั้วถูกรีดิวซ์จนหมด จะได้ กระแสสูงสุดและเริ่มลดลงเรื่อยๆ โวลแทมโมแกรมที่ได้จะมีลักษณะเป็นพีก เรียกว่า แคโทดิกพีก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Cathodic Peak) กระแสสูงสุดที่ได้วัดจากเส้นฐานพีคถึงจุดสูงสุดของพีค จะได้กระแสแคโทดิกพีค (Peak Cathodic Current,  $I_{pc}$ ) [30]



รูปที่ 2.20 ไซคลิกโวลแทมโมแกรม [31]

## 2.6 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

### 2.6.1 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสง (UV-visible Spectrophotometer)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงและค่าความเข้มแสงในช่วงความยาวคลื่นยูวี-วิสิเบิล ซึ่งเมื่อแสงในความยาวคลื่นยูวี-วิสิเบิลส่องผ่านตัวอย่างแล้วจะถูกดูดกลืนไว้ที่ตัวอย่างส่วนหนึ่ง อีกส่วนหนึ่งที่เหลือจะตรงเข้าไปยังเครื่องตัวตรวจวัด ระบบจะประมวลผลและได้ค่าการดูดกลืนแสงออกมา [32] ซึ่งค่าการดูดกลืนแสงจะมีความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารตัวอย่าง ความเข้มข้นของสารตัวอย่างมากจะส่งผลให้ค่าการดูดกลืนแสงมาก ตามกฎของเบียร์-แลมเบิร์ต ทำให้วิธีสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งคุณภาพและปริมาณ

### 2.6.2 เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer

เป็นเครื่องมือที่ใช้หาหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบอินทรีย์ อาศัยการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างในช่วงความยาวคลื่นรังสีอินฟราเรด ตั้งแต่เลขคลื่น  $400-4000\text{ cm}^{-1}$  หลักการ คือ เมื่อโมเลกุลของสารตัวอย่างได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่มีความถี่ตรงกับความถี่ในการสั่นหรือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่วางไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่ควรถูกนำไปใช้ประโยชน์ทางการค้า การหมุนของพันธะในโมเลกุล โมเลกุลจะเกิดการดูดกลืนแสงและเกิดการเปลี่ยนแปลงของ Dipole

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Moment หลังจากนั้นเครื่องมือจะวัดค่า และได้ออกมาเป็นสเปกตรัม [33] ซึ่งส่วนมากจะรายงานเป็นความสัมพันธ์ระหว่างเลขคลื่นและ %Transmittance

### 2.6.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)

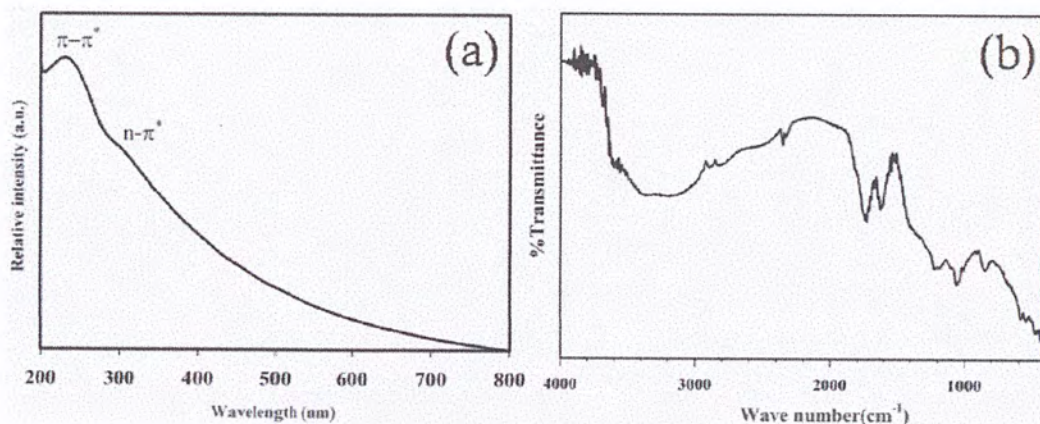
เป็นเครื่องมือที่อาศัยการทำงานของลำแสงอิเล็กตรอนวิ่งไปกระทบกับวัตถุที่ต้องการศึกษา ซึ่งลำแสงอิเล็กตรอนเกิดจากการให้พลังงานไฟฟ้าเข้าไปยังขดลวดแคโทด จนพลังงานมากพอจะปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกมา และจะมี Condenser เป็นตัวรวมแสง เพื่อเหนี่ยวนำให้ทิศทางของลำอิเล็กตรอนเป็นไปในทิศทางเดียวกัน เมื่อลำอิเล็กตรอนกระทบกับตัววัตถุ ลำแสงบางส่วนจะถูกดูดกลืนและส่วนที่เหลือจะทะลุวัตถุไปยัง Objective Len แล้วมากระทบกับฉากรับภาพที่เป็น Fluorescence Screen จะได้ภาพเป็น 2 มิติ [34] ส่วนใหญ่จะใช้สำหรับศึกษาลักษณะทางกายภาพของวัสดุ ตัวอย่างที่นำมาส่องต้องมีลักษณะแบนและบางมาก

## 2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.7.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์โดยใช้วิธีปรับปรุงของฮัมเมอร์ (Graphene Oxide Synthesized by Using Modified Hummers Approach)

ในครั้งแรกกราฟีนออกไซด์ที่หนาเพียงชั้นเดียวถูกสังเคราะห์ขึ้นด้วยวิธีสก็อตเทปซึ่งเป็นวิธีทางกายภาพ และวิธี Chemical Vapor Deposition แต่วิธีเหล่านี้ผลิตกราฟีนออกไซด์ได้น้อย วิธีที่ใช้ตัวออกซิไดส์ที่แรงเพื่อออกซิไดซ์กราไฟต์เป็นกราฟีนออกไซด์จึงเหมาะสำหรับการผลิตที่ต้องการผลิตภัณฑ์ในปริมาณมาก ต่อมาในปี 1958 ฮัมเมอร์ได้เสนออีกวิธีหนึ่งในการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์

ในงานวิจัยนี้ Leila S. และคณะ [35] จึงใช้วิธีปรับปรุงของฮัมเมอร์เพื่อสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากชั่งกราไฟต์มา 1 กรัม และ  $\text{NaNO}_3$  0.5 กรัม เติมนลงในกรดซัลฟิวริกเข้มข้นปริมาตร 23 มิลลิลิตร ภายใต้การบั่นกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงเติม  $\text{KMnO}_4$  3 กรัม โดยควบคุมอุณหภูมิให้ต่ำกว่า 20 องศาเซลเซียส ต่อมาบั่นกวนเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส เมื่อครบ 12 ชั่วโมงแล้ว เจือจางสารละลายที่ได้ด้วยน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร ภายใต้การบั่นกวน และเติม 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$  5 มิลลิลิตร หลังจากนั้นสารละลายที่ได้ถูกล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกและน้ำกลั่น แล้วจึงนำไปกรองและอบ จะได้ผงกราฟีนออกไซด์ จากนั้นจึงนำกราฟีนออกไซด์ 10 มิลลิกรัม เติมนลงในน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร แล้วทำการ Sonicate จะได้สารละลายกราฟีนออกไซด์ แสดงสเปกตรัมของกราฟีนออกไซด์ได้ดังรูปที่ 2.21



รูปที่ 2.21 สเปกตรัมของกราฟีนออกไซด์ [35]

เมื่อนำกราฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบด้วย UV-visible Spectrophotometer, FT-IR และ SEM ผลที่ได้ คือ สเปกตรัมที่ได้จากเครื่อง UV-visible Spectrophotometer มีการดูดกลืนแสงที่ 237 นาโนเมตร ซึ่งเป็นการดูดกลืนแสงของ  $\pi-\pi^*$  และที่ 300 นาโนเมตร เป็นการดูดกลืนแสงของ  $n-\pi^*$  สเปกตรัมที่ได้จากเครื่อง FT-IR มีพีคที่ค่อนข้าง Broad ช่วงเลขคลื่น 3000 – 3700  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นพีคของ OH Stretching ที่เลขคลื่น 1635  $\text{cm}^{-1}$  เป็นพีคของ C=C Stretching ที่ 1385 และ 1110  $\text{cm}^{-1}$  เป็นพีคของ C-O และ C-OH Stretching ตามลำดับ และภาพที่ได้จาก SEM จะพบว่ากราฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นฟิล์มบางและเป็นเนื้อเดียวกัน ดังรูปที่ 2.22



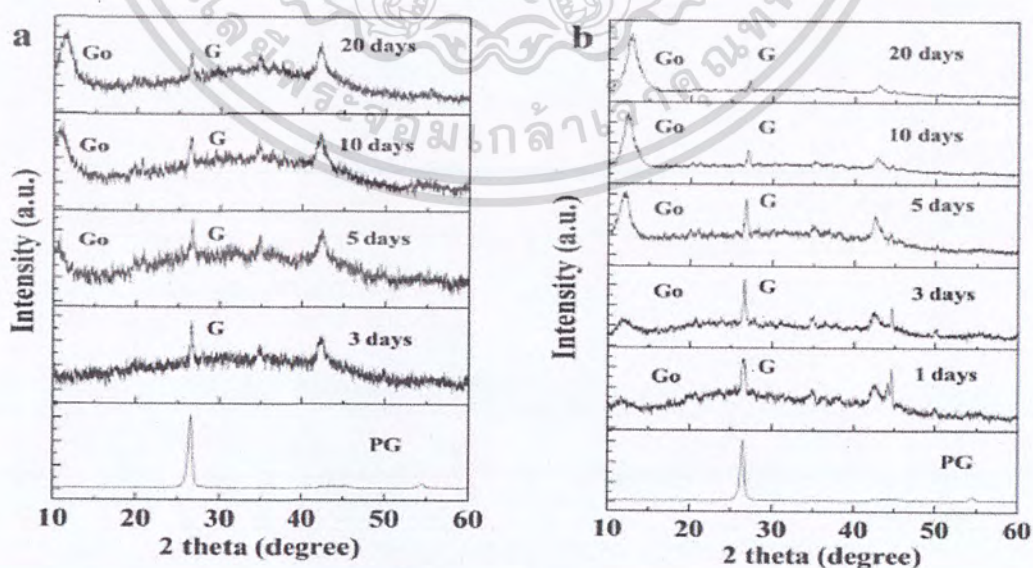
รูปที่ 2.22 ภาพกราฟีนออกไซด์ที่ได้จาก SEM [35]

2.7.2 ผลของขนาดและรูปร่างของอนุภาคกราฟิตที่มีต่อเวลาในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยใช้วิธีของฮัมเมอร์ในการสังเคราะห์ (Effects of Initial Graphite Particle Size and Shape on Oxidation Time in Graphene Oxide Prepared by Hummers' Method)

วิธีทางเคมีเป็นวิธีที่ง่ายในการผลิตกราฟีนออกไซด์ในปริมาณมาก และมีนักวิจัยหลายท่านที่เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้ไปประโยชน์ทางการค้า ใช้เวลาในการเกิดออกซิเดชันที่แตกต่างกัน Seyyedeh S. และคณะ [36] จึงได้ทำการศึกษาผลของไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

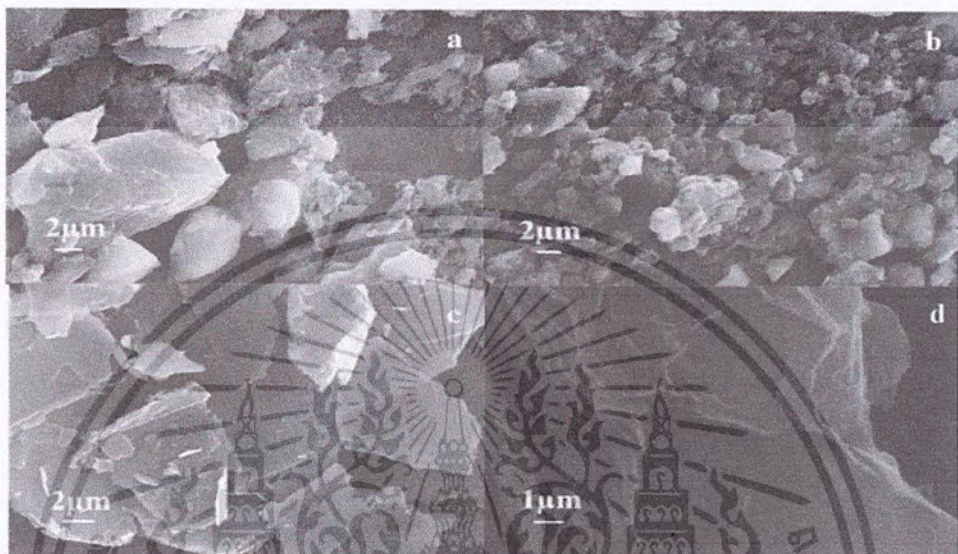
ขนาดและรูปร่างของกราฟไฟต์ที่มีต่อเวลาในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยใช้วิธีสังเคราะห์ของฮัมเมอร์ ใช้กราฟไฟต์ 2 รูปร่างด้วยกัน คือ ผงกราฟไฟต์ขนาด 18 และ 6 ไมโครเมตร และผงที่มีลักษณะเป็นเกล็ดขนาด 25 ไมโครเมตร ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากใช้ผงกราฟไฟต์ 5 กรัม และ  $\text{NaNO}_3$  2.5 กรัม คนให้ผสมกัน แล้วค่อยๆเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 115 มิลลิลิตร ภายใต้การปั่นกวน หลังจากนั้นค่อยๆเติม  $\text{KMnO}_4$  15 กรัม โดยควบคุมอุณหภูมิให้ต่ำกว่า 5 องศาเซลเซียส ต่อมานำปิกเจอร์ไปวางในอ่างที่ควบคุมอุณหภูมิอยู่ที่ 35 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 วัน เมื่อถึงวันที่ 4 เติมน้ำปราศจากไอออน 75 มิลลิลิตร ลงไปในสารละลายที่ได้ 25 มิลลิลิตร และควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 35 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ต่อมาเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออน 230 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จากนั้นเติม 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$  จนสีของสารละลายเปลี่ยนไปเป็นสีเหลือง และล้างสารแขวนลอยด้วย 3% HCl หลังจากนั้นนำไปปั่นเหวี่ยงที่ 4000 rpm 5 ครั้ง และนำไปทำให้แห้งที่ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง สำหรับตัวอย่างที่เป็นผงกราฟไฟต์ จะทำขั้นตอนดังกล่าวซ้ำอีกหลังเวลาผ่านไป 5, 10 และ 20 วัน และสำหรับตัวอย่างที่เป็นผงกราฟไฟต์ที่มีลักษณะเป็นเกล็ด ทำขั้นตอนดังกล่าวซ้ำหลังเวลาผ่านไป 1, 3, 5, 10 และ 12 วัน

ผลของขนาดและรูปร่างถูกตรวจสอบด้วย Particle Size Analyzer, XRD และ SEM จากการศึกษาพบว่า ขนาดและรูปร่างของกราฟไฟต์มีผลต่อเวลาในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ผลที่ได้จาก XRD แสดงให้เห็นว่ารูปร่างแบบผงใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหลายวัน โดยขนาด 18 ไมโครเมตร เริ่มเห็นพีคของกราฟไฟต์ออกไซด์ เมื่อผ่านไป 5 วัน และขนาด 6 ไมโครเมตร เริ่มเห็นพีคกราฟไฟต์ออกไซด์ เมื่อเวลาผ่านไป 1 วัน แต่รูปร่างแบบเกล็ดขนาด 25 ไมโครเมตรใช้เวลาเพียง 2 ชั่วโมง แสดงให้เห็นว่ารูปร่างแบบเกล็ดที่มีความหนาน้อยกว่าและมีพื้นที่ผิวมาก ทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ง่ายกว่าแบบผง แสดงได้ดังรูปที่ 2.23



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ไม่ควรนำข้อมูลไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภาพที่ได้จาก SEM การที่ปฏิกิริยาออกซิเดชันใช้เวลานานทำให้กรดและตัวออกซิไดซ์สามารถทำให้แผ่นกราฟีนออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่หลุดออกจากกันกลายเป็นแผ่นที่มีขนาดเล็กลง จึงสรุปได้ว่ายิ่งใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันนาน ขนาดแผ่นกราฟีนออกไซด์ที่ได้ก็จะมีขนาดเล็กลง แสดงได้ดังรูปที่ 2.24



รูปที่ 2.24 ภาพ SEM ของกราฟีนออกไซด์ [36]

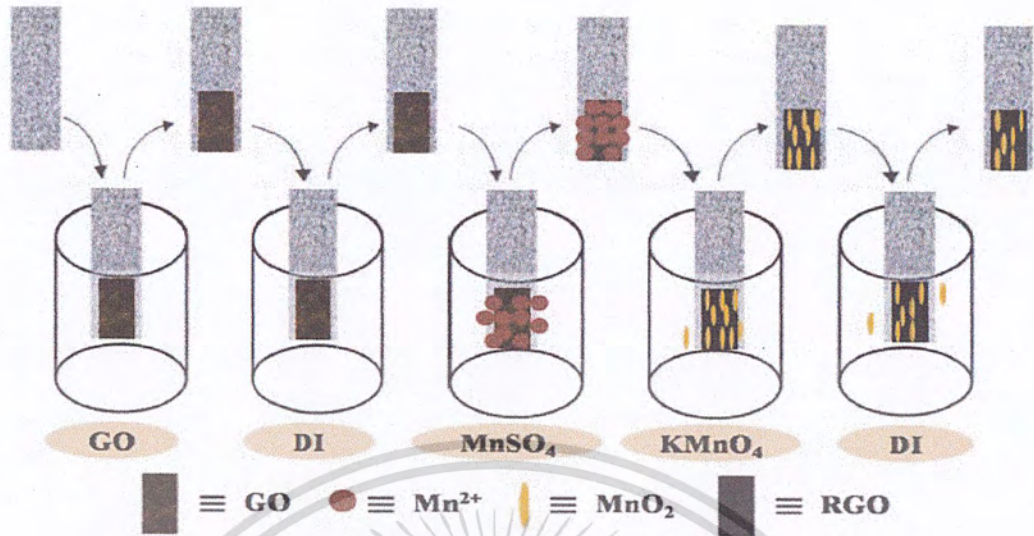
2.7.3 วิธีการดูดซับชั้นไอออนและปฏิกิริยา (SILAR) เพื่อการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้นของแมงกานีสไดออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เพื่อการใช้งานเป็นตัวเก็บประจุ (A Successive Ionic Layer Adsorption and Reaction (SILAR) Method to Fabricate a Layer-by-Layer (LbL)  $\text{MnO}_2$ -Reduced Graphene Oxide Assembly for Supercapacitor Application)

เทคนิคการดูดซับไอออนและปฏิกิริยา (SILAR) ที่ง่ายและลงทุนไม่มากได้ถูกพัฒนาขึ้น โดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้นมาพัฒนาต่อในการขึ้นรูปของแมงกานีสไดออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนตัวเก็บกระแสที่เป็นเหล็กกล้าไร้สนิม Milan J. และคณะ [37] จึงได้พัฒนาริธีนี้ขึ้นเพื่อสร้าง Supercapacitor ที่มีน้ำหนักเบาและขนาดเล็ก

กระบวนการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้นเริ่มต้นจากนำตัวซับสเตรทซึ่งก็คือตัวเก็บกระแสที่เป็นเหล็กกล้าไร้สนิมจุ่มลงในกราฟีนออกไซด์แล้วล้างส่วนเกินออกด้วยน้ำปราศจากไอออน หลังจากนั้นจุ่มลงในสารละลายแมงกานีส (II) ซัลเฟตแล้วล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน ต่อมาจุ่มซับสเตรทลงในโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตแล้วล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนอีกครั้ง เมื่อ  $\text{Mn}^{2+}$  ถูกดูดซับไว้บนกราฟีนออกไซด์  $\text{Mn}^{2+}$  ถูกออกซิไดซ์ไปเป็น  $\text{Mn}^{4+}$  และกราฟีนออกไซด์ถูกรีดิวซ์เป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ไป

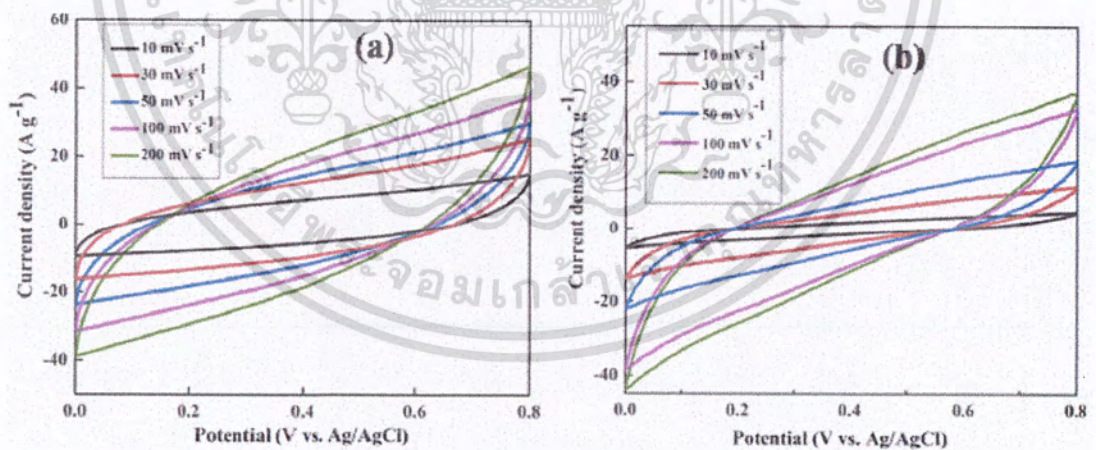
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์อื่น ๆ พร้อมๆกัน แสดงได้ดังรูปที่ 2.25

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.25 ขั้นตอนการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น [37]

ขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นเมื่อดูจากภาพที่ส่องด้วย TEM พบว่า เนื่องจากรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มีพื้นที่ผิวที่สูง ทำให้แมงกานีสไดออกไซด์มาเกาะได้มาก ส่งผลให้การนำไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้านำไฟฟ้าได้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับขั้วไฟฟ้าแบบดั้งเดิมโดยที่อัตราการสแกนเท่ากัน แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมได้ดังรูปที่ 2.26



รูปที่ 2.26 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับขั้วดั้งเดิม [37]

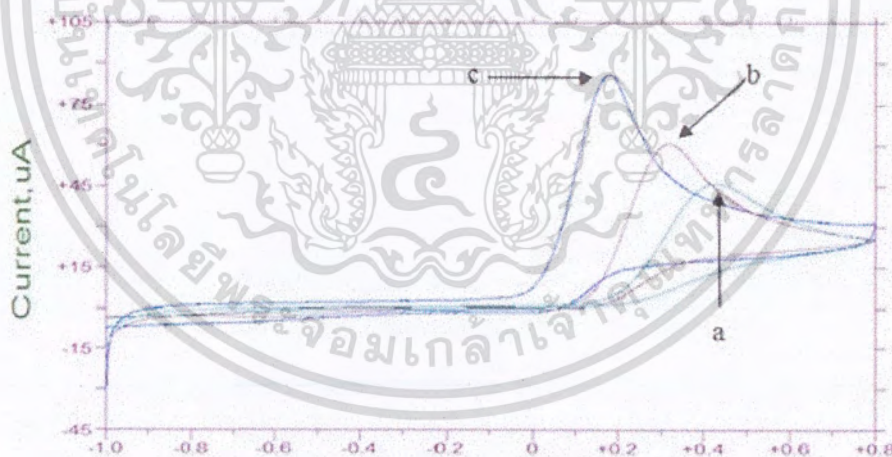
หลังจากนั้นนำค่าต่างๆที่ได้ไปคำนวณกับสมการทางไฟฟ้า พบว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นสามารถเพิ่มพลังงานได้สูงสุดถึง  $-88 \text{ Wh/kg}$  และสามารถเพิ่มความเข้มพลังงานได้สูงสุด  $-23,200 \text{ W/kg}$  ในช่วงศักย์ไฟฟ้า 0-1.5 โวลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.7.4 การปรับปรุงขั้วไฟฟ้า Glassy Carbon ด้วยท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังชั้นเดียว และซิงค์ออกไซด์ เพื่อตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรี (Voltammetry Detection of Ascorbic Acid at Glassy Carbon Electrode Modified by Single-walled Carbon Nanotube/Zinc Oxide)

ในการปรับปรุงขั้วไฟฟ้า มีหลากหลายวิธีที่สามารถเลือกใช้ได้ หนึ่งในนั้นคือ Chemical Fabrication ด้วยการใช้อนุภาคนาโน เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมอย่างมาก ทำให้มีการนำไปใช้ศึกษาในหลายๆงานวิจัย และในงานวิจัยนี้ Koh N. และคณะ [38] ได้พัฒนาขั้วไฟฟ้า Glassy Carbon ที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังชั้นเดียวและซิงค์ออกไซด์ เพื่อตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรี โดยวัสดุคอมพอสิตระหว่างท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังชั้นเดียวและซิงค์ออกไซด์ ถูกสร้างขึ้นบนผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าโดยการอุบะกักกับกระดาษกรองที่มีวัสดุคอมพอสิตอยู่ หลังจากนั้นจะล้างนาโนฟิล์มส่วนที่เกินออก แล้วขัดถูด้วย Alumina Slurry 0.05 ไมโครเมตร ต่อทำการ Sonicate เป็นเวลา 3 นาที เพื่อล้างอีกรอบ

เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีซึ่งเป็นเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าถูกใช้เพื่อศึกษาประสิทธิภาพและสภาวะต่างๆที่เหมาะสมของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น โดยเมื่อเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้า Glassy Carbon แบบดั้งเดิม (a) และขั้วไฟฟ้าที่ปรับปรุงด้วย ZnO (b) พบว่ากรดแอสคอร์บิกเกิดการตอบสนองต่อขั้วด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ศักย์ไฟฟ้าต่ำกว่า แสดงดังรูปที่ 2.27



รูปที่ 2.27 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของทั้ง 3 ขั้วไฟฟ้า [38]

อัตราสแกนที่เหมาะสม คือ 50 mV/s ใช้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -1.0 ถึง +0.8 โวลต์ มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ระหว่าง 0.2–10.0 mM ซีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดมีค่าเท่ากับ 85  $\mu\text{M}$  และทำการวัดตัวอย่างจริง 2 ชนิด ได้ค่าดังตารางที่ 2.8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.8 แสดงค่า Recovery (%) และ RSD (%)

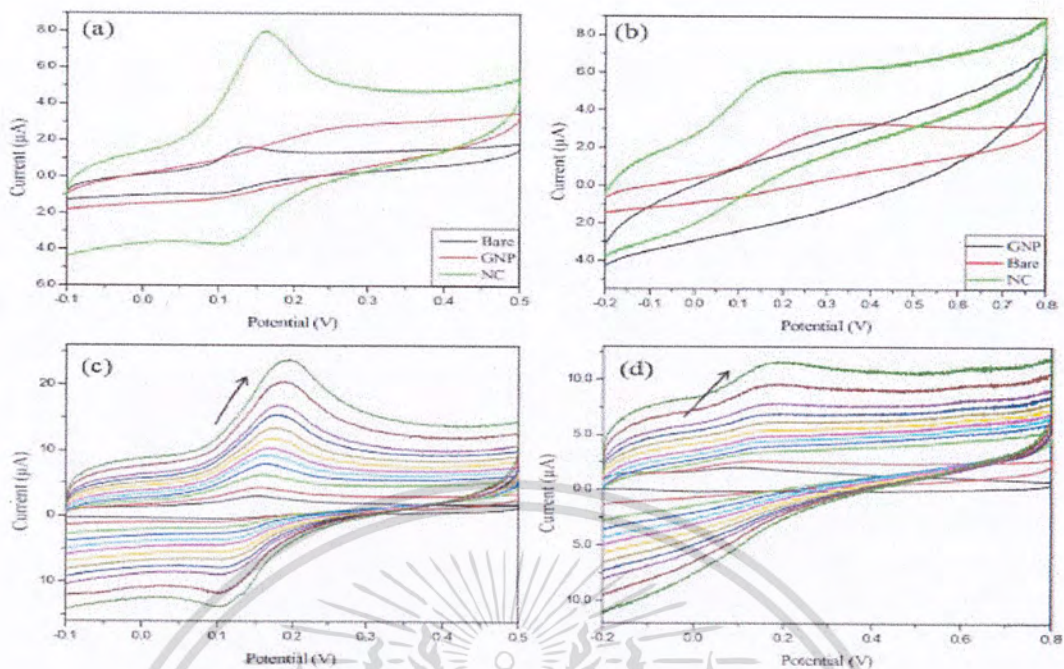
Real Life-sample	Recovered Concentration ( $\mu\text{M}$ )		Recovery rate (%)		RSD (%)	
	Cebion	Redoxon	Cebion	Redoxon	Cebion	Redoxon
	1	4.15	3.92	103.7	98.1	2.10
2	4.09	3.74	102.3	93.5		
3	4.05	3.68	101.2	92.1		
4	4.02	3.68	100.4	92.0		
5	3.92	3.65	98.0	91.2		

2.7.5 การวิเคราะห์โดพามีนและกรดแอสคอร์บิกในตัวอย่างชีวภาพด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าด้วยขั้วไฟฟ้าแบบไฮบริดของแผ่นกราฟีนขนาดนาโนร่วมกับ Silver Nanorods และ พอลิเมอร์ (Graphene Nanoplatelets-Silver Nanorods-Polymer Based In-situ Hybrid Electrode for Electroanalysis of Dopamine and Ascorbic Acid in Biological Samples)

กราฟีน คือวัสดุที่มีพื้นที่ผิวมาก และนำไฟฟ้าได้ดี เมื่อนำมาสร้างเป็นวัสดุคอมโพสิตกับวัสดุที่นำไฟฟ้า เช่น พอลิเมอร์ สารอ็อกไซด์ของเหลวไอออนิก และอนุภาคนาโนของโลหะ ทำให้ประสิทธิภาพของอุปกรณ์เพิ่มขึ้น ทั้งการนำไฟฟ้า Sensitivity และความเสถียรของตัวอุปกรณ์ Varsha S. และคณะ [39] จึงได้ทำการเตรียมขั้วไฟฟ้าสำหรับตรวจวัดโดพามีนและกรดแอสคอร์บิก โดยพัฒนาขั้วไฟฟ้าแบบไฮบริดขึ้นด้วยวิธีแบบ In-situ ใช้วัสดุคอมโพสิตระหว่างแผ่นกราฟีน silver nanorods และ poly(AY) ขั้นตอนการสร้างขั้วไฟฟ้าเริ่มจากสังเคราะห์สารละลายผสมของ GNP/AgNR หลังจากนั้นจึงขัดผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า Glassy Carbon ด้วยอะลูมินา 0.05 ไมโครเมตร และกระตุ้นขั้วไฟฟ้าด้วยศักย์ตั้งแต่ -0.4 ถึง 2.0 โวลต์ อัตราการสแกนเท่ากับ 100 mV/s ต่อมาทำการผสมโมโนเมอร์ของ AY เข้ากับสารอิเล็กโทรไลต์แล้วหยดลงบนผิวหน้าของขั้ว และตามด้วยหยดสารละลายผสมของ GNP/AgNR แล้วใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีเพื่อให้เกิดพอลิเมอร์เซชันด้วยไฟฟ้าบริเวณหน้าขั้ว ใช้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.4 ถึง 2.0 โวลต์ อัตราสแกนเท่ากับ 100 mV/s จำนวน 20 รอบ พิล์มของ GNP/AgNR/poly(AY) จะติดแน่นเข้ากับพื้นผิวของขั้วไฟฟ้า

ประสิทธิภาพและสภาวะต่างๆที่เหมาะสมถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี จากการศึกษาพบว่า ขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นให้กระแสไฟฟ้าที่สูงกว่าขั้วดั้งเดิม แสดงดังรูปที่ 2.28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.28 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น [39]

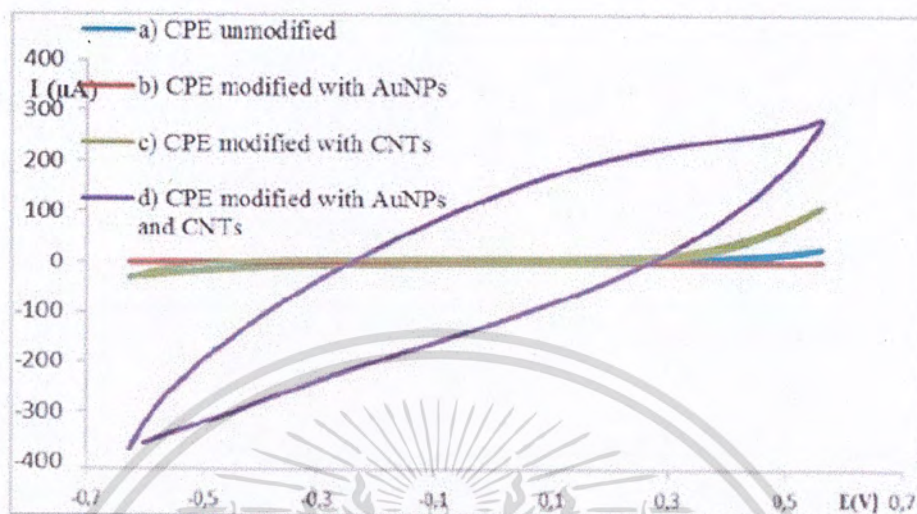
ใช้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.1 ถึง 0.5 โวลต์ อัตราสแกนเท่ากับ 50 mV/s โดพามีนและกรดแอสคอร์บิกมีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ระหว่าง 1-200  $\mu\text{M}$  ขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดมีค่าเท่ากับ 0.42  $\mu\text{M}$  และ 0.88  $\mu\text{M}$  ตามลำดับ ตัวอย่างจริงสำหรับโดพามีน คือ น้ำเลือด และยูรีน ส่วนตัวอย่างจริงของกรดแอสคอร์บิก คือ เม็ดวิตามินซี Celin-500 โดยโดพามีนมีค่าร้อยละการคืนกลับมากกว่า 95% และ %RSD ตั้งแต่ 1-6% และกรดแอสคอร์บิกมีค่าร้อยละการคืนกลับตั้งแต่ 95-107% และ %RSD ตั้งแต่ 1-6%

2.7.6 การตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเซ็นเซอร์เฮเทอโรจีเนียสคาร์บอนซึ่งปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนและอนุภาคนาโนของทอง (Determination of Ascorbic Acid Based on Heterogeneous Carbon Sensors Modified with Carbon Nanotubes and Gold Nanoparticles)

ในการวิจัยทางเคมีวิเคราะห์ การพัฒนาเซ็นเซอร์เป็นสิ่งที่ผู้คนสนใจศึกษาอย่างมาก เซ็นเซอร์เหล่านี้เป็นสิ่งที่ใช้ในการวิเคราะห์ในหลายๆงาน Eda M. และคณะ [40] จึงได้ทำการพัฒนาขั้วไฟฟ้าสำหรับวิเคราะห์หากรดแอสคอร์บิก โดยใช้ขั้วไฟฟ้าแบบคาร์บอนเพส และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนแบบพิมท์สกรีน หลังจากนั้นทำการปรับปรุงขั้วไฟฟ้าทั้งสองขั้วด้วยการเพิ่มท่อนาโนคาร์บอนลงในคาร์บอนเพสและพิมท์ และเติมเฮกซะเดเคนไทออล 60  $\mu\text{L}$  ลงบนคาร์บอนเพสและพิมท์ แล้วปล่อยให้ขั้วไฟฟ้าสัมผัสกับสารละลายอนุภาคนาโนของทองเป็นเวลา 6 ชั่วโมง

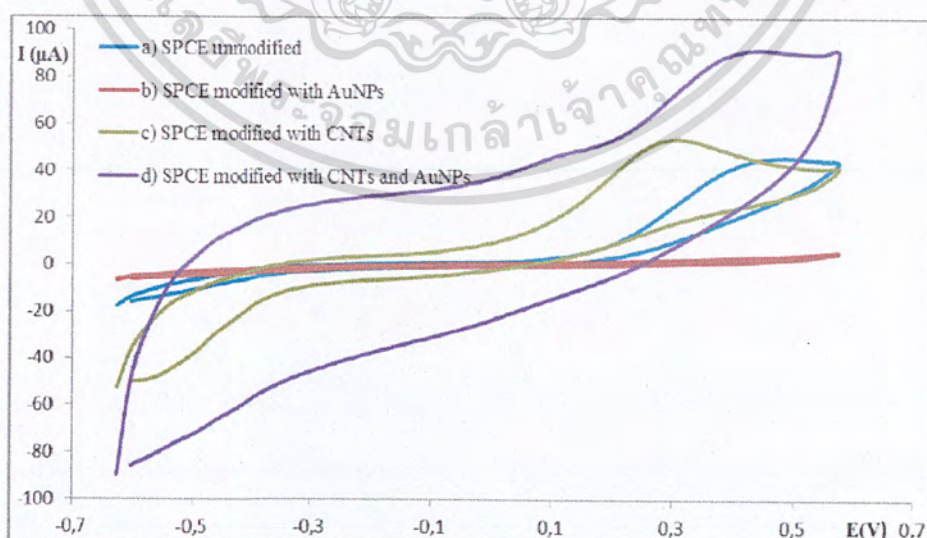
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพอสถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ใช้ ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่  $-0.6$  ถึง  $+0.6$  โวลต์ และอัตราสแกนเท่ากับ  $50$  mV/s แสดงดังรูปที่ 2.29



รูปที่ 2.29 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพอสเปรียบเทียบกับอีก 3 ขั้วไฟฟ้า [40]

ส่วนขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์กรีนจะถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคการวิเคราะห์แบบไหล ปริมาตรที่ฉีดเข้าไปเท่ากับ  $100$  ไมโครลิตร อัตราการไหลเท่ากับ  $0.4$  มิลลิลิตรต่อนาที ให้ศักย์  $+100$  mV จากการศึกษาพบว่า ขั้วไฟฟ้าทั้งสองขั้วให้กระแสไฟฟ้าและสัญญาณที่สูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าที่ไม่ได้ปรับปรุง แต่ก็ให้ Background Current ที่สูงเช่นกัน แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนได้ดังรูปที่ 2.28



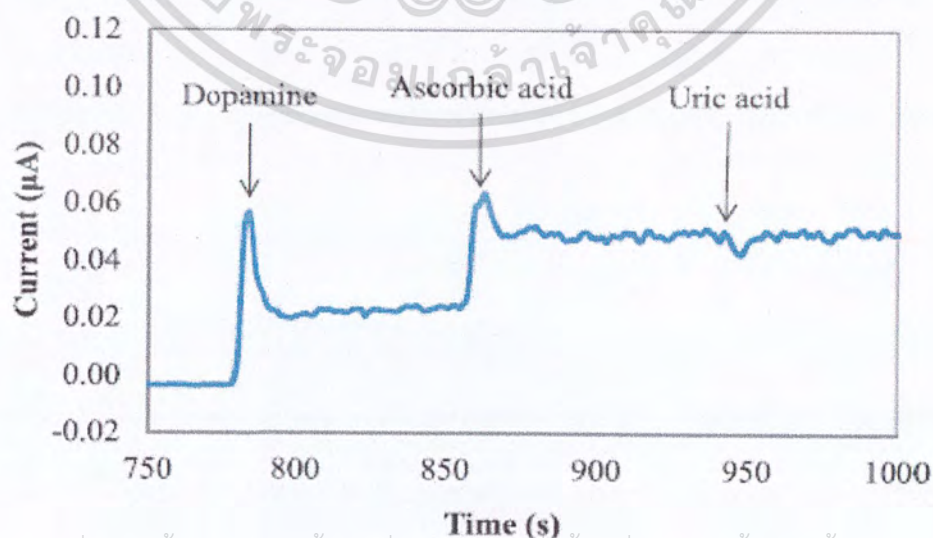
เอกสารนี้รูปที่ 2.30 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนเปรียบเทียบกับอีก 3 ขั้วไฟฟ้า [40] การค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ระหว่าง 1-200 ไมโครกรัมต่อลิตร ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์มีค่าเท่ากับ 0.9986 ซีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดมีค่าเท่ากับ 0.4 ไมโครกรัมต่อลิตร และเมื่อนำข้อไฟฟ้า ทั้ง 2 ข้อ ที่ได้พัฒนาขึ้นมาเปรียบเทียบกับ พบว่าข้อไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนให้ผลที่ดีกว่า เมื่อดูจาก สัญญาณที่เห็น และความเสถียรของข้อ และใช้ได้กับเทคนิคการวิเคราะห์แบบไหล

### 2.7.7 การตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกในตัวอย่างน้ำเลือดด้วยข้อไฟฟ้าคาร์บอนแบบพิมพ์สกรีนซึ่งปรับปรุงด้วยอนุภาคนาโนของทอง (Determination of Ascorbic Acid in Serum Samples by Screen-Printed Carbon Electrodes Modified with Gold Nanoparticles)

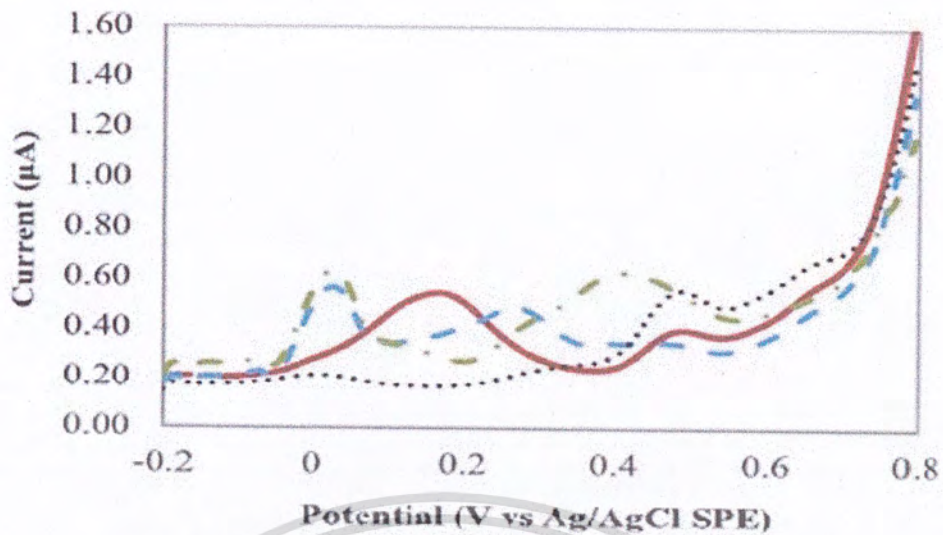
การวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิกด้วยเคมีไฟฟ้ามักจะใช้ข้อไฟฟ้าโลหะและคาร์บอน แต่ข้อเสียคือ เนื่องจากการที่ให้ศักย์ไฟฟ้าที่สูงแก่ข้อไฟฟ้าได้ อาจทำให้ข้อไฟฟ้ามี Sensitivity ที่ต่ำลง ข้อเสียนี้แก้ไขได้โดยใช้ข้อไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน และข้อไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนนี้สามารถเพิ่มประสิทธิภาพให้ดีขึ้นด้วยการปรับปรุงข้อไฟฟ้าด้วยสาร Electron Mediator ในงานวิจัยนี้ Asunción A. และคณะ [41] จึงได้พัฒนาข้อไฟฟ้าคาร์บอนแบบพิมพ์สกรีนขึ้น ซึ่งการปรับปรุงข้อไฟฟ้าคาร์บอนแบบพิมพ์สกรีนแบบที่หนึ่งเริ่มจากหยดสารละลายกรดคลอโรอริกที่เข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์ ในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ลงบนบริเวณหน้าข้อ หลังจากนั้นทำให้เกิดการเกาะตัวด้วยไฟฟ้าด้วยการให้ศักย์ไฟฟ้า 0.18 โวลต์ และการปรับปรุงข้อไฟฟ้าคาร์บอนแบบพิมพ์สกรีนแบบที่สองเริ่มจากพอลิเมอร์ที่นำไฟฟ้า คือ Polypyrrole โดยหยด Pyrrole เข้มข้น 0.05 โมลาร์ และ  $\text{LiClO}_4$  0.1 โมลาร์ ลงบนบริเวณหน้าข้อ และทำการสังเคราะห์พอลิเมอร์โดยให้ศักย์ตั้งแต่ 0 ถึง +0.8 โวลต์ จำนวน 3 รอบ

ประสิทธิภาพและสภาวะต่างๆที่เหมาะสมสำหรับข้อไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคแอมเพโรเมทรี และดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โวลแทมเมทรี แสดงได้ดังรูปที่ 2.31 และ 2.32



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
รูปที่ 2.31 แอมเพโรแกรมที่ได้จากสารละลายผสมของ DA, AA และ UA [41]

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุใดแบบลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงอย่างเคร่งครัดของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.32 ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โวลแทมโมแกรมของ DA, AA และ UA [41]

โดยข้อไฟฟ้าที่ปรับปรุงด้วยอนุภาคนาโนของทองที่พัฒนาขึ้นมี Sensitivity และกระแสที่ต่ำกว่าข้อไฟฟ้าแบบดั้งเดิม จึงเลือกใช้ข้อนี้ในการวัดค่าต่างๆ มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ระหว่าง 1.9 -16.6 ไมโครโมลาร์ ขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดมีค่าเท่ากับ  $0.99 \pm 0.05$  ไมโครโมลาร์ ตัวอย่างจริงที่ใช้วิเคราะห์ คือ น้ำเลือด ได้ค่าแสดงดังตารางที่ 2.9

ตารางที่ 2.9 แสดงค่า Recovery (%) และ RSD (%)

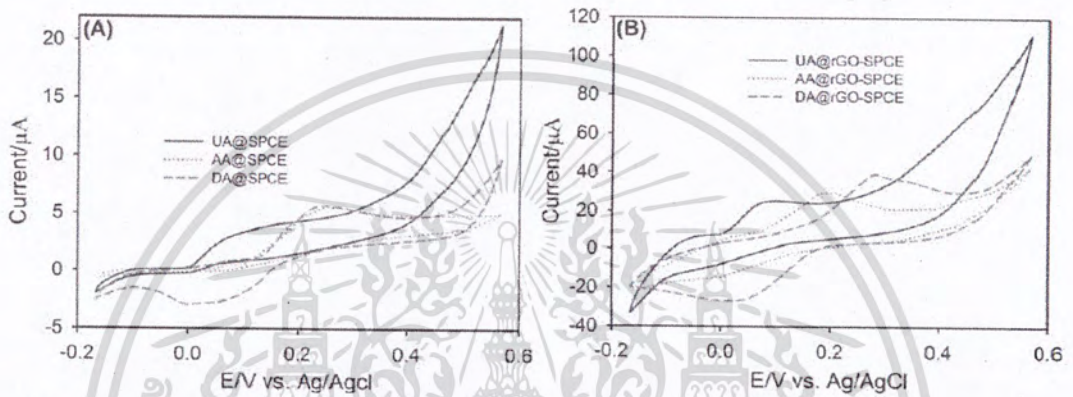
Spiked serum sample concentration ( $\mu\text{M}$ )	Detected concentration ( $\mu\text{M}$ )	Recovery (%)	RSD (%)
1.96	1.90	96.94	6.88
	2.18	111.22	
	2.03	105.61	

2.7.8 เซ็นเซอร์โวลแทมเมตริกที่มีการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนข้อไฟฟ้าคาร์บอนแบบพิมพ์สกรีนเพื่อตรวจวัดกรดยูริก กรดแอสคอร์บิก และโดพามีนพร้อมกัน (A Voltammetric Sensor Based on Chemically Reduced Graphene Oxide-Modified Screen Printed Carbon Electrode for the Simultaneous Analysis of Uric Acid, Ascorbic Acid and Dopamine)

ในการวิเคราะห์หากรดยูริก กรดแอสคอร์บิก และโดพามีน วิธีวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าเป็นวิธีที่นิยมในการตรวจวัดสารทั้ง 3 ตัว พร้อมกัน แต่ข้อไฟฟ้าแบบดั้งเดิมมีข้อเสียในการวัดสารทั้ง 3 ตัว เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่บนสื่อออนไลน์ การค้า พร้อมกัน คือ Sensitivity ต่ำ และพีคของสารแต่ละตัวแยกกันไม่ตื้นัก ในงานวิจัยนี้ Prosper K. และไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คณะ [42] ได้พัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนแบบพิมพ์สกรีนซึ่งปรับปรุงด้วยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เพื่อตรวจวัดกรดยูริก กรดแอสคอร์บิก และโดพามีน การสร้างขั้วไฟฟ้าเริ่มจากการหยดสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงบนบริเวณหน้าขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน และปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิ หลังจากนั้นล้างรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ส่วนที่เกินออกด้วยน้ำกลั่น และปล่อยให้แห้งในบรรยากาศที่มีแก๊สไนโตรเจน

ประสิทธิภาพและสภาวะต่างๆที่เหมาะสมถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีเมื่อเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าแบบดั้งเดิมพบว่า ขั้วไฟฟ้าที่ได้พัฒนาขึ้นให้กระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้น และพิกของสารทั้ง 3 ตัว แยกออกจากกันอย่างชัดเจน แสดงดังรูปที่ 2.33



รูปที่ 2.33 ไซคลิกโวลแทมเมทรีของ (A) ขั้วไฟฟ้าแบบดั้งเดิม และ (B) ขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้น [42]

ใช้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.2 ถึง 0.6 โวลต์ อัตราสแกนเท่ากับ 50 mV/s กรดยูริก กรดแอสคอร์บิก และโดพามีน มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ระหว่าง 10-3000 ไมโครโมลาร์, 0.1-2.5 ไมโครโมลาร์ และ 5-40000 ไมโครโมลาร์, 0.2-800 ไมโครโมลาร์ และ 120-500 ไมโครโมลาร์ ตามลำดับ ซีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดของกรดยูริก กรดแอสคอร์บิก และโดพามีนมีค่าเท่ากับ 0.1 ไมโครโมลาร์, 50 ไมโครโมลาร์ และ 0.4 ไมโครโมลาร์ ค่าร้อยละการคืนกลับมีค่าตั้งแต่ 98.07-99.97% และค่า RSD (%) น้อยกว่า 1.5% แสดงค่า Recovery (%) ได้ดังตารางที่ 2.10

ตารางที่ 2.10 แสดงค่า Recovery (%)

Sample	Amount added ( $\mu\text{M}$ )	Amount recovered ( $\mu\text{M}$ )	Mean recovery (%)
UA	-	-	-
Repeat1	50	47.9	
Repeat2	50	49.4	
Repeat3	50	49.8	
Mean	-	49.033	98.07

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ไปใช้ประโยชน์ทางการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

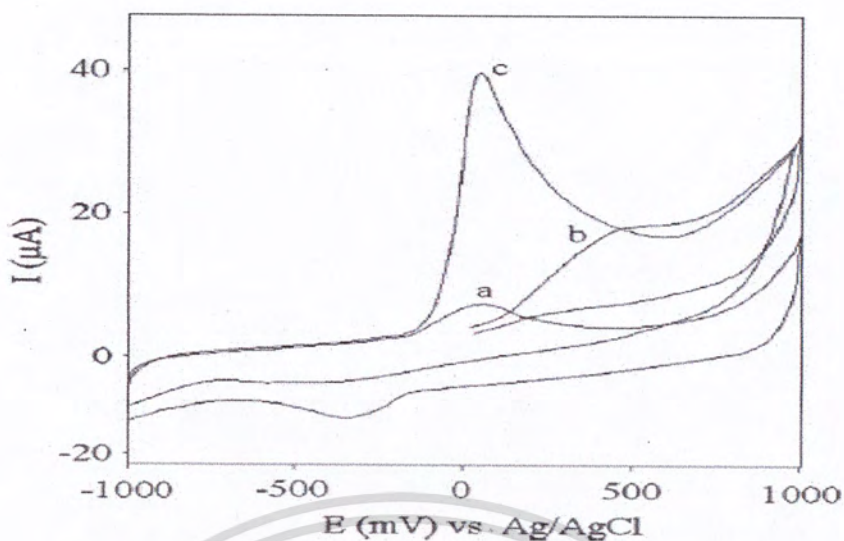
Sample	Amount added ( $\mu\text{M}$ )	Amount recovered ( $\mu\text{M}$ )	Mean recovery (%)
AA	-	-	-
Repeat1	500	497.3	
Repeat2	500	499.7	
Repeat3	500	499.5	
Mean	-	499.833	99.97
DA	-	-	-
Repeat1	50	49.4	
Repeat2	50	48.8	
Repeat3	50	49.9	
Mean	-	49.367	98.73

### 2.7.9 ขั้วไฟฟ้าคอมพอสิต Glassy Carbon และท่อนาโนคาร์บอนที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน เพื่อตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกและกรดยูริกพร้อมกัน (Novel Functionalized Multiwalled Carbon Nanotube-Glassy Carbon Electrode for Simultaneous Determination of Ascorbic Acid and Uric Acid)

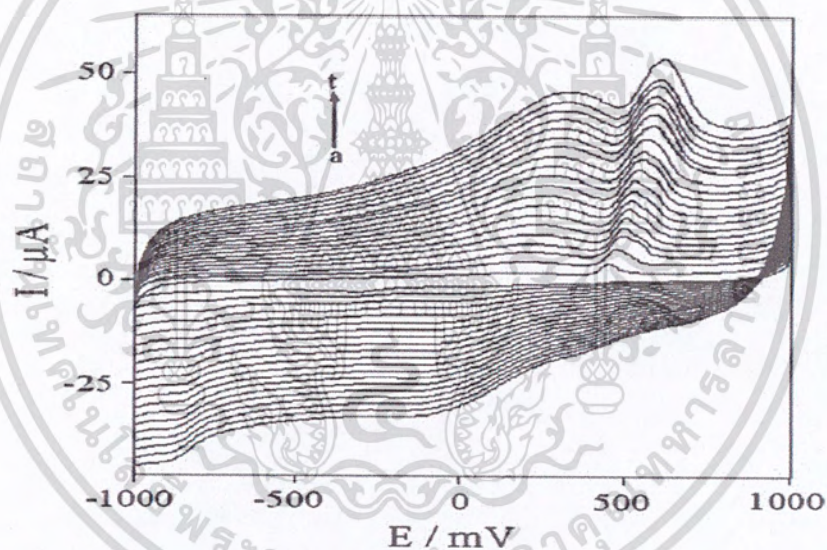
กรดแอสคอร์บิกและกรดยูริกเป็นสารที่มีอยู่ในเลือดและยูรีน ทำให้มีความจำเป็นอย่างยิ่งในการพัฒนาเทคนิคในการตรวจวัดสารทั้ง 2 ตัว ให้มีความจำเพาะเจาะจง Tahereh R. และคณะ [43] จึงได้พัฒนาขั้วไฟฟ้าคอมพอสิตของ Glassy Carbon และท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน เพื่อตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกและกรดยูริกพร้อมกัน โดยท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นถูกเติมหมู่ฟังก์ชันด้วยการใส่กรดไนตริกเพื่อสร้าง Binding Site หลังจากนั้นเติมสารประกอบ  $\text{Fe}^{3+}$ -5-Br-PADAP ลงไป แล้วทำการ Sonicate ต่อเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นที่มีหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบที่เติมลงไป ขั้วไฟฟ้า Glassy Carbon จะถูกกระตุ้นด้วยศักย์ไฟฟ้าตั้ง 0 ถึง 1.0 โวลต์ หลังจากนั้นหยดสารละลายผสมที่ได้และเอทานอลลงบนบริเวณหน้าขั้วไฟฟ้า Glassy Carbon ปลอ่ยให้ระเหยที่อุณหภูมิห้อง แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัดส่วนเกินออก

ประสิทธิภาพและสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี เมื่อเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้ายั้งเดิมพบว่า ขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นให้กระแสที่สูงกว่า กรดแอสคอร์บิกเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ศักย์ไฟฟ้าต่ำกว่า และพีคของสารทั้ง 2 ตัว แยกกันอย่างชัดเจน แสดงได้ดังรูปที่ 2.34 และแสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมที่ได้จากสารละลายผสมได้ดังรูปที่ 2.35

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.34 เปรียบเทียบกระแสที่ได้จากขั้วที่พัฒนาขึ้นและขั้วดั้งเดิม [43]



รูปที่ 2.35 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมที่ได้จากสารละลายผสมระหว่าง AA และ UA [43]

กรดแอสคอร์บิกและกรดยูริกมีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ระหว่าง 4-600 ไมโครโมลาร์ และ 0.3-490 ไมโครโมลาร์ ตามลำดับ ซีตจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดมีค่าเท่ากับ 2.57 ไมโครโมลาร์ และ 0.137 ไมโครโมลาร์ ตามลำดับ ค่า Recovery (%) ของกรดแอสคอร์บิกและกรดยูริกมีค่าเท่ากับ 104% และ 98.5% ตามลำดับ และ RSD (%) มีค่าเท่ากับ 1.36% และ 1.04% ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

### ขั้นตอนการดำเนินงาน

ในโครงการพิเศษฉบับนี้ได้แบ่งขั้นตอนการดำเนินงานออกเป็น 4 ส่วนหลักๆ ดังนี้ ส่วนที่หนึ่ง คือ การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ด้วยวิธีการปรับปรุงวิธีของฮัมเมอร์ (Modified Hummer's Method) และการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการรีดักชันทางเคมี ส่วนที่สองคือการศึกษาสถานะต่างๆในการสร้างแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique) ส่วนที่สามคือ การสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิต โดยมีการสร้างแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน (Screen-Printed Electrode) GO/ AuNPs ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น และการสร้างแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นขั้วพิมพ์สกรีนด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี และส่วนสุดท้ายเป็นการนำขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตมาใช้ในการวิเคราะห์หากรดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry)

#### 3.1 สารเคมี

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้

สารเคมี	ชื่อย่อ	บริษัทที่ผลิต
ผงกราไฟต์, Graphite Powder	-	SIGMA-ALDRICH
โซเดียมไนเตรต, Sodium Nitrite	NaNO <sub>3</sub>	CARLO ERBA
กรดซัลฟิวริกเข้มข้น, Conc. Sulfuric Acid	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	CARLO ERBA
โพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนต, Potassium Permanganate	KMnO <sub>4</sub>	CARLO ERBA
ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์, Hydrogen Peroxide	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Merck KGaA
กรดไฮโดรคลอริก, Hydrochloric Acid	HCl	CARLO ERBA
ไฮดราซีนไฮเดรต, Hydrazine Ahydrate	N <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	SIGMA-ALDRICH
สารละลายแอมโมเนีย, Ammonia Solution	NH <sub>3</sub>	CARLO ERBA
โซเดียมคลอไรด์, Sodium Chloride	NaCl	CARLO ERBA
โพลีไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์, Poly (diallyl dimethyl ammonium chloride)	PDADMAC	Sigma-Aldrich
โพลีโซเดียมสไตรีนซัลโฟเนต, Poly (4-styrene sulfonic acid) sodium salt	PSS	Sigma-Aldrich

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารเคมี	ชื่อย่อ	บริษัทที่ผลิต
น้ำกลั่น, Distilled Water	H <sub>2</sub> O	-

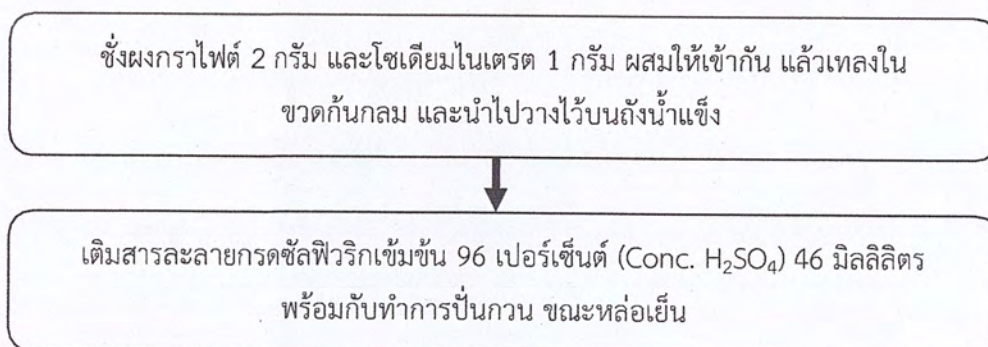
### 3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 1) เครื่องแก้ว
- 2) แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic Bar)
- 3) เครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อน (Heating Magnetic Stirrer)
- 4) ช้อนตักสาร (Dispensing Spoons)
- 5) ไมโครปิเปต (Micropipettes) ผลิตโดย METTLER TOLEDO รุ่น Pipet-Lite XLS
- 6) เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
- 7) ครอบงำน้ำกลั่น
- 8) ตู้ดูดควัน (Fume Hood)
- 9) เครื่องชั่งแบบละเอียด ผลิตโดย METTLER TOLEDO รุ่น MS204TS
- 10) เครื่อง Sonicated ผลิตโดย SONICS & MATERIALS INC. รุ่น Vibra-Cell
- 11) เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge) ผลิตโดย Kubota Bara Scientific รุ่น KUBOTA 3700

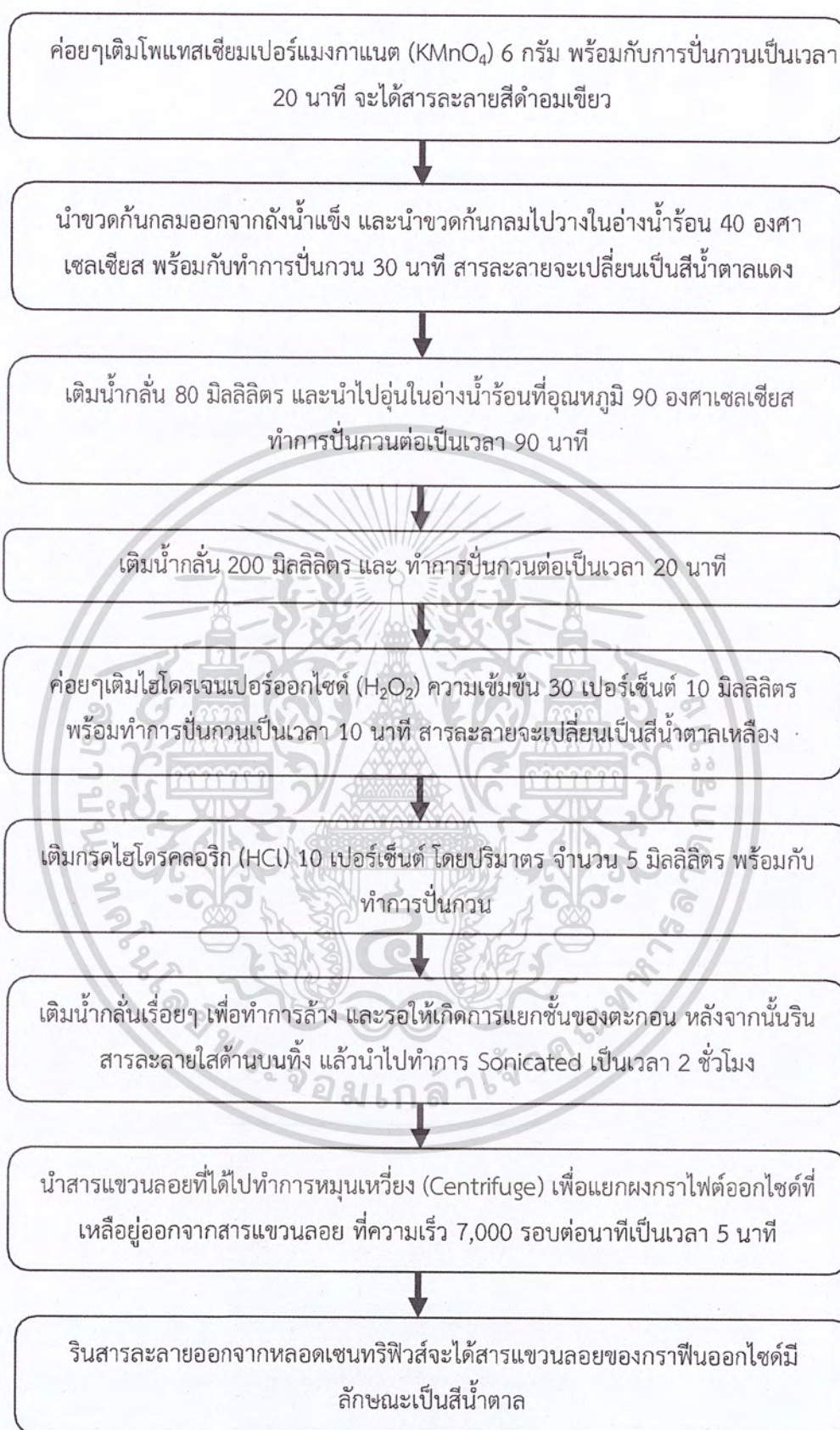
### 3.3 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ (GO) และการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)

#### 3.3.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ด้วยวิธีการปรับปรุงวิธีของฮัมเมอร์

ในงานวิจัยนี้ได้มีการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ด้วยวิธีการปรับปรุงวิธีของฮัมเมอร์ (Modified Hummer's Method) [44] วิธีนี้ใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้น และโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต เป็นตัวออกซิไดส์ กราไฟต์ออกไซด์ที่ได้จะมีสีน้ำตาลอมเหลืองอยู่ในรูปของสารละลาย หรือสามารถนำมากรองได้ทันทีหลังจากทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน หากนำสารละลายดังกล่าวมา Sonicate จะได้สารละลายกราฟีนออกไซด์ โดยมีวิธีสังเคราะห์ดังรูปที่ 3.1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

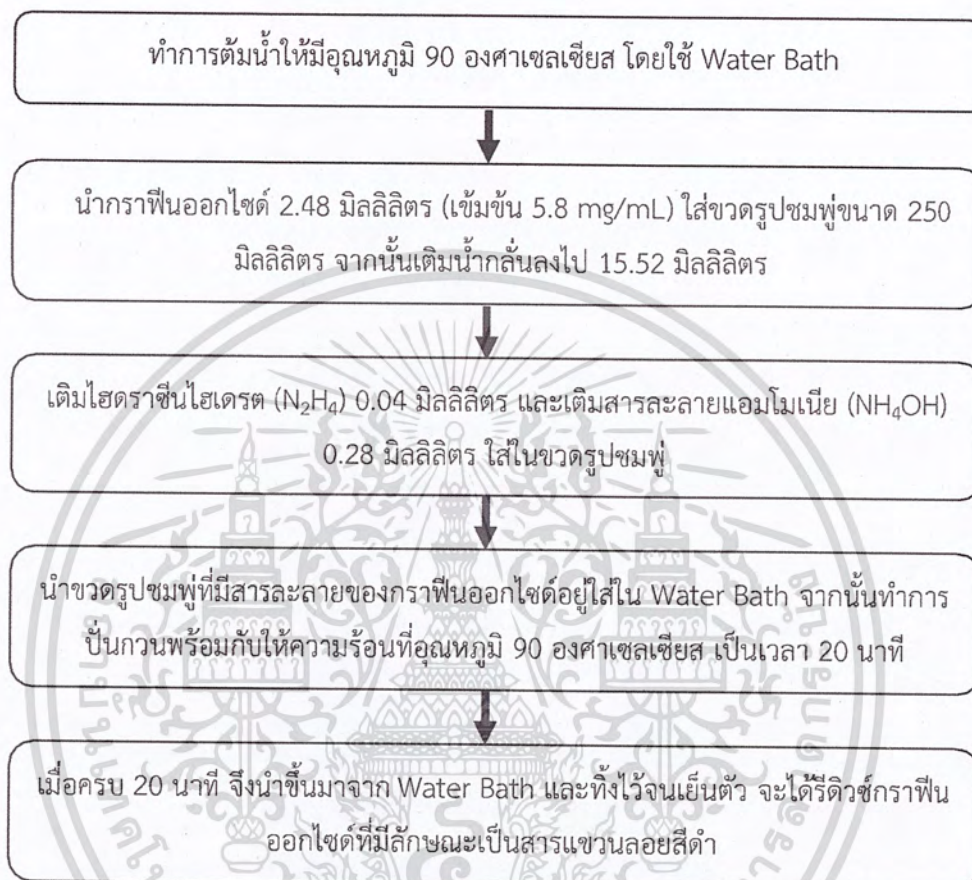


รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงการสังเคราะห์กราฟิ์นออกไซด์ด้วยวิธีการปรับปรุงวิธีของฮัมเมอร์ [44]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ผู้ใช้ต้องรับผิดชอบต่อการใช้งานการคัดลอกหรือการนำข้อมูลไปใช้โดยไม่ได้รับอนุญาต

### 3.3.2 การรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการรีดักชันทางเคมี

สำหรับปฏิกิริยารีดักชันของกราฟีนออกไซด์ จะใช้ไฮดราซีนไฮเดรต (Hydrazine Hydrate) เพื่อรีดิวซ์กลับเป็นกราฟีนอีกครั้ง [44] โดยมีวิธีสังเคราะห์ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แผนผังแสดงการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการรีดักชันทางเคมี [44]

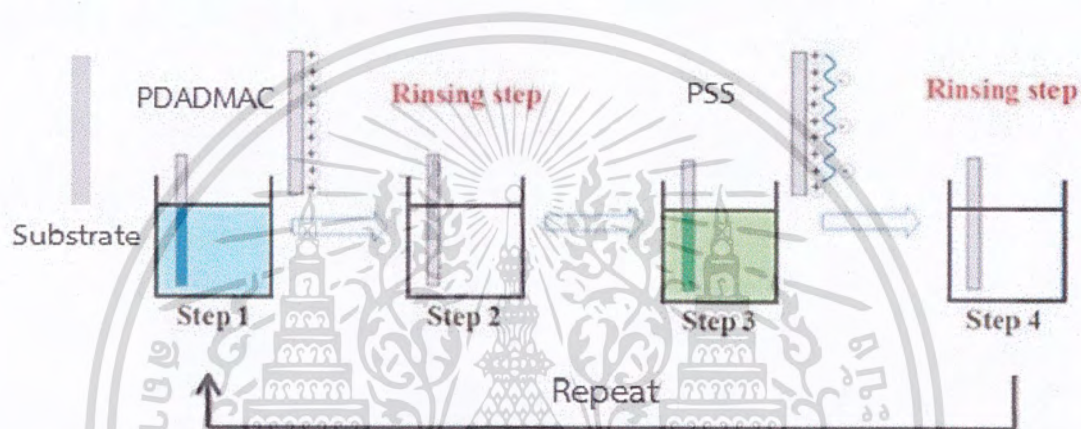
### 3.4 การศึกษาสถานะต่างๆในการสร้างแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique)

ในโครงการพิเศษฉบับนี้มีขั้นตอนการศึกษาสถานะต่างๆในการสร้างแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น โดยมีขั้นตอนการเตรียมแผ่นกระจกให้มีคุณสมบัติชอบน้ำ ขั้นตอนการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายไฮดราซีนที่ใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ขั้นตอนการศึกษาเวลาที่เหมาะสมของแผ่นฟิล์มบางในการจุ่มสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ และขั้นตอนการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางขนาดนาโน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.4.1 การเตรียมแผ่นกระจกให้มีคุณสมบัติชอบน้ำ

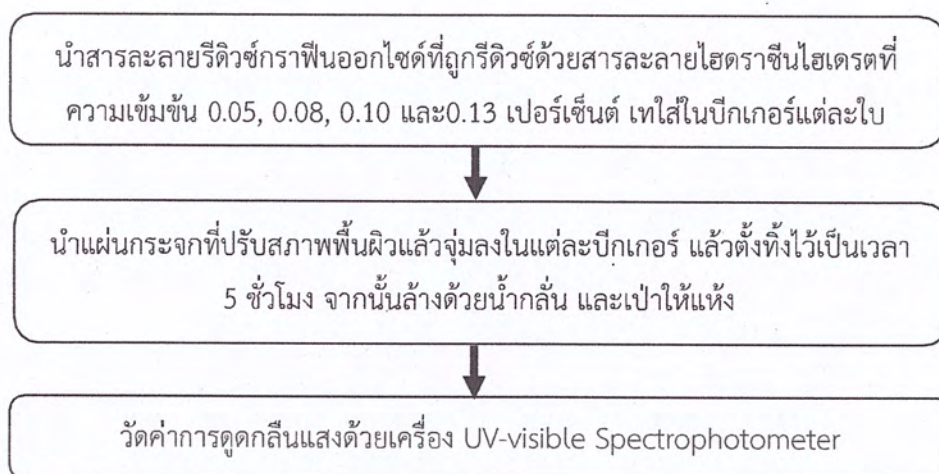
เตรียมสารละลายโพลีไดแอลซิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDADMAC) ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ (ที่ผสม 1 โมลาร์ ของ NaCl) และสารละลายโพลีไซเตียมสไตรีนซัลโฟเนต (PSS) ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ (ที่ผสม 1 โมลาร์ ของ NaCl) ลงในแต่ละบีกเกอร์ หลังจากนั้นนำแผ่นกระจกจุ่มลงในสารละลาย PDADMAC เป็นขั้นแรก จับเวลาประมาณ 5 นาที แล้วจึงยกขึ้นนำไปฉีดล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วนำไปจุ่มต่อในสารละลาย PSS ประมาณ 5 นาที แล้วยกขึ้นและนำไปฉีดล้างด้วยน้ำกลั่นเช่นกัน ทำสลับไปมาจนได้จำนวนชั้นที่ต้องการ ในขั้นตอนสุดท้ายล้างแผ่นกระจกด้วยน้ำกลั่นและทิ้งไว้ให้แห้ง ซึ่งแสดงขั้นตอนการทดลองได้ดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 การปรับสภาพพื้นผิวของแผ่นกระจกด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น

### 3.4.2 การศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ Reducing Agent ที่ใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

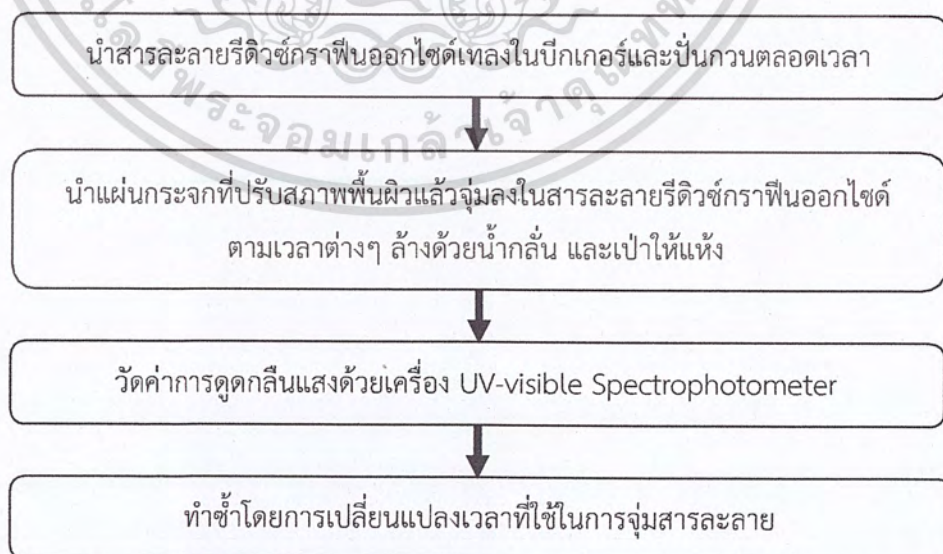
นำสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ถูกรีดิวซ์ด้วยสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตที่มีความเข้มข้น 0.05, 0.08, 0.10 และ 0.13 เปอร์เซ็นต์ เทใส่ในบีกเกอร์แต่ละใบ หลังจากนั้นนำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวให้มีประจุเป็นบวก (จากตอน 3.4.1) มาจุ่มลงในแต่ละบีกเกอร์ แล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 5 ชั่วโมง หลังจากนั้นล้างแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ด้วยน้ำกลั่น และเป่าให้แห้ง นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-visible Spectrophotometer โดยทำการสแกนสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 1000-200 นาโนเมตร ซึ่งแสดงขั้นตอนการทดลองได้ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แผนผังการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตที่ใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

### 3.4.3 การศึกษาเวลาที่เหมาะสมของแผ่นฟิล์มบางในการจุ่มสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)

นำสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เทลงในบีกเกอร์และปั่นกวนตลอดเวลา นำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวให้มีประจุเป็นบวก (จากตอน 3.4.1) มาจุ่มลงในสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ตามเวลาต่างๆ หลังจากนั้นล้างแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ด้วยน้ำกลั่น และเป่าให้แห้ง นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-visible Spectrophotometer โดยทำการสแกนสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 1000-200 นาโนเมตร (ทำการเปลี่ยนเวลาที่ใช้ในการจุ่มสารละลาย ดังนี้ 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 และ 60 นาที) ซึ่งแสดงขั้นตอนการทดลองได้ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แผนผังแสดงการศึกษาเวลาที่เหมาะสมของแผ่นฟิล์มบางในการจุ่มสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

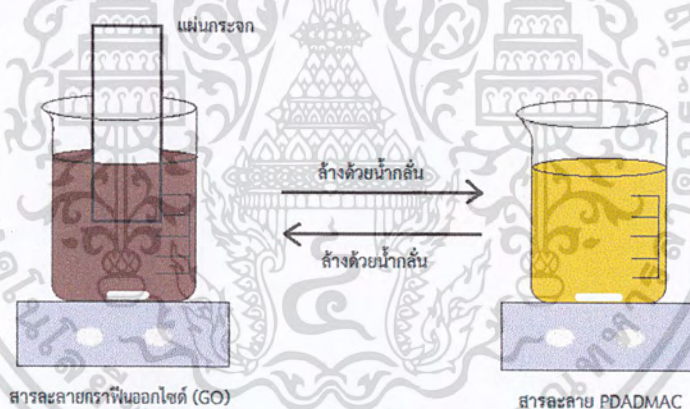
เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้รับใช้เอกสารฉบับนี้ไปแจ้งประจักษ์ต่อสาธารณชน ไม่ว่าจะโดยทางใดก็ตาม ผู้รับใช้เอกสารฉบับนี้จะต้องรับผิดชอบต่อเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.4.4 การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง

ในโครงการพิเศษฉบับนี้มีขั้นตอนการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC และ rGO-PDADMAC ที่สร้างด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique) และที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี (In-situ)

#### ก. การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

นำสารละลายกราฟีนออกไซด์ (GO) เทลงในบีกเกอร์ พร้อมกับทำการปั่นกวาดตลอดเวลา และนำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวให้มีประจุเป็นบวก (จากตอน 3.4.1) มาจุ่มลงในสารละลายกราฟีนออกไซด์ ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นนำออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น และเป่าให้แห้ง แล้วสลับไปจุ่มในสารละลาย PDADMAC ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ (ที่ผสม 0.1 โมลาร์ ของ NaCl) เป็นเวลา 15 นาที แล้วจึงนำออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น และเป่าให้แห้งอีกครั้ง ทำการจุ่มสลับไปมาให้มีจำนวนชั้นทั้งหมดตั้งแต่ 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้นตามลำดับ หลังจากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-visible Spectrophotometer โดยทำการสแกนสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 1000-200 นาโนเมตร แสดงขั้นตอนการทดลองได้ดังรูปที่ 3.6



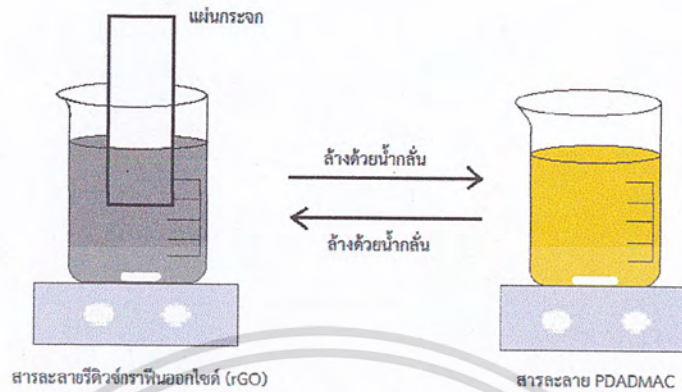
รูปที่ 3.6 การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

#### ข. การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

นำสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) เทลงในบีกเกอร์ พร้อมกับทำการปั่นกวาดตลอดเวลา และนำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวให้มีประจุเป็นบวก (จากตอน 3.4.1) มาจุ่มลงในสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นนำออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น และเป่าให้แห้ง แล้วสลับไปจุ่มในสารละลาย PDADMAC ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ (ที่ผสม 0.1 โมลาร์ ของ NaCl) เป็นเวลา 15 นาที แล้วจึงนำออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น และเป่าให้แห้งอีกครั้ง ทำการจุ่มสลับไปมาให้มีจำนวนชั้นทั้งหมดตั้งแต่ 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้นตามลำดับ หลังจากนั้นนำไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

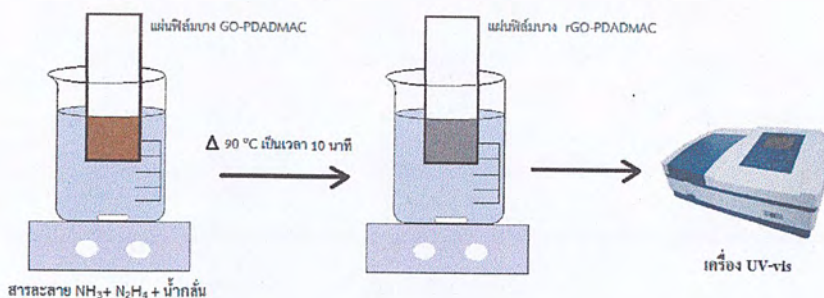
วัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-visible Spectrophotometer โดยทำการสแกนสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 1000-200 นาโนเมตร ซึ่งแสดงขั้นตอนการทดลองได้ดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

ค. การศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี

นำสารละลายกราฟีนออกไซด์ (GO) เเทลงในบีกเกอร์ พร้อมกับทำการปั่นกวนตลอดเวลา และนำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวให้มีประจุเป็นบวก (จากตอน 3.4.1) มาจุ่มลงในสารละลายกราฟีนออกไซด์ ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นนำออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น และเป่าให้แห้งแล้วสลับไปจุ่มในสารละลาย PDADMAC ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ (ที่ผสม 0.1 โมลาร์ ของ NaCl) เป็นเวลา 15 นาที แล้วจึงนำออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น และเป่าให้แห้งอีกครั้ง ทำการจุ่มสลับไปมาให้มีจำนวนชั้นทั้งหมดตั้งแต่ 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้นตามลำดับโดยนับจำนวนชั้นของสารละลายกราฟีนออกไซด์ จากนั้นนำแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่มีจำนวนชั้นต่างๆ ไปรีดิวซ์ โดยให้ความร้อน 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-visible Spectrophotometer โดยทำการสแกนสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 1000-200 นาโนเมตร แสดงขั้นตอนการทดลองได้ดังรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 การรีดิวซ์แผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ไปยังประชาชนที่เป็นการค้า  
ด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.5 การสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิต

#### 3.5.1 การสร้างแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน (Screen-Printed Electrode) GO/AuNPs ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

นำแผ่นขั้วพิมพ์สกรีนจุ่มในสารละลาย PDADMAC ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ (ที่ผสม 0.1 โมลาร์ ของ NaCl) เป็นเวลา 15 นาที จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วสลับไปจุ่มลงในสารละลาย กราฟีนออกไซด์ ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นนำออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น ทำการจุ่มสลับไป มาให้ได้จำนวนชั้นทั้งหมด 9 ชั้น โดยนับชั้นของสารละลายกราฟีนออกไซด์เป็นชั้นแรก ซึ่งแสดงแผ่น ขั้วพิมพ์สกรีน GO/AuNPs ที่ได้ดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 แสดงแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน GO/AuNPs ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

#### 3.5.2 การสร้างแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน (Screen-Printed Electrode) rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นขั้วพิมพ์สกรีนด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี

นำแผ่นขั้วพิมพ์สกรีนจุ่มในสารละลาย PDADMAC ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ (ที่ผสม 0.1 โมลาร์ ของ NaCl) เป็นเวลา 15 นาที จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วสลับไปจุ่มลงในสารละลาย กราฟีนออกไซด์ ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นนำออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น ทำการจุ่มสลับไป มาให้ได้จำนวนชั้นทั้งหมด 9 ชั้น โดยนับชั้นของสารละลายกราฟีนออกไซด์เป็นชั้นแรก หลังจากนั้นนำ แผ่นขั้วพิมพ์สกรีน GO/AuNPs ไปรีดิวซ์ โดยให้ความร้อน 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที ซึ่ง แสดงแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน rGO/AuNPs ได้ดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แสดงแผ่นขั้วพิมพ์สกรีน rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นขั้วพิมพ์

สกรีนด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี (In-situ) เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

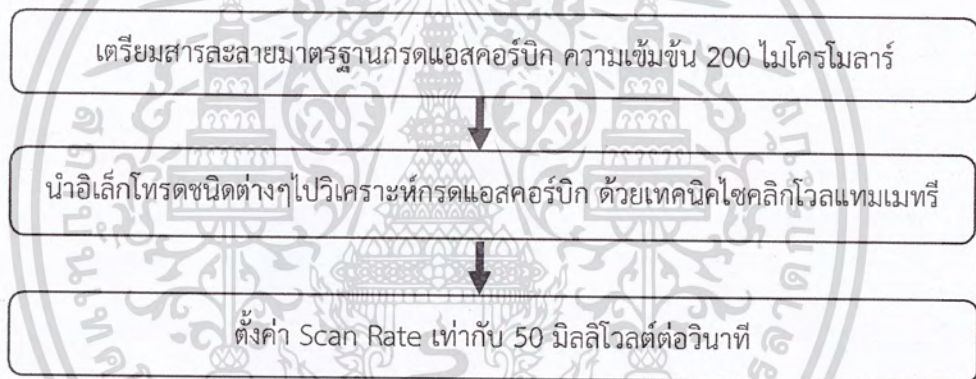
### 3.6 การวิเคราะห์หาครดแอสคอร์บิกโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี

#### 3.6.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาครดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี

ขั้นตอนในการศึกษาชนิดของขั้วไฟฟ้า (Electrode) และการศึกษาอัตราการสแกน (Scan Rate) ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาครดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี มีดังนี้

##### ก. การศึกษาชนิดของขั้วไฟฟ้า (Electrode) ที่เหมาะสม

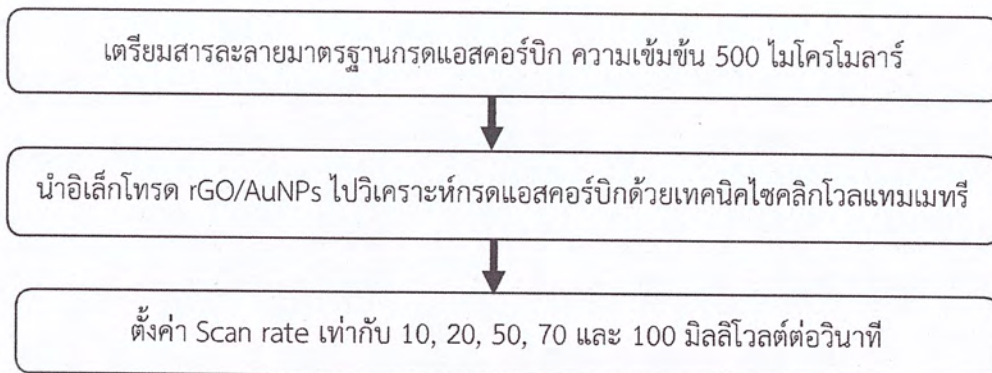
เตรียมสารละลายมาตรฐานหาครดแอสคอร์บิก ความเข้มข้น 200 ไมโครโมลาร์ แล้วนำอิเล็กโทรดชนิดต่างๆ คือ AuNPs, GO/AuNPs ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น และ rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นขั้วพิมพ์สกรีนด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี มาตรวจวัดหาครดแอสคอร์บิกด้วยเครื่องโพเทนทีโอสเตท/กัลวานอสแตท รุ่น Anova 1.8 (Potentiostat/Galvanostat รุ่น Anova 1.8) โดยตั้งค่า Scan Rate เท่ากับ 50 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ซึ่งแสดงขั้นตอนการทดลองได้ดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 แผนผังการศึกษาอิเล็กโทรดที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์หาครดแอสคอร์บิก

##### ข. การศึกษาอัตราการสแกน (Scan Rate) ที่เหมาะสม

เตรียมสารละลายมาตรฐานหาครดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) ความเข้มข้น 500 ไมโครโมลาร์ แล้วนำอิเล็กโทรด rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นขั้วพิมพ์สกรีนด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี มาตรวจวัดหาครดแอสคอร์บิกด้วยเครื่องโพเทนทีโอสเตท/กัลวานอสแตท รุ่น Anova 1.8 (Potentiostat/Galvanostat รุ่น Anova 1.8) โดยเปลี่ยนค่า Scan Rate เท่ากับ 10, 20, 50, 70 และ 100 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ตามลำดับ ซึ่งแสดงขั้นตอนการทดลองได้ดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 แผนผังการศึกษาอัตราการสแกน (Scan Rate) ที่เหมาะสม

### 3.6.2 การตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี

โครงการพิเศษฉบับนี้มีการทดสอบคุณลักษณะของวิธีในการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี ดังนี้

#### ก. การสร้างกราฟมาตรฐานของกรดแอสคอร์บิก

เตรียมสารละลายมาตรฐานกรดแอสคอร์บิก ความเข้มข้น 20, 40, 60, 80, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450 และ 500 ไมโครโมลาร์ แล้วนำอิเล็กโทรด rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิฟิเคชันออกไซด์บนแผ่นขั้วพิมพ์สกรีนด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี มาตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเครื่องโพเทนทีโอสเตท/กัลวานอสเตทรุ่น 1.8 (Potentiostat/Galvanostat รุ่น Anova 1.8) โดยตั้งค่า Scan Rate เท่ากับ 50 มิลลิโวลต์ต่อวินาที

#### ข. การศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD)

การศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic Voltammetry) จะเป็นการศึกษาความเข้มข้นต่ำสุดของกรดแอสคอร์บิกที่เครื่องสามารถตรวจพบได้เนื่องจาก Blank ที่ใช้ไม่ให้ค่าสัญญาณ จึงนำค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากกราฟมาตรฐานมาคำนวณหาค่า  $S_B$  แล้วนำมาคำนวณขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) โดยใช้สูตร

$$\text{LOD} = 3S_B / \text{Slope of Calibration}$$

#### ค. การศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ)

การศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic Voltammetry) จะเป็นการศึกษาความเข้มข้นต่ำสุดของกรดแอสคอร์บิกที่เครื่องสามารถตรวจพบ  
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปประโยชน์ทางการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และอ่านค่าได้ถูกต้อง แม่นยำ เนื่องจาก Blank ที่ใช้ไม่หาค่าสัญญาณ จึงคำนวณหาขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ) ได้โดยนำค่า  $S_b$  ที่หาได้จากตอนคำนวณหา LOD แทนค่าลงในสูตร

$$\text{LOQ} = 10 S_b / \text{Slope of Calibration}$$

### ง. การศึกษาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD)

การศึกษาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) โดยมีการนำตัวอย่างกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้น 250, 350 และ 500 ไมโครโมลาร์ โดยทำการวิเคราะห์แต่ละความเข้มข้นเป็นจำนวน 3 ซ้ำ แล้วนำมาคำนวณโดยใช้สูตร

$$\% \text{RSD} = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและอภิปรายผล

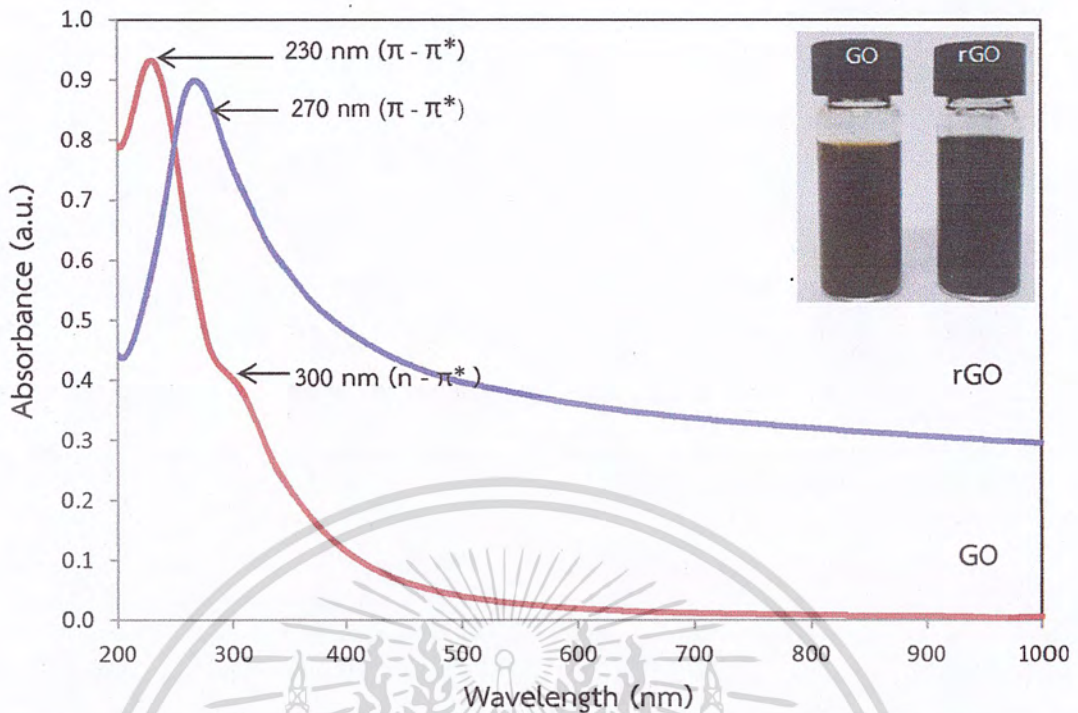
ผลการทดลองและอภิปรายผลในโครงการพิเศษฉบับนี้แบ่งออกเป็นส่วนตัวย่อยๆ ได้ 5 ส่วน ดังต่อไปนี้ ส่วนที่หนึ่งเป็นผลการศึกษาเกี่ยวกับการพิสูจน์เอกลักษณ์ของกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) ส่วนที่สองเป็นการอภิปรายผลเกี่ยวกับการศึกษาสภาวะต่างๆ ในการสร้างแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique) ส่วนที่สามเป็นการอภิปรายผลเกี่ยวกับผลการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางชนิดต่างๆ ส่วนที่สี่เป็นผล การศึกษาลักษณะเฉพาะของขั้วไฟฟ้า (Electrode) ที่สร้างขึ้น และส่วนสุดท้ายเป็นผลการทดลอง จากการวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry)

#### 4.1 การวิเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์ของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

ในโครงการพิเศษฉบับนี้ได้มีการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) สำหรับสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตเพื่อวิเคราะห์หากรดแอสคอร์บิก นำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ และศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยเทคนิคดังต่อไปนี้ การศึกษาการดูดกลืนแสงโดยใช้เทคนิค UV-visible Spectrophotometry (UV-Vis) การศึกษารูปร่างและขนาดโดยการส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และการศึกษาหมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

##### 4.1.1 ผลของการศึกษาการดูดกลืนแสงของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค UV-visible Spectrophotometry (UV-Vis)

ผลการการศึกษาค่าการดูดกลืนแสงของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ที่ถูกรีดิวซ์ด้วยไฮดราซีนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที แสดงผลวิเคราะห์ได้ดังรูปที่ 4.1



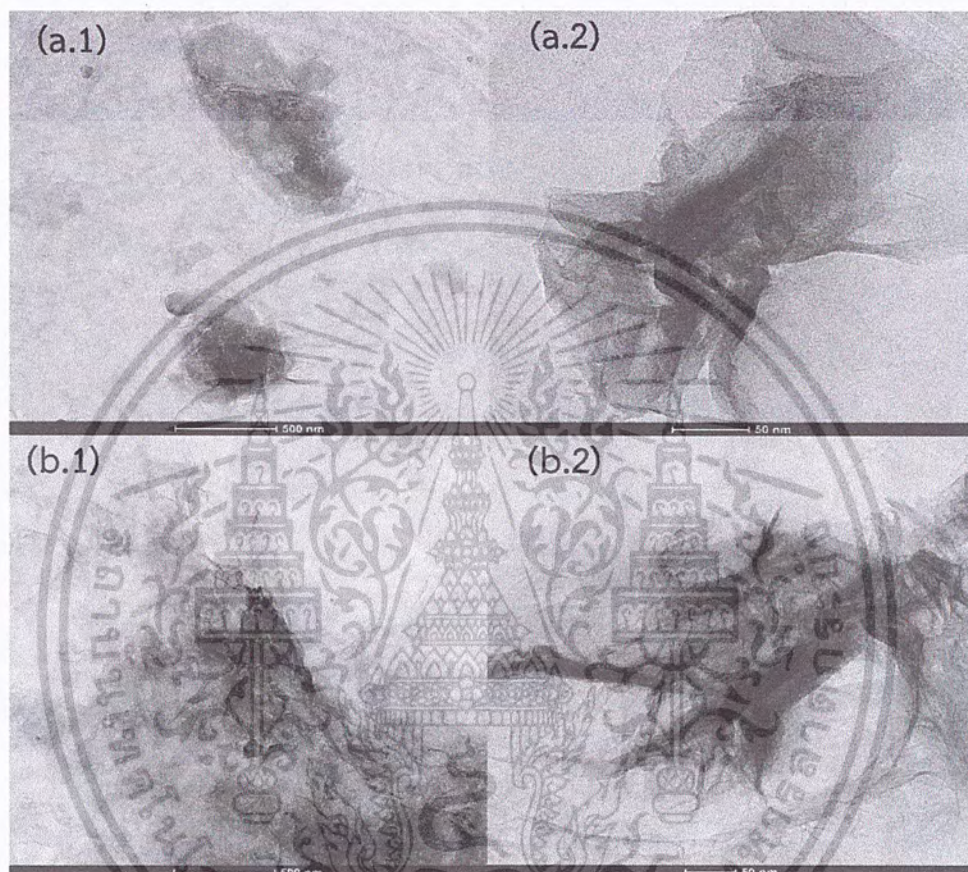
รูปที่ 4.1 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)

รูปที่ 4.1 เมื่อพิจารณาค่าการดูดกลืนแสงพบว่า กราฟีนออกไซด์ (GO) ดูดกลืนที่ความยาวคลื่นประมาณ 230 นาโนเมตร ซึ่งเป็นการเปลี่ยนสถานะจาก  $\pi-\pi^*$  ของพันธะ C-C โดยทั่วไปจะขึ้นที่ความยาวคลื่น 200 นาโนเมตรเป็นต้นไป เกิดกับโมเลกุลที่มีหมู่ฟังก์ชันที่ไม่อิ่มตัว ( $\pi$ -ออบิทัล) ได้แก่ สารกลุ่มแอลคีน แอลไคน์ และอะโรมาติก (Aromatic) และที่ความยาวคลื่น 300 นาโนเมตร จะพบพีคที่เกิดการเปลี่ยนสถานะจาก  $n-\pi^*$  ซึ่งเกิดกับโมเลกุลที่มีทั้ง  $n$  (non-bonding) และ  $\pi$  ออบิทัล ได้แก่ สารประกอบคาร์บอกซิลิกหรือคีโตนที่มีหมู่คาร์บอน-ออกซิเจน (C=O) หลังจากทำการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์แล้ว จะพบการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 270 นาโนเมตร เป็นการเปลี่ยนสถานะจาก  $\pi-\pi^*$  เนื่องจากเกิดการจัดเรียงตัวของพันธะคู่ระหว่างคาร์บอน-คาร์บอน (C=C) ใหม่ในวงอะโรมาติก ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดเกิดการเคลื่อนจาก 230 นาโนเมตร และไม่ปรากฏพีคที่ตำแหน่ง  $n-\pi^*$  ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารประกอบคาร์บอกซิลิกหรือคีโตน (C=O) ถูกกำจัดออกไปจากโครงสร้างกราฟีนออกไซด์ โดยผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Ashok D. และคณะ [45]

โดยทั่วไปการรีดิวซ์จากกราฟีนออกไซด์ (GO) ไปเป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) ที่สมบูรณ์สามารถสังเกตได้จากการเปลี่ยนแปลงสีของสารแขวนลอยโดยจะเปลี่ยนจากสีน้ำตาลของกราฟีนออกไซด์ เป็นสีดำของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

#### 4.1.2 ผลของการศึกษารูปร่าง และขนาดของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ที่สังเคราะห์ได้โดยการส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

ผลการศึกษารูปร่าง และขนาดของกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์ กราฟีนออกไซด์ (rGO) แสดงผลการวิเคราะห์ที่ได้ดังรูปที่ 4.2



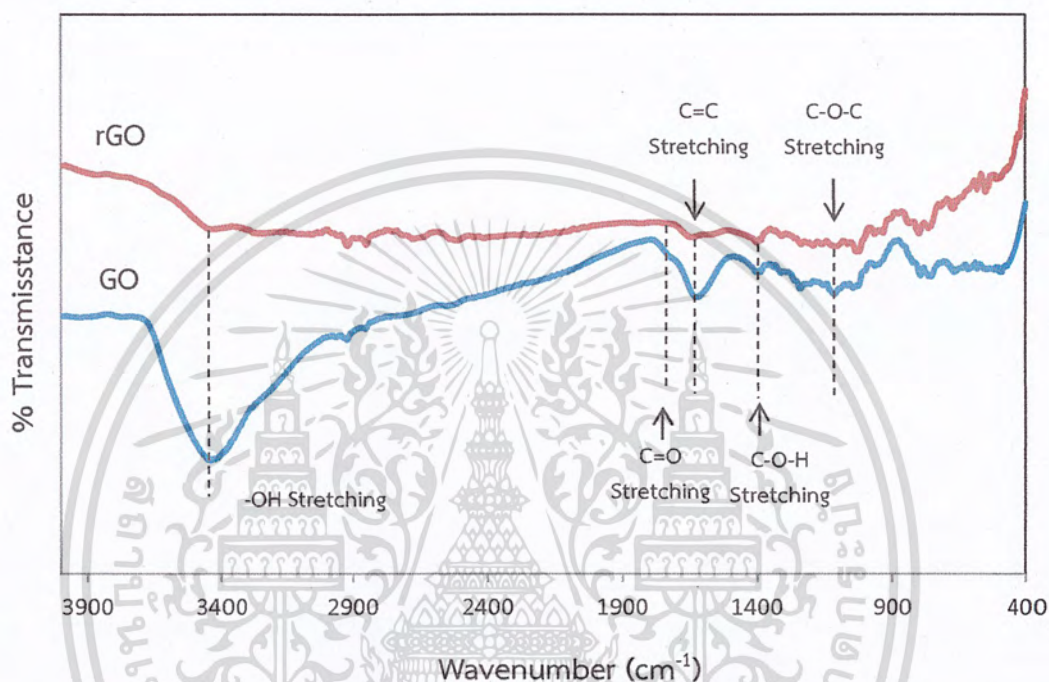
รูปที่ 4.2 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของ (a.1-2) กราฟีนออกไซด์ และ (b.1-2) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

จากรูปที่ 4.2 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) แสดงสัญญาณวิทยาของ (a.1-2) กราฟีนออกไซด์ แสดงให้เห็นรูปร่างที่มีลักษณะเป็นแผ่นเรียบ และมีบางส่วนซ้อนทับกันหลายชั้น เนื่องจากในโครงสร้างของกราฟีนออกไซด์มีหมู่คาร์บอนิลและหมู่ไฮดรอกซิลอยู่ ส่งผลให้สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างแต่ละชั้นได้ ส่วน (b.1-2) เป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ พบว่ามีรูปร่างลักษณะเป็นแผ่นบางมากกว่ากราฟีนออกไซด์ เนื่องจากมีการใช้ไฮดราซีนในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ซึ่งมีความรุนแรงสูงจึงทำลายพันธะในวงอะโรมาติกให้ขาดออกจากกัน โดยผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Nikhil M. และคณะ [46]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 4.1.3 ผลของการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันต่างๆ สามารถพิจารณาจากสเปกตรัมของ Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) ของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ซึ่งผลการวิเคราะห์แสดงในรูปที่ 4.3

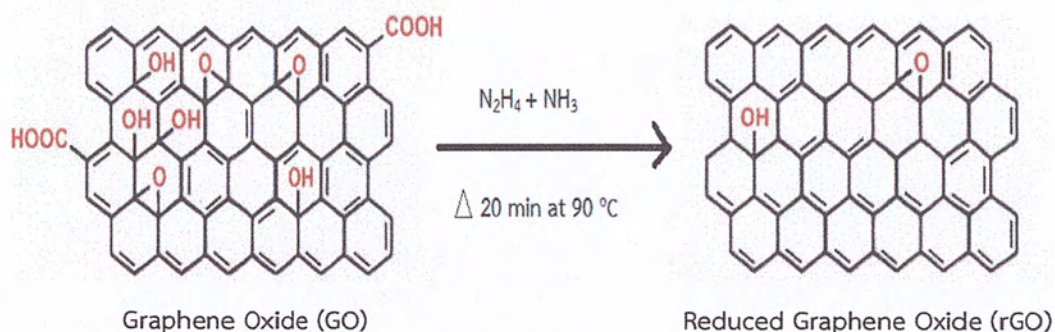


รูปที่ 4.3 แสดง FTIR สเปกตรัมของกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)

จากรูปที่ 4.3 พบแถบการสั่นของกราฟีนออกไซด์ ปรากฏความถี่ที่เลขคลื่น  $3435\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นการสั่นของพันธะ O-H Stretching พบแถบการสั่นที่เลขคลื่น  $1727\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของพันธะ C=O stretching ของสารประกอบคาร์บอนิกและคาร์บอกซิลิก พบแถบการสั่นที่เลขคลื่น  $1623\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของพันธะ C=C Stretching ของวงอะโรมาติก และพบแถบการสั่นที่เลขคลื่น  $1110\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของพันธะแอลคอกซี (C-O-C Stretching) ซึ่งเป็นการยืนยันหมู่ฟังก์ชันของกราฟีนออกไซด์ เมื่อทำการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ จะพบแถบการสั่นที่เลขคลื่น  $3445\text{ cm}^{-1}$  (O-H stretching) แต่มีพื้นที่ที่พิกน้อยลง และพบแถบการสั่นที่เลขคลื่น  $1640\text{ cm}^{-1}$  (C=C Stretching) แต่ไม่พบการสั่นที่เลขคลื่นประมาณ  $1700\text{ cm}^{-1}$  และที่  $1050\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นการสั่นของสารประกอบคาร์บอนิก คาร์บอกซิลิก และแอลคอกซี ตามลำดับ เป็นการยืนยันได้ว่าเกิดการรีดิวซ์หมู่ฟังก์ชันเหล่านี้ ออกจากกราฟีนออกไซด์ โดยผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Ashok D. และคณะ [45]

ดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 โครงสร้างทางเคมีของกราฟีนออกไซด์ (GO) และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) [47]

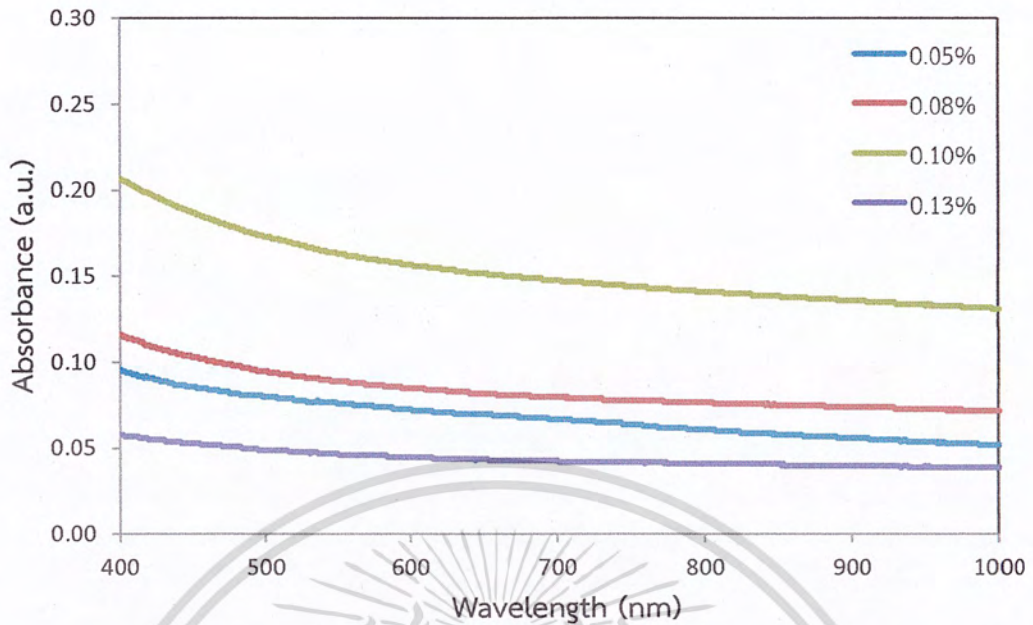
ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบแถบการสั่นที่สำคัญของกราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

กราฟีนออกไซด์ (GO)		รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO)	
การสั่นของพันธะ	เลขคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	การสั่นของพันธะ	เลขคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )
O-H stretching	3435	O-H stretching	3445
C=O stretching	1727	C=C stretching	1640
C=C stretching	1623		
C-O-C stretching	1110		

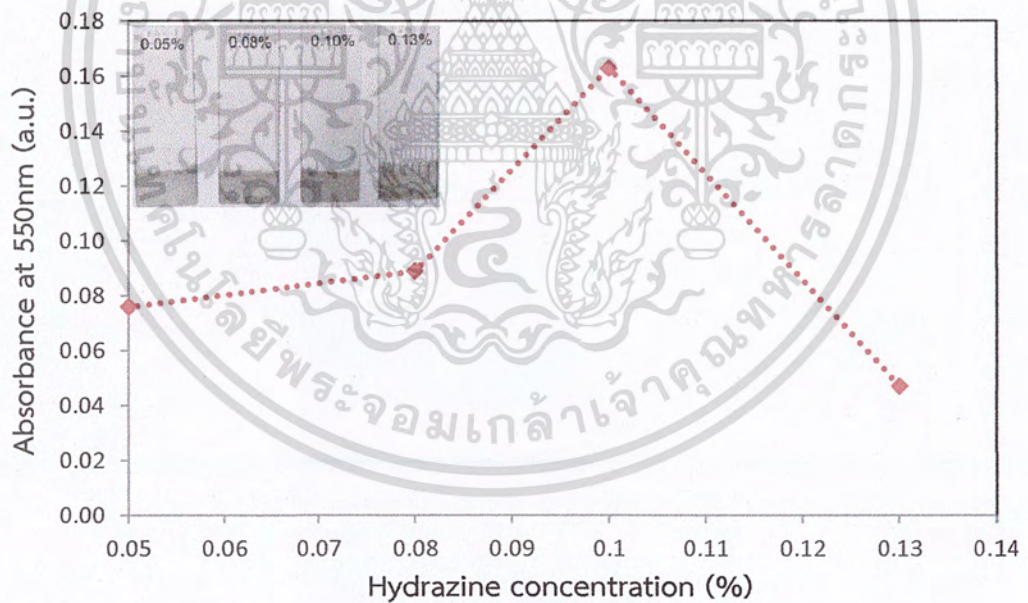
## 4.2 การศึกษาสภาวะต่างๆในการสร้างแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique)

### 4.2.1 ผลจากการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ Reducing Agent ที่ใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

ในโครงการพิเศษฉบับนี้ศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตที่ใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยการนำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวแล้ว (Primer) จุ่มลงในสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ถูกรีดิวซ์ด้วยสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตที่มีความเข้มข้น 0.05, 0.08, 0.10 และ 0.13 เปอร์เซ็นต์ แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.5 และ 4.6



รูปที่ 4.5 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่เติมสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตที่ความเข้มข้นต่างๆ



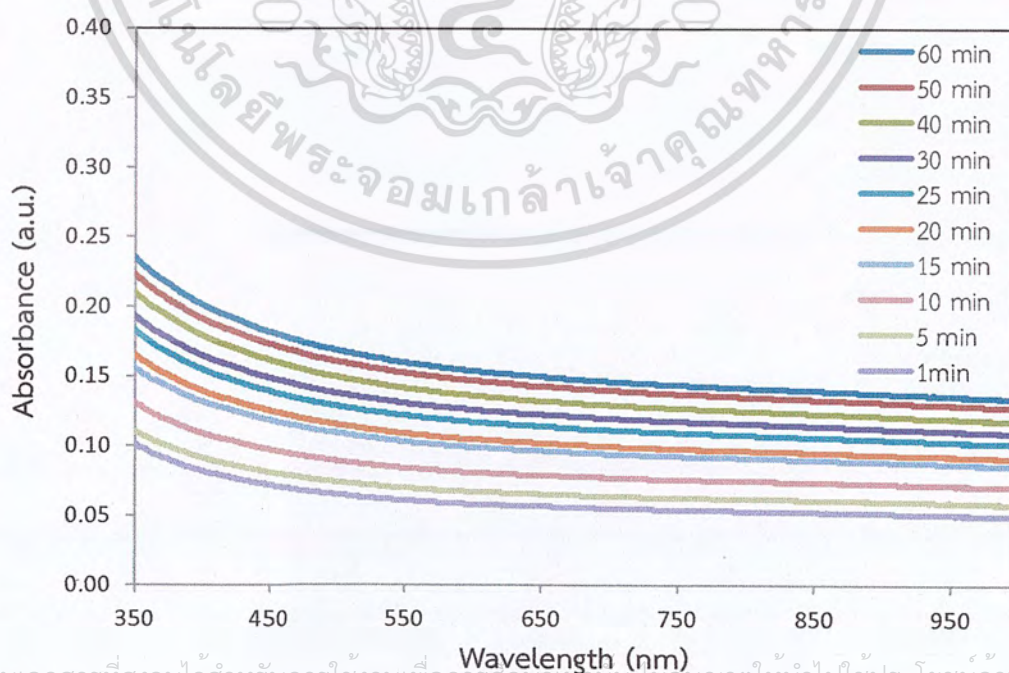
รูปที่ 4.6 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตที่ความเข้มข้นต่างๆ

จากรูปที่ 4.6 อธิบายได้ว่าความเข้มข้นของสารละลายไฮดราซีนที่ใช้สำหรับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ ที่น้อยกว่า 0.1 เปอร์เซ็นต์ เมื่อนำมาสร้างแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC จะได้ค่าการดูดกลืนแสงที่ต่ำ เนื่องจากสารละลายไฮดราซีนที่มีความเข้มข้นน้อย เมื่อนำมารีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ไม่วากรณ์ใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

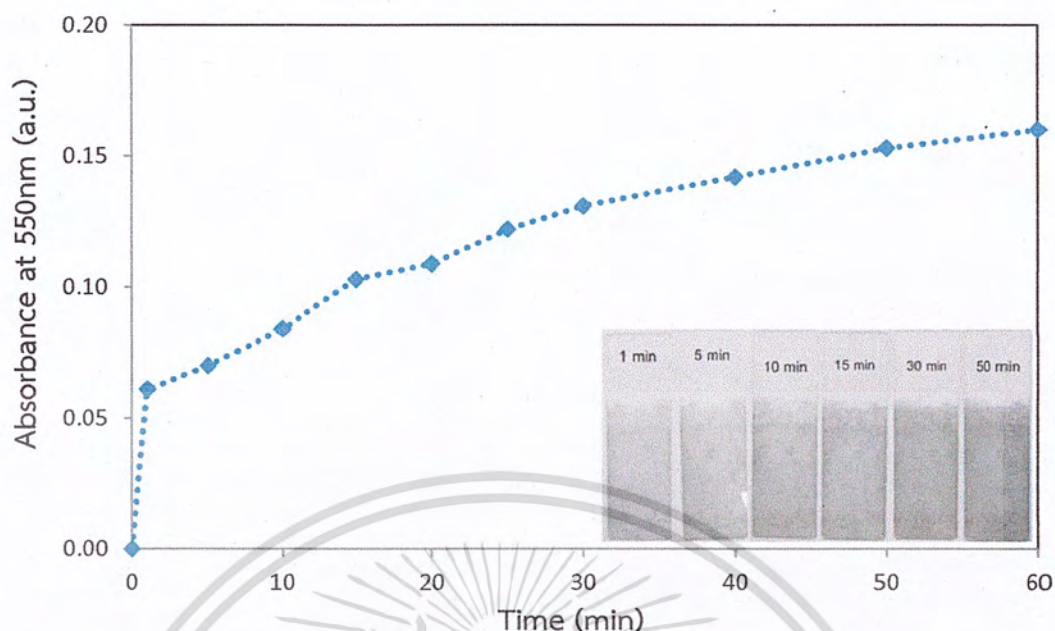
จะเกิดขึ้นได้ไม่สมบูรณ์ ทำให้ยังมีหมู่ฟังก์ชันอื่นๆ ได้แก่ สารประกอบคาร์บอนิก คาร์บอกซิลิก ที่มีประจุลบอยู่ในโครงสร้างของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ เมื่อนำมาสร้างแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่ถูกปรับสภาพพื้นผิวให้มีประจุบวก สารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (ประจุลบ) จะเกาะได้น้อยลง เนื่องจากเกิดแรงผลักรัง (Repulsive Force) ระหว่างกันของสารละลายที่ผิวหน้าของแผ่นกระจกทำให้สารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ไปเกาะติดบนแผ่นฟิล์มได้น้อย ส่วนความเข้มข้นของสารละลายไฮดรอกซิลที่มากกว่า 0.1 เปอร์เซ็นต์ เมื่อนำมาสร้างแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC จะได้ค่าการดูดกลืนแสงที่ต่ำเช่นกัน เนื่องจากสารละลายไฮดรอกซิลที่มีความเข้มข้นมาก ทำให้รีดิวซ์หมู่ฟังก์ชันออกไปได้มาก ดังนั้นประจุในสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์จะเหลือน้อย สารละลายจึงเกาะติดบนแผ่นกระจกได้น้อยลง ส่วนความเข้มข้นของสารละลายไฮดรอกซิลที่เหมาะสมสำหรับใช้รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ คือ 0.1 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากเมื่อนำมาสร้างแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC แล้วทำให้เกาะติดบนแผ่นฟิล์มบางได้มาก และได้ค่าการดูดกลืนแสงที่สูงสุด โดยผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Leifei Q. และคณะ [48]

#### 4.2.2 ผลจากการศึกษาเวลาที่เหมาะสมของแผ่นฟิล์มบางในการจุ่มสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

ในการทดลองนี้ สามารถวิเคราะห์ได้โดยการนำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวแล้ว (Primer) จุ่มลงในสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) โดยปรับเวลาในการจุ่ม ดังนี้ 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 และ 60 นาที แล้วทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงสลับกับการจุ่มไปเรื่อยๆ ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.7 และ 4.8



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น มิอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
รูปที่ 4.7 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC โดยการจุ่มในเวลาที่ต่างกัน  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีเหตุผลและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC โดยการจุ่มในเวลาที่แตกต่างกัน

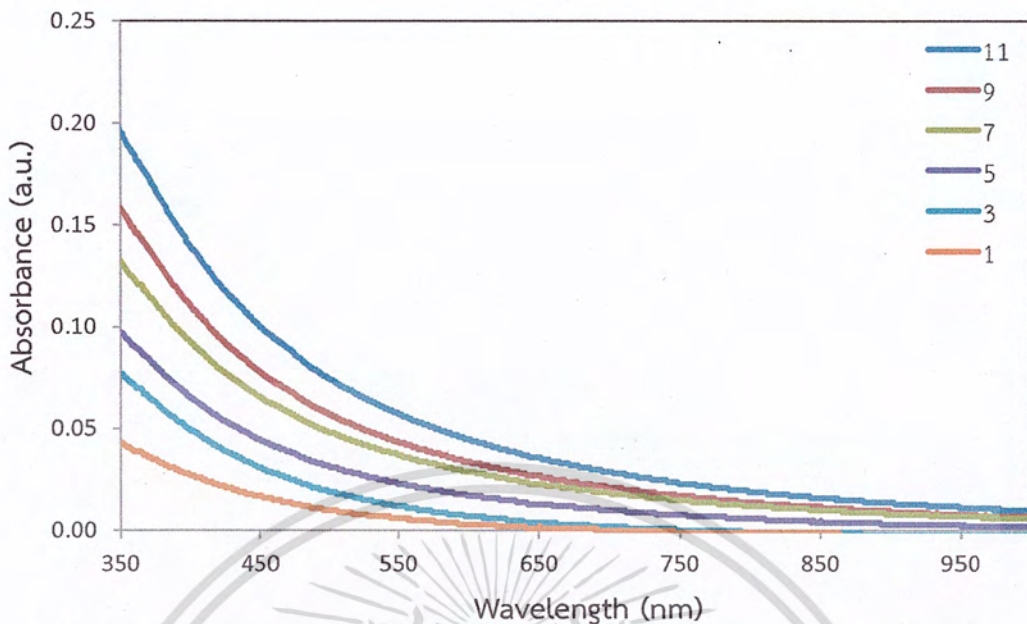
จากรูปที่ 4.8 ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ระยะเวลาในการจุ่มแผ่นฟิล์มบางแตกต่างกัน พบว่าเมื่อระยะเวลาเพิ่มขึ้น แผ่นฟิล์มบางจะมีค่าการดูดกลืนแสงที่เพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากปริมาณของสารละลายกราฟีนออกไซด์ (GO) ที่เกาะอยู่บนแผ่นกระจกจะเพิ่มขึ้น อาจส่งผลให้แผ่นฟิล์มบางมีความหนามากขึ้น สังเกตได้จากสีของแผ่นกระจกที่เข้มขึ้น โดยระยะเวลาหลังจาก 15 นาที พบว่าค่าการดูดกลืนแสงมีการเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากมีปริมาณของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มายึดเกาะน้อยลง ในโครงการพิเศษฉบับนี้จึงใช้ระยะเวลาในการจุ่มแผ่นฟิล์มบาง 15 นาที เนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ไม่มากจนเกินไป

#### 4.3 ผลจากการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางชนิดต่างๆโดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique)

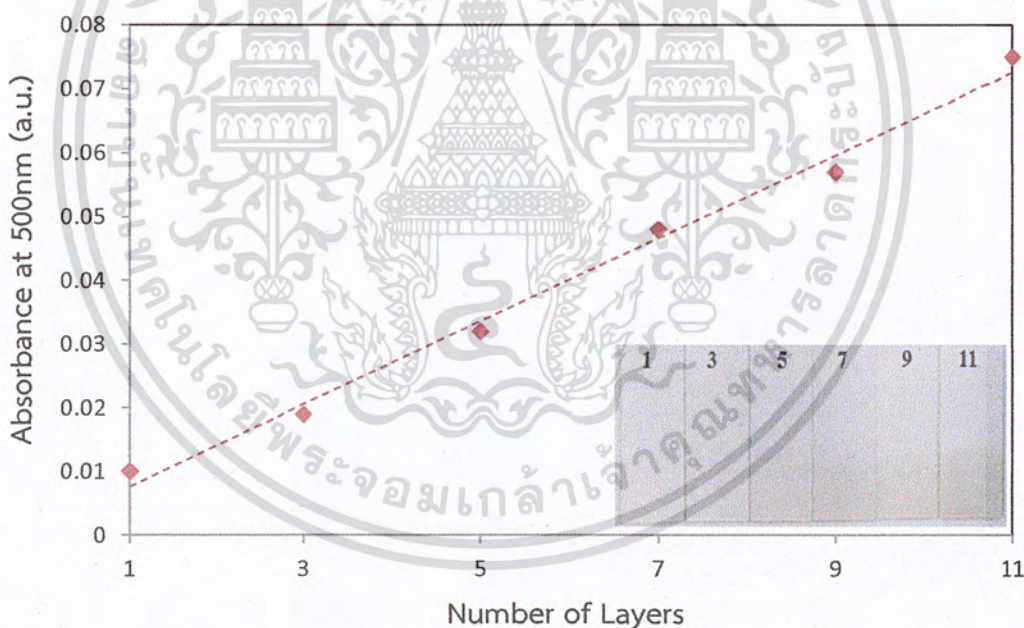
##### 4.3.1 ผลจากการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

ในการทดลองนี้สามารถวิเคราะห์ได้โดยการนำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวแล้ว (Primer) มาจุ่มสลับระหว่างสารละลายกราฟีนออกไซด์ (GO) กับสารละลาย PDADMAC ให้ได้ จำนวนชั้น 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้นตามลำดับ โดยจุ่มชั้นละ 15 นาที แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืน ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.9 และ 4.10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น



รูปที่ 4.10 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

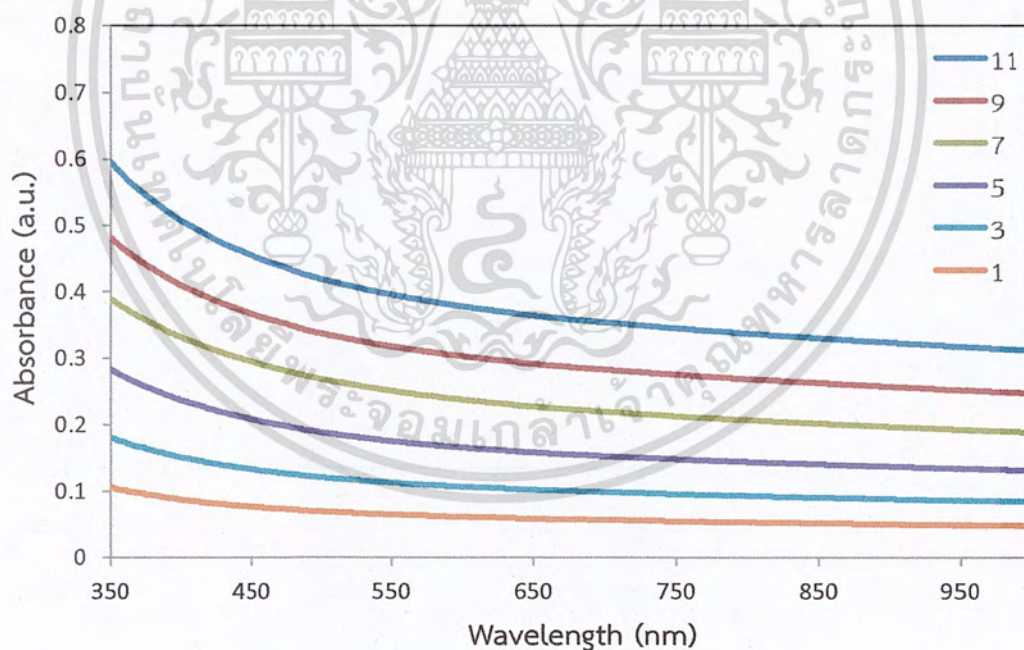
จากรูปที่ 4.10 วิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น ที่มีจำนวนของชั้นฟิล์มเท่ากับ 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้น ซึ่งกราฟแสดงความสัมพันธ์

ระหว่างจำนวนชั้นกับค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร ทำให้ทราบว่า เมื่อจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางเพิ่มขึ้น ปริมาณของสารละลายกราฟีนออกไซด์ (GO) ที่เกาะอยู่บนแผ่นกระจกไม่ต่างกันเท่า ๆ กัน อีกทั้งยังมีเหตุผลทางแสงและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำใบเซ

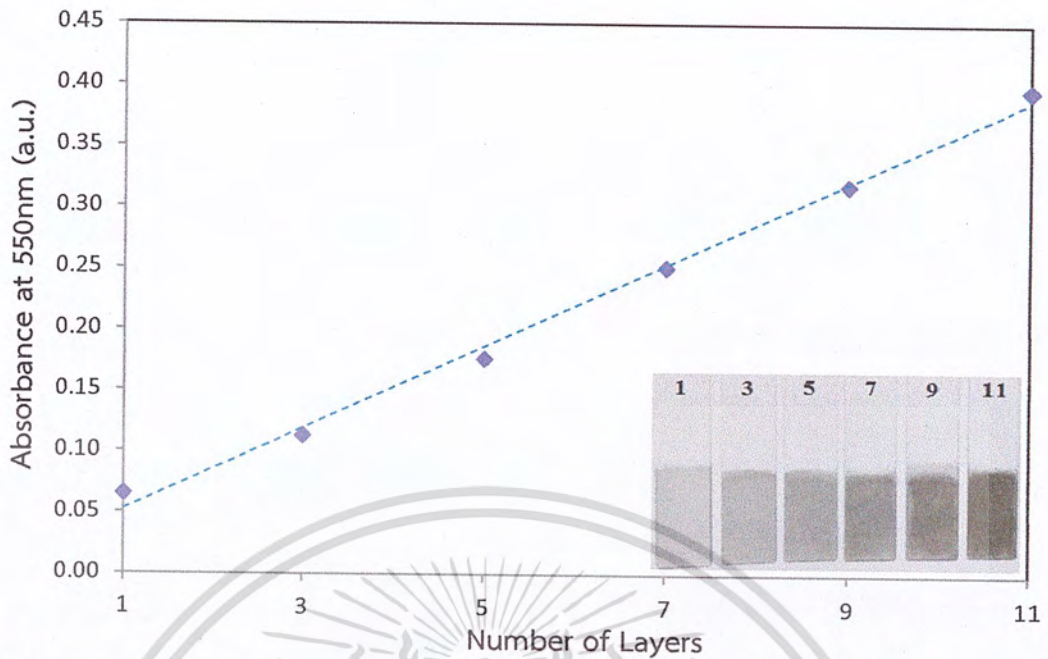
จะเพิ่มขึ้น อาจส่งผลให้แผ่นฟิล์มบางมีความหนามากขึ้น โดยสังเกตได้จากสีของแผ่นกระจกที่เข้มข้น จึงทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นตามไปด้วย และเมื่อจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าของแผ่นฟิล์มบางเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากลักษณะของชั้นฟิล์มที่มีลักษณะเป็นระนาบ และจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางที่เพิ่มขึ้นส่งผลต่อการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนไปยังผิวหน้าของฟิล์มได้ง่ายขึ้น และยังทำให้ค่าความต้านทานลดลงอีกด้วย โดยผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของฐานะพงศ์ และคณะ [49] ซึ่งในโครงการพิเศษฉบับนี้ใช้ชั้นของกราฟีนออกไซด์ จำนวน 9 ชั้น เนื่องจากสะดวก และใช้เวลาไม่นานในการสร้างแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC

#### 4.3.2 ผลจากการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

ในการทดลองนี้ สามารถวิเคราะห์ได้โดยการนำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวแล้ว (Primer) มาจุ่มสลับระหว่างสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) กับสารละลาย PDADMAC ให้ได้ จำนวนชั้น 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้นตามลำดับ โดยจุ่มชั้นละ 15 นาที แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืน ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.11 และ 4.12



รูปที่ 4.11 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น



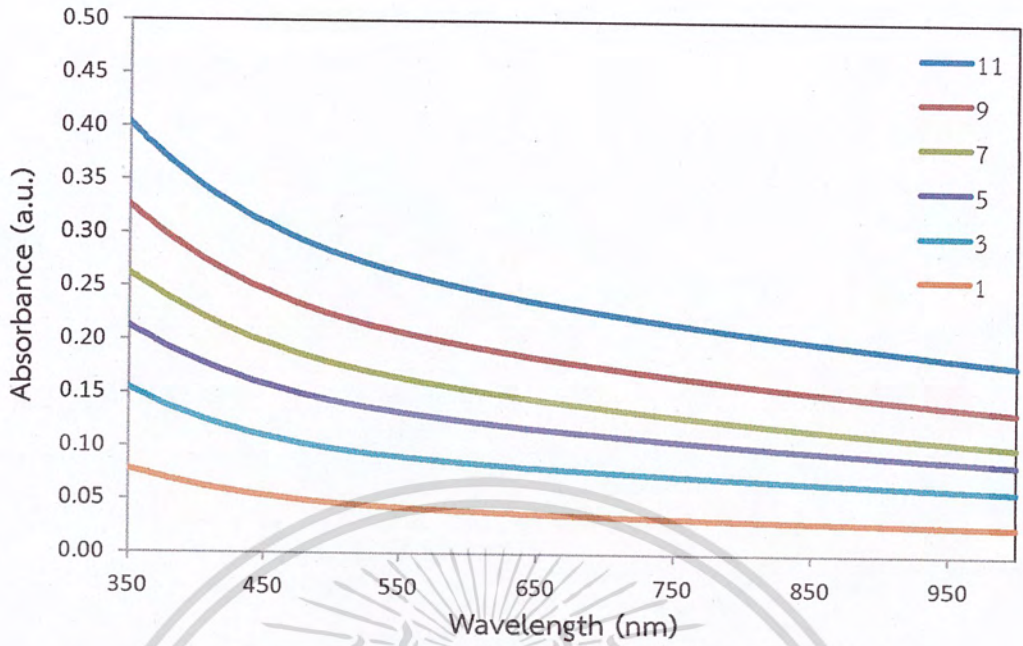
รูปที่ 4.12 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น

จากรูปที่ 4.12 วิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น ที่มีความหนาของชั้นฟิล์มเท่ากับ 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้น ซึ่งกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนชั้นกับค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ทำให้ทราบว่า เมื่อจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางเพิ่มขึ้น ปริมาณของสารละลายรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) ที่เกาะอยู่บนแผ่นกระจกจะเพิ่มขึ้น อาจส่งผลให้แผ่นฟิล์มบางมีความหนามากขึ้น โดยสังเกตได้จากสีของแผ่นกระจกที่เข้มขึ้น จึงทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นตามไปด้วย และเมื่อจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าของแผ่นฟิล์มบางเพิ่มขึ้นด้วย โดยผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของฐานะพงศ์ และคณะ [49] ในโครงการพิเศษฉบับนี้ใช้ชั้นของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ จำนวน 9 ชั้น เนื่องจากสะดวก และรวดเร็วในการสร้างแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC

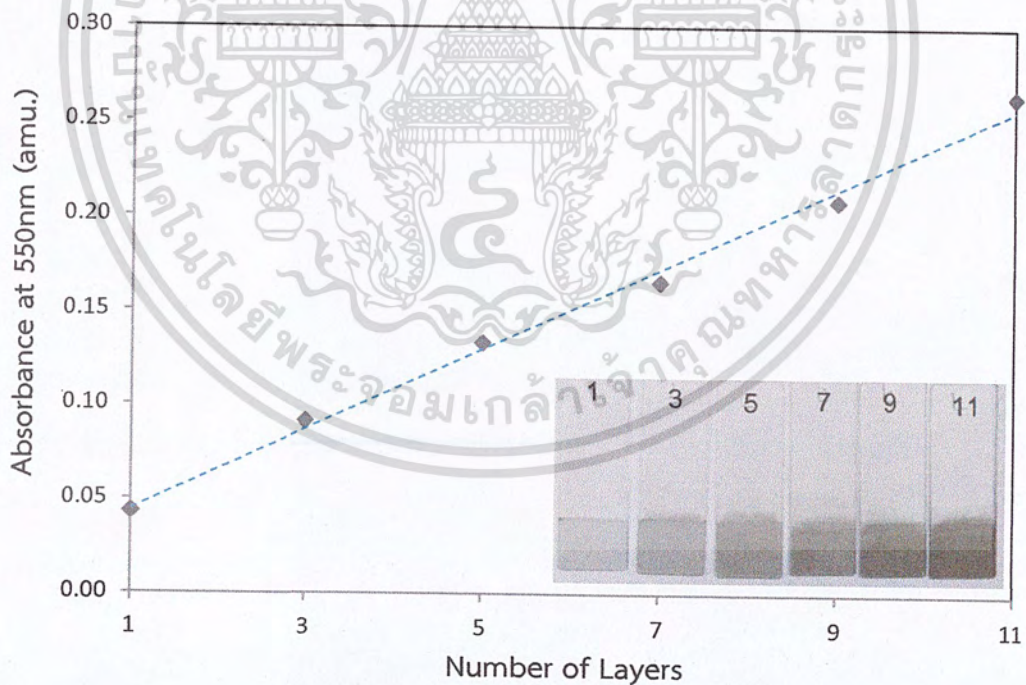
#### 4.3.3 ผลจากการศึกษาการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี

ในการทดลองนี้ สามารถวิเคราะห์ได้โดยการนำแผ่นกระจกที่ปรับสภาพพื้นผิวแล้ว (Primer) มาจุ่มสลับระหว่างสารละลายกราฟีนออกไซด์ (GO) กับสารละลาย PDADMAC ให้ได้ จำนวนชั้น 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้นตามลำดับ โดยจุ่มชั้นละ 15 นาที หลังจากนั้นนำแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ไปรีดิวซ์ แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืน ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.13 และ 4.14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี



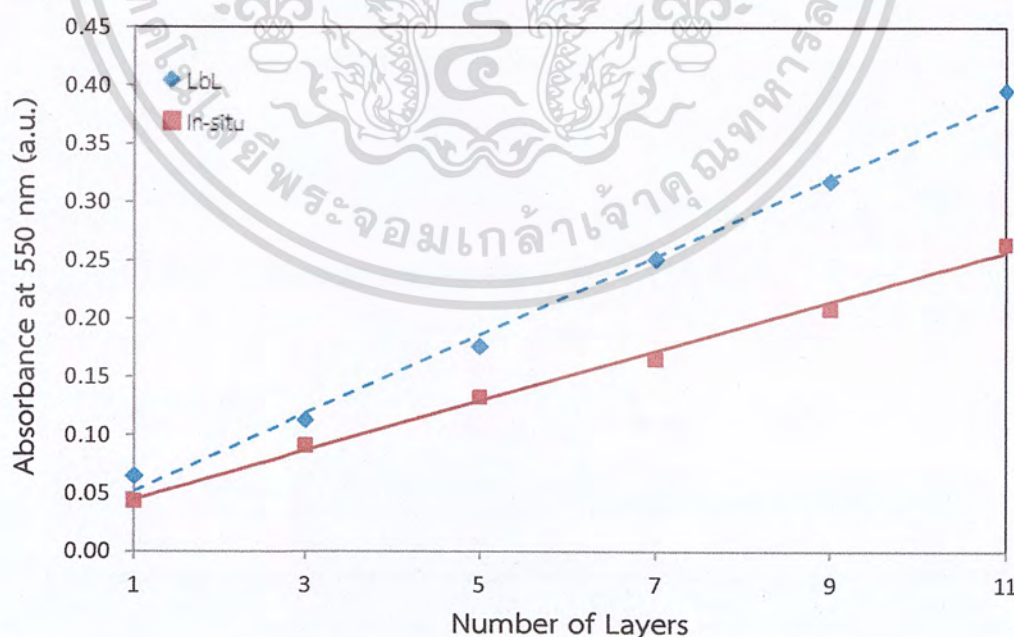
รูปที่ 4.14 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.14 วิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบวิธีดีวีซีกราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมีที่มีความหนาของชั้นฟิล์มเท่ากับ 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้น ซึ่งกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนชั้นกับค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ทำให้ทราบว่า เมื่อจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางเพิ่มขึ้น ปริมาณของสารละลายกราฟีนออกไซด์ (GO) ที่เกาะอยู่บนแผ่นกระจกจะเพิ่มขึ้น อาจส่งผลให้แผ่นฟิล์มบางมีความหนามากขึ้น โดยสังเกตได้จากสีของแผ่นกระจกที่เข้มขึ้นหลังจากนำไปรีดิวซ์บนแผ่นกระจกแล้ว จึงทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นตามไปด้วย และเมื่อจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าของแผ่นฟิล์มบางเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากลักษณะของชั้นฟิล์มที่มีลักษณะเป็นระนาบและจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบางที่เพิ่มขึ้นส่งผลต่อการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนไปยังผิวหน้าของฟิล์มได้ง่าย โดยผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของฐานะพงค์ และคณะ [49] ในโครงการพิเศษฉบับนี้ใช้ชั้นของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ จำนวน 9 ชั้น เนื่องจากสะดวก และรวดเร็วในการสร้างแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC

#### 4.3.4 ผลการเปรียบเทียบการศึกษาแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น และแบบวิธีดีวีซีกราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี

วิเคราะห์โดยนำแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น และแบบวิธีดีวีซีกราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี (In-situ) มาวัดค่าการดูดกลืนแสง ซึ่งผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.15



รูปที่ 4.15 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น (LbL) และแบบวิธีดีวีซีกราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก (In-situ) ไม่วารณใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.15 วิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น และแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก ที่มีความหนาของชั้นฟิล์มเท่ากับ 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ชั้น ซึ่งกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนชั้นกับค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ทำให้ทราบว่า ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้นสูงกว่าแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจก เนื่องจากการสร้างแผ่นฟิล์มแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี จะเตรียมแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC ก่อนแล้วจึงนำไปทำการรีดิวซ์ ซึ่งสารละลายกราฟีนออกไซด์จะมีประจุลบอยู่มาก ทำให้เกิดแรงผลึก (Repulsive Force) ระหว่างกันของสารละลายที่ผิวหน้าของแผ่นฟิล์มบาง สารละลายกราฟีนออกไซด์จึงเกาะบนแผ่นกระจกได้น้อยลง ส่งผลให้ค่าการดูดกลืนแสงของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้นสูงกว่า แสดงพื้นผิวของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ได้ดังรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 แสดงรูปพื้นผิวแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC (a) สร้างแบบชั้นต่อชั้น และ (b) สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี

จากรูปที่ 4.16 แสดงภาพถ่ายพื้นผิวของแผ่นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น และสร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมีที่มีความหนาของชั้นฟิล์มเท่ากับ 9 ชั้น พบว่าพื้นผิวของแผ่นฟิล์มที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี มีลักษณะที่เรียกว่า เนื่องจากในขั้นตอนการสร้างแผ่นฟิล์ม สารละลายกราฟีนออกไซด์ มีความเป็นเนื้อเดียวกันทำให้แผ่นฟิล์มบางแต่ละชั้นไม่หลุดออก เมื่อทำการล้างด้วยน้ำกลั่น แต่กับแผ่นฟิล์มที่ชุบด้วยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์โดยตรง จะพบว่าพื้นผิวของฟิล์มไม่เรียบเนียน เนื่องจากสารแขวนลอยรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์จะเป็นเนื้อเดียวกันถ้าอยู่ในสภาวะเบส ซึ่งในขณะที่ทำการชุบแอมโมเนียที่มีอยู่จะค่อยๆระเหยออก ทำให้รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เริ่มเกาะตัวกันเป็นแผ่น ทำให้เมื่อมาเกาะบนพื้นผิวกระจกที่มีประจุบวก จะมีบางส่วนที่มากเกินไป และหลุดออกไปด้วยกัน หลังจากล้างฟิล์มส่วนเกินออกด้วยน้ำกลั่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

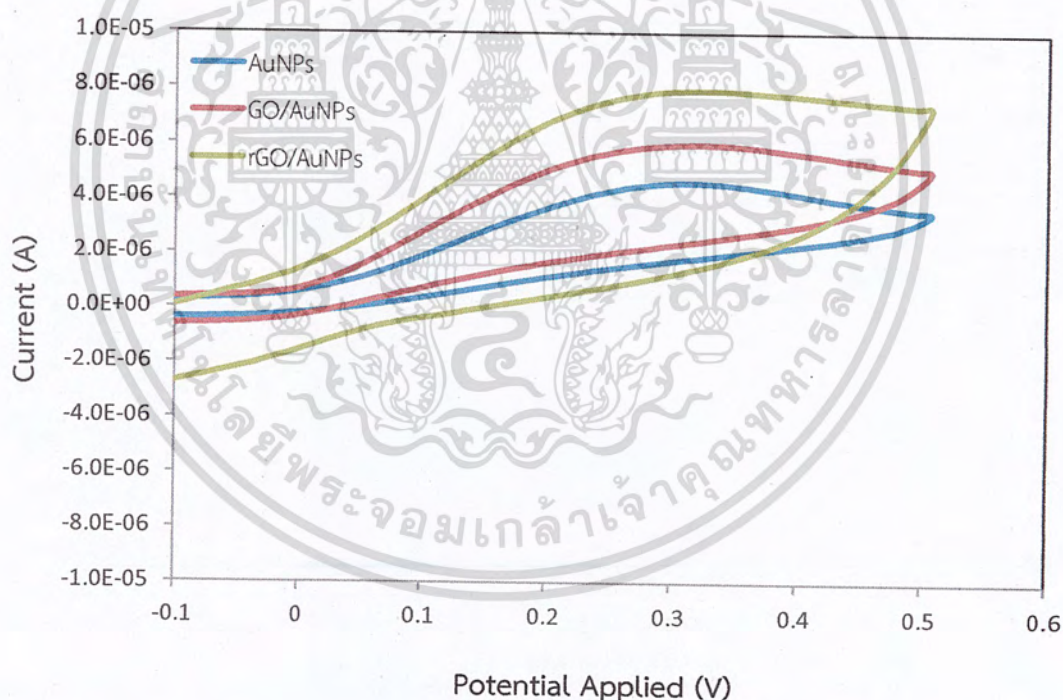
#### 4.4 การศึกษาการวิเคราะห์หาคาร์บอนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

##### 4.4.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์คาร์บอนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

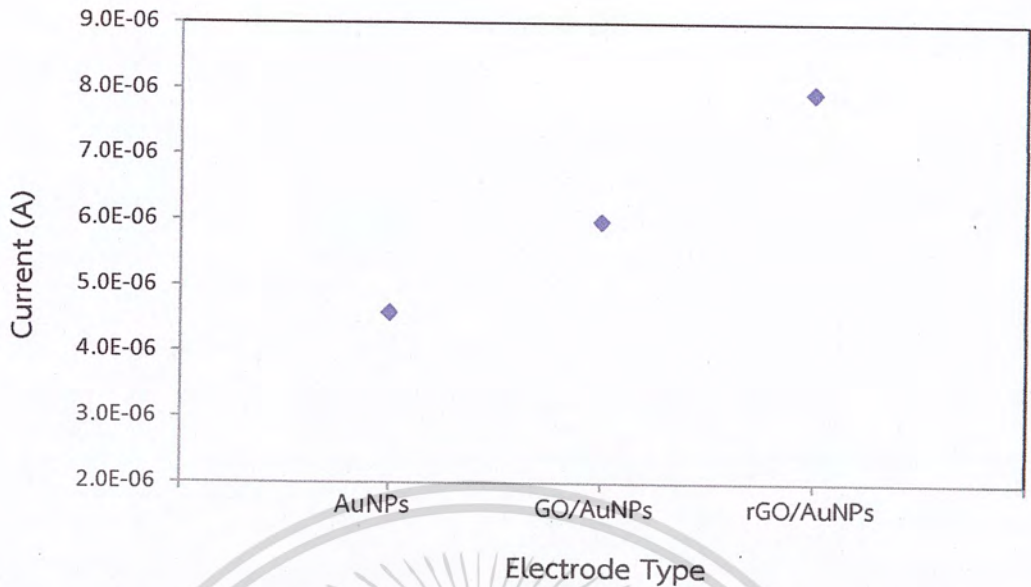
ผลการศึกษานิตของขั้วไฟฟ้า (Electrode) และการศึกษาอัตราการสแกน (Scan Rate) ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์คาร์บอนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

##### ก. ผลการศึกษานิตของขั้วไฟฟ้า (Electrode) ที่เหมาะสม

การวิเคราะห์ชนิดของขั้วไฟฟ้าสำหรับตรวจวัดคาร์บอนที่มีความเข้มข้น 200 ไมโครโมลาร์ โดยใช้ขั้วไฟฟ้า AuNPs, GO/AuNPs ที่สร้างแบบชั้นต่อชั้น และ rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนพิมพ์สกรีนด้วยวิธีดักจับทางเคมี เป็นขั้วใช้งาน (Working Electrode) ขั้วซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ เป็นขั้วอ้างอิง (Reference Electrode) และใช้ขั้วแพลตินัมเป็นขั้วช่วย (Counter Electrode) โดยใช้ไซคลิกโวลแทมเมตรี ที่ให้ศักย์ไฟฟ้า -0.1 ถึง 0.5 โวลต์ ด้วยอัตราการสแกน (Scan Rate) 50 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ซึ่งแสดงผลที่ได้ดังรูปที่ 4.17 และ 4.18

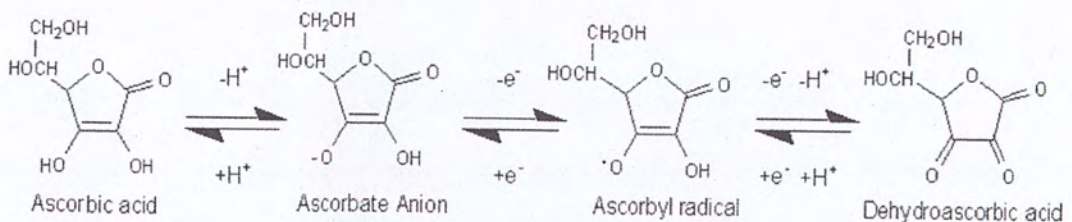


รูปที่ 4.17 แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดคาร์บอนที่มีความเข้มข้น 200 ไมโครโมลาร์ โดยใช้ขั้วไฟฟ้า AuNPs, GO/AuNPs และ rGO/AuNPs



รูปที่ 4.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสกับชนิดของขั้วไฟฟ้าของตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้น 200 ไมโครโมลาร์

จากรูปที่ 4.18 แสดงการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก ที่มีความเข้มข้น 200 ไมโครโมลาร์ โดยขั้วไฟฟ้า rGO/AuNPs จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) และให้ค่ากระแสที่สูงกว่าขั้วไฟฟ้า GO/AuNPs และ AuNPs โดยพบว่ารีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ มีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงกว่ากราฟีนออกไซด์ เนื่องจากหมู่คาร์บอนิลและไฮดรอกซิลที่อยู่ในโครงสร้างเป็นหมู่ที่มีค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตี (Electronegativity) สูง ส่งผลให้ดึงดูดอิเล็กตรอนมาไว้ที่ตัวเอง ดังนั้นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่มีหมู่ฟังก์ชันดังกล่าวน้อยกว่า จึงเกิดการกักอิเล็กตรอนไว้ที่ตัวน้อย อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่มายังบริเวณหน้าขั้วได้ดี และให้ค่ากระแสที่สูงกว่าขั้วไฟฟ้าอีก 2 ชนิด โดยผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Stuart B. และคณะ [50] ซึ่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของกรดแอสคอร์บิกที่เกิดขึ้นบริเวณหน้าขั้วคือ กรดแอสคอร์บิกจะถูกออกซิไดซ์ จึงเกิดการสลายพันธะระหว่างออกซิเจนกับไฮโดรเจน ทำให้ไฮโดรเจนหลุดออก จากนั้นจะเกิดการหลุดออกของอิเล็กตรอน ทำให้อยู่ในรูปของแอสคอร์บิลเรดิคัล หลังจากนั้นจึงเกิดการสร้างพันธะคู่ระหว่างคาร์บอนและออกซิเจนขึ้นใหม่เป็นกรดดีไฮโดรแอสคอร์บิก ดังแสดงในรูปที่ 4.19

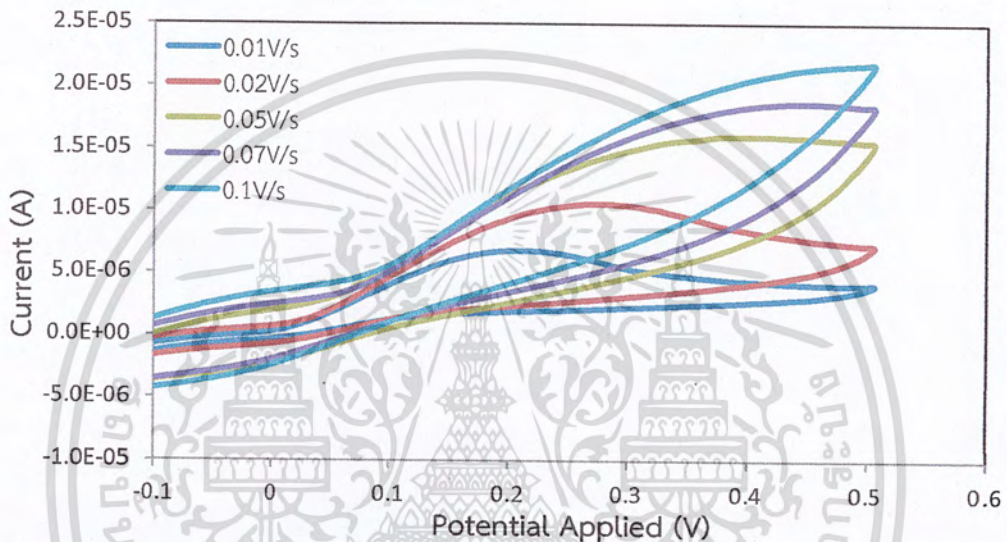


รูปที่ 4.19 แสดงการเกิดปฏิกิริยาที่หน้าขั้วไฟฟ้า [51]

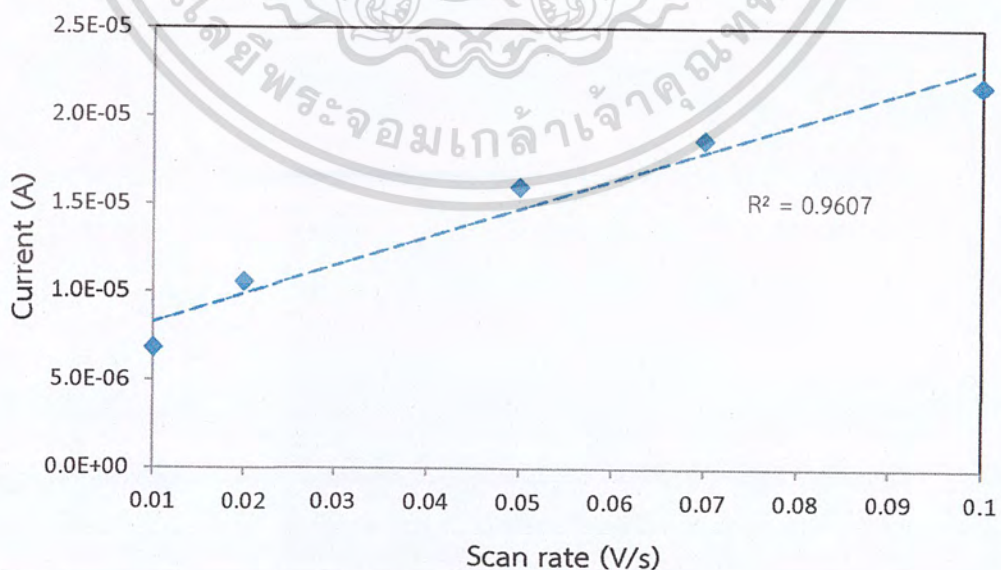
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ข. ผลการศึกษาอัตราการสแกน (Scan Rate) ที่เหมาะสม

การวิเคราะห์อัตราการสแกนที่เหมาะสมสำหรับตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้น 500 ไมโครโมลาร์ ซึ่งใช้ขั้วไฟฟ้า rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนพิมพ์สกรีนด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี เป็นขั้วใช้งาน (Working Electrode) ขั้วซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ เป็นขั้วอ้างอิง (Reference Electrode) และใช้ขั้วแพลตินัมเป็นขั้วช่วย (Counter Electrode) โดยใช้ไซคลิกโวลแทมเมทรี ที่ให้ศักย์ไฟฟ้า -0.1 ถึง 0.5 โวลต์ ด้วยอัตราสแกน 10, 20, 50, 70 และ 100 มิลลิโวลต์ ต่อวินาทีตามลำดับ ซึ่งแสดงผลที่ได้ดังรูปที่ 4.20 และ 4.21



รูปที่ 4.20 แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้น 500 ไมโครโมลาร์ที่อัตราการสแกนต่างๆ



รูปที่ 4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสออกซิเดชัน (Oxidation) กับอัตราการสแกนต่างๆของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 500 ไมโครโมลาร์

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแบบลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงชื่อเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.21 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มอัตราการสแกน (Scan Rate) การขนส่งมวลไปยังหน้าขั้วไฟฟ้าใช้งานจะมากขึ้น ทำให้กระแสเนื่องจากการแพร่ (Diffusion Current) ที่ตรวจวัดได้สูงขึ้นตามไปด้วย ซึ่งตรงตามสมการ

$$I_p = (2.69 \times 10^5) n^{3/2} A D^{1/2} C v^{1/2}$$

โดยที่  $I_p$  คือ กระแสไฟฟ้าที่จุดสูงสุด

$n$  คือ จำนวนอิเล็กตรอนในปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือรีดักชัน

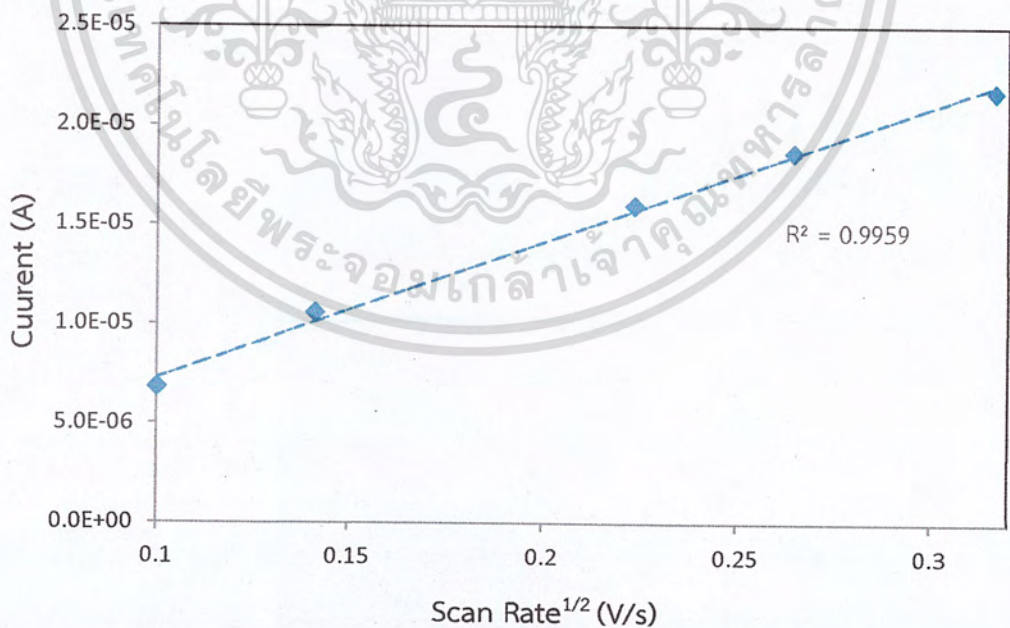
$A$  คือ พื้นที่หน้าตัดของขั้วไฟฟ้าทำงาน

$D$  คือ ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (Diffusion Coefficient)

$C$  คือ ความเข้มข้นที่ต้องการวิเคราะห์

$v$  คือ อัตราการสแกน

จะพบว่ากระแสสูงสุด ( $I_p$ ) แปรผันตรงกับอัตราการสแกน ( $v$ ) [31] โครงการพิเศษฉบับนี้จึงเลือกใช้อัตราการสแกนที่ 50 มิลลิโวลต์ต่อวินาที เนื่องจากเมื่อเพิ่มอัตราการสแกนมากกว่า 50 มิลลิโวลต์ต่อวินาที กระแสเนื่องจากการแพร่ ที่ตรวจวัดได้จะเกิดการสั่น ทำให้พีคที่ได้ไม่สวยงาม และการเพิ่มอัตราการสแกนจะทำให้เกิดการเลื่อนของค่าศักย์ไฟฟ้าของกรดแอสคอร์บิกที่จุดสูงสุด ซึ่งอาจส่งผลต่อการวิเคราะห์ที่ได้



รูปที่ 4.22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสออกซิเดชัน กับ Scan Rate<sup>1/2</sup> ต่างๆ ของการ

ตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้น 500 ไมโครโมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

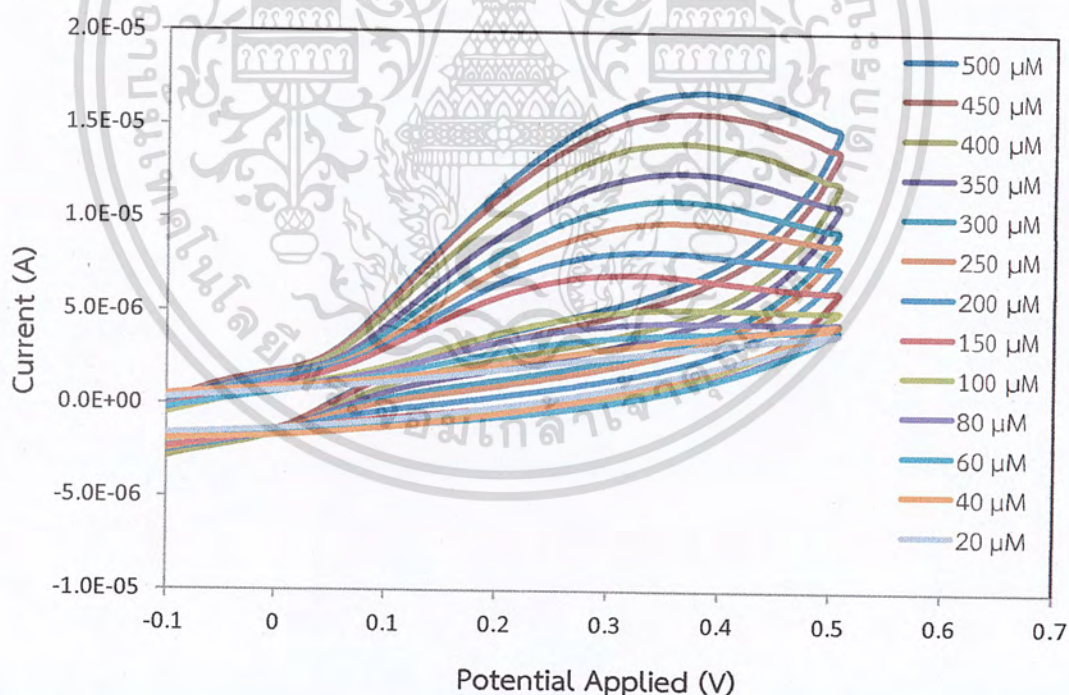
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสออกซิเดชันกับ Scan Rate<sup>1/2</sup> ต่างๆ ของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้น 500 ไมโครโมลาร์ เมื่อนำค่า  $i_p$  มาเขียนพลอตกับค่า Scan Rate<sup>1/2</sup> ซึ่งถ้าได้กราฟที่เป็นเส้นตรงแสดงว่ากระบวนการนี้เป็นแบบ Diffusion current คือ กระแสที่ได้จากปฏิกิริยาที่เกิดจากการแพร่ โดยผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ ฌนศาสตร์ [31]

## 4.5 ผลจากการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี

### 4.5.1 ผลจากการสร้างกราฟมาตรฐานของกรดแอสคอร์บิก

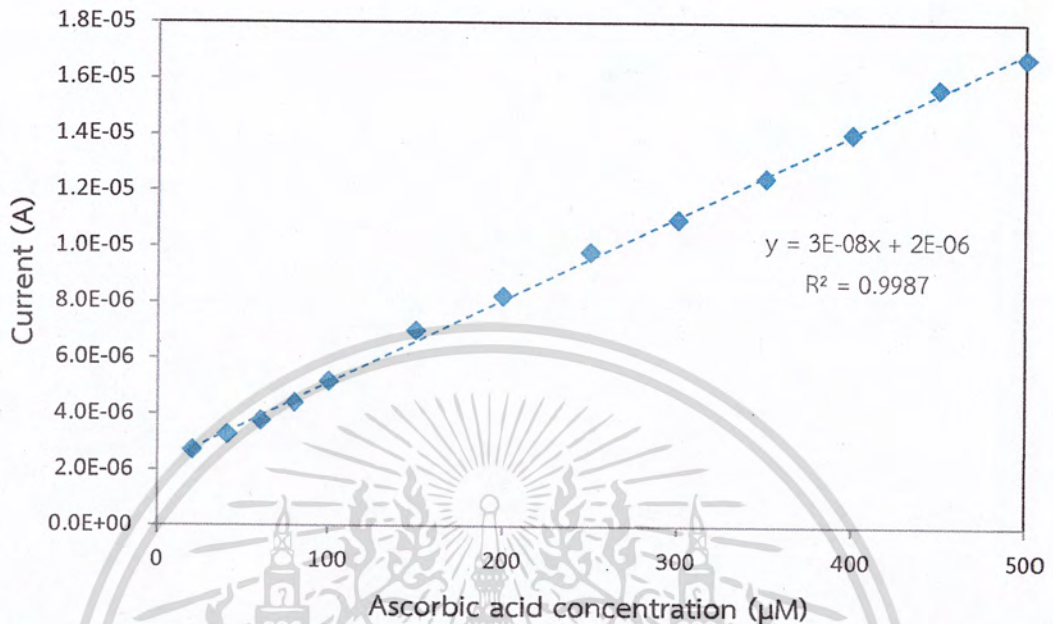
การวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิกที่มีความเข้มข้น 20, 40, 60, 80, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450 และ 500 ไมโครโมลาร์ ซึ่งใช้ขั้วไฟฟ้า rGO/AuNPs ที่สร้างแบบรีดิคัลกราฟีน ออกไซด์บนพิมพ์สกรีนด้วยวิธีดักชั้นทางเคมี เป็นขั้วใช้งาน (Working Electrode) ขั้วซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ เป็นขั้วอ้างอิง (Reference Electrode) และใช้ขั้วแพลตินัมเป็นขั้วช่วย (Counter Electrode) โดยใช้ไซคลิกโวลแทมเมทรี ที่ให้ศักย์ไฟฟ้า -0.1 ถึง 0.5 โวลต์ ด้วยอัตราสแกน มิลลิโวลต์ต่อวินาทีตามลำดับ ซึ่งแสดงผลที่ได้ดังรูปที่ 4.23 และ 4.24



รูปที่ 4.23 แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิกที่มีความเข้มข้นต่างๆ

จากรูปที่ 4.23 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) ที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่าเมื่อความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิกเพิ่มขึ้น ค่ากระแสที่ตรวจวัดได้ก็จะไม่ต่างกันใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เพิ่มขึ้นตามความเข้มข้น แสดงว่าความเข้มข้น (C) ของกรดแอสคอร์บิกแปรผันตรงกับค่ากระแสที่ตรวจวัดได้ ( $I_p$ )



รูปที่ 4.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสออกซิเดชันกับกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆ

จากรูปที่ 4.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสออกซิเดชัน (Oxidation) กับกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆ แสดงให้เห็นถึงความเป็นเส้นตรง ( $R^2 = 0.9987$ ) ของกราฟมาตรฐานในช่วงความเข้มข้น 20-500 ไมโครโมลาร์

#### 4.5.2 ผลของการศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) และขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ)

การวิเคราะห์ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) เนื่องจาก Blank ไม่มีสัญญาณ จึงนำค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากกราฟมาตรฐานมาคำนวณหาค่า  $S_b$  แล้วนำมาคำนวณโดยใช้สูตร  $LOD = 3S_b / \text{Slope of Calibration}$  และการวิเคราะห์ขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ) จะนำค่า  $S_b$  ที่หาได้จากตอนคำนวณหา LOD มาแทนค่าลงในสูตร  $LOQ = 10 S_b / \text{Slope of Calibration}$  ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### ตารางที่ 4.2 แสดงค่า LOD และ LOQ

ตัวแปร	ค่าที่คำนวณได้ ( $\mu\text{M}$ )
ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD)	22.1
ขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ)	73.6

จากตารางที่ 4.2 ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) ในงานวิจัยนี้เท่ากับ 22.1 ไมโครโมลาร์ และค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ) มีค่าเท่ากับ 73.6 ไมโครโมลาร์

#### 4.5.3 การศึกษาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD)

การวิเคราะห์ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) โดยมีการนำตัวอย่างกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้นต่างๆ มาทำการวิเคราะห์โดยวิเคราะห์แต่ละความเข้มข้นเป็นจำนวน 3 ซ้ำ แล้วนำมาคำนวณโดยใช้สูตร

$$\% \text{RSD} = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$

#### ตารางที่ 4.3 แสดงส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD)

ความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิก ( $\mu\text{M}$ )	ค่าที่คำนวณได้ (%)
250	1.1673
350	2.0783
500	1.7405

จากตารางที่ 4.3 ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) ในการวิเคราะห์ตัวอย่างจะเป็นการศึกษาความเที่ยง (Precision) ของการวิเคราะห์ เมื่อค่า % RSD ที่ได้มีค่าน้อยกว่า 5 เปอร์เซ็นต์ จะถือว่าวิธีการตรวจวัดนี้มีความเที่ยงสูง

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ (Graphene Oxide) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (Reduced Graphene Oxide) และทำการสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตโดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique) สร้างชั้นฟิล์มบางของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ลงบนขั้วไฟฟ้า เพื่อนำไปใช้ในการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) ในอาหารเสริมประเภทวิตามินซี โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry)

โดยเริ่มจากการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ด้วยวิธีปรับปรุงของฮัมเมอร์ หลังจากนั้นนำสารละลายกราฟีนออกไซด์ที่ได้ไปรีดิวซ์ด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี และนำสารทั้ง 2 ชนิด ไปพิสูจน์ลักษณะเฉพาะด้วยการวิเคราะห์ TEM พบว่าทั้งกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มบาง การวิเคราะห์ด้วย UV-visible Spectrophotometer พบว่า กราฟีนออกไซด์มีค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 230 นาโนเมตร เป็นการเปลี่ยนสถานะจาก  $\pi-\pi^*$  และที่ความยาวคลื่น 300 นาโนเมตร ซึ่งเป็นการเปลี่ยนสถานะจาก  $n-\pi^*$  แต่รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ พบค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 270 นาโนเมตร ซึ่งเป็นการเปลี่ยนสถานะจาก  $\pi-\pi^*$  เท่านั้น เนื่องจากรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มีหมู่ออกไซด์น้อยกว่า การวิเคราะห์ด้วย FT-IR พบว่า กราฟีนออกไซด์มีพีค OH Stretching, C=O Stretching และ C-O-H Stretching เมื่อทำการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ด้วยสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตจะทำให้หมู่คาร์บอนิลและไฮดรอกซิลหลุดออก จึงพบพีคของหมู่ฟังก์ชันดังกล่าวที่มีพื้นที่พีคลดลง

มีการศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมในการชุบกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงที่เวลาต่างๆ โดยเมื่อระยะเวลาเพิ่มขึ้น ค่าการดูดกลืนแสงก็จะเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งเวลาที่เหมาะสมสำหรับการชุบกราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ คือ 15 นาที เนื่องจากเมื่อเวลาในการชุบมากกว่า 15 นาที ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้มีการเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เป็นผลมาจากมีปริมาณรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มาเกาะน้อยลง และมีการศึกษาจำนวนชั้นของแผ่นฟิล์มบาง GO-PDADMAC และ rGO-PDADMAC ที่จำนวนชั้น 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 ด้วยการวัดค่าการดูดกลืนแสง พบว่าเมื่อจำนวนชั้นเพิ่มขึ้น ค่าการดูดกลืนแสงมีค่าเพิ่มขึ้นตามไปด้วย และยิ่งจำนวนชั้นเพิ่มขึ้น ค่าการนำไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้นตามจำนวนชั้นฟิล์ม แต่เพื่อความสะดวกในการสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิต จึงเลือกให้มีการชุบแผ่นฟิล์มบางเพียงแค่ 9 ชั้น

ในขั้นตอนสุดท้ายเป็นการสร้างขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิต โดยใช้ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนซึ่งขั้วไฟฟ้าทำงานทำมาจากอนุภาคนาโนของทองเคลือบด้วยชั้นฟิล์มรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์จำนวน 9 ชั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับครูโรงเรียนเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่ขึ้นต้นการค้า และนำไปวิเคราะห์กรดแอสคอร์บิกในอาหารเสริมประเภทวิตามินซีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ใช้ศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.1 ถึง 0.5 โวลต์ ด้วยอัตราสแกนเท่ากับ 50 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ซึ่งได้กราฟมาตรฐาน ( $R^2=0.9987$ ) ในช่วง 20-500 ไมโครโมลาร์ ซีดจำกัดต่ำสุดที่ตรวจพบมีค่าเท่ากับ 22.1 ไมโครโมลาร์ ซีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์มีค่าเท่ากับ 73.6 ไมโครโมลาร์ และได้ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) น้อยกว่า 5% ทำให้สามารถสรุปได้ว่าขั้วไฟฟ้าคอมพอสิตที่สร้างขึ้นสามารถนำมาวิเคราะห์หากรดแอสคอร์บิกในอาหารเสริมประเภทวิตามินซีได้จริง

## 5.2 ปัญหาและข้อเสนอแนะ

ในการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ (Graphene Oxide) รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (Reduced Graphene Oxide) และทำการสร้างขั้วไฟฟ้าคอมพอสิตโดยใช้เทคนิคขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น (Layer-by-Layer Technique) เพื่อนำไปใช้ในการตรวจวัดกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic Acid) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry) พบปัญหาและเทคนิคบางประการ ที่สามารถนำไปปรับปรุงการทดลอง เพื่อให้ผลลัพธ์ออกมาดีที่สุด โดยปัญหาและข้อเสนอแนะมีดังนี้

1. สารละลาย PDADMAC ที่จะนำมาใช้ในการสร้างแผ่นฟิล์มบาง ควรเติมสารละลาย NaCl ความเข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์ผสมก่อน เพื่อให้สายโซ่พอลิเมอร์เกิดการคลายตัว ทำให้กราฟีนออกไซด์และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เกาะตัวได้ดียิ่งขึ้น
2. ในการสร้างแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น ต้องมีการล้างด้วยน้ำกลั่นทุกครั้ง เพื่อกำจัดสารที่เป็นส่วนเกินออก
3. ควรศึกษาวิธีการสร้างชั้นฟิล์มบาง rGO-PDADMAC ที่สร้างแบบรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์บนแผ่นกระจกด้วยวิธีติดชั้นทางเคมีโดยทำการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ทีละชั้น
4. ควรนำขั้วไฟฟ้านาโนคอมพอสิตที่สร้างขึ้นไปประยุกต์ใช้ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับตรวจวัดสารชนิดอื่น เช่น โดพามีน กรดยูริก เป็นต้น

## เอกสารอ้างอิง

- [1] ผศ.ดร. พิมพ์เพ็ญ พรเฉลิมพงศ์., ศ.ดร. นิธิยา รัตนาปนนท์. 2019. วิตามินซีหรือกรดแอสคอร์บิก. [Online]. Available : <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/1723>
- [2] Bangkok Hospital. 2019. รู้จักชนิดวิตามินซีและการทานที่ถูกต้อง. [Online]. Available : <https://www.bangkokhospital.com/th/disease-treatment/know-vitamin-c-deeply>
- [3] วิกิพีเดีย. 2019. วิตามินซี. [Online]. Available : <https://th.wikipedia.org/wiki/วิตามินซี>
- [4] Pub Chem. 2019. Ascorbic acid. [Online]. Available : [https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/ascorbic\\_acid](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/ascorbic_acid)
- [5] Mohammed C., Akib A., Ridwanul H., Anis R., Saied S. and Hafez H.K. 2016. Determination of amount of Vitamin C (Ascorbic Acid) from supplied commercial tablets by using Iodometric titration. [Online]. Available : <https://www.researchgate.net/publication/297438049>
- [6] Isam E. , Mohamed G., Elnoor N. and Omer A. 2017. "Comparison of Two Methods for The Determination of Vitamin C (Ascorbic Acid) in Some Fruits." *American Journal of Chemistry*. 2(1) : 1-7.
- [7] Yusuf D. and Gürel N. 2005. "Fluorimetric Determination of Ascorbic Acid in Vitamin C Tablets Using Methylene Blue." *Chem. Pharm. Bull.* 53(10) : 1251-1254.
- [8] Xingnan L. and Adrian F. 2009 "Fast HPLC–ECD analysis of ascorbic acid, dehydroascorbic acid and uric acid." *Journal of Chromatography B*. 877(2009) : 853-856.
- [9] ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มอ. 2007. HPLC-ECD กับ HPLC-UV ต่างกันอย่างไร. [Online]. Available : [http://www.sec.psu.ac.th/web-board/?pid=view\\_replies&thread\\_id=725&forum\\_id=2](http://www.sec.psu.ac.th/web-board/?pid=view_replies&thread_id=725&forum_id=2)
- [10] วิกิพีเดีย. 2019. ทองคำ. [Online]. Available : <https://th.wikipedia.org/wiki/ทองคำ>
- [11] สถาบันพัฒนานวัตกรรมและพัฒนาระบบการเรียนรู้ มหาวิทยาลัยมหิดล. 2019. ทำความรู้จักกับนาโนเทคโนโลยี. [Online]. Available : <https://il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit2-5.html>
- [12] John T. 1985. Colloidal Gold. Part I. [Online]. Available : <https://link.springer.com/article/10.1007/BF03214690>
- [13] Frens G. 1973. Controlled Nucleation for the Regulation of the Particle Size in Monodisperse Gold Suspensions. [Online]. Available : <https://www.nature.com/articles/physci241020a0>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [14] Dhiraj K., Brian M., Isha M., Raechelle D. and Dorain D. 2019. **CONTROLLING THE SIZE AND SIZE DISTRIBUTION OF GOLD NANOPARTICLES: A DESIGN OF EXPERIMENT STUDY.** [Online]. Available: <https://www.researchgate.net/publication/233758383>
- [15] Jayakumar C., Maria M., Kaviyarasu K., Anbu K., Boniface J. and Maaza M. 2018. **Direct Electrodeposition of Gold Nanoparticles on Glassy Carbon Electrode for Selective Determination Catechol in the Presence of Hydroquinone.** [Online]. Available : <https://www.ingentaconnect.com/content/asp/jnn/2018/00000018/00000007/art00013>
- [16] Julie J., Terianna W. and Jing Z. 2017. **Seed-Mediated Synthesis of Gold Nanoparticles of Controlled Sizes To Demonstrate the Impact of Size on Optical Properties.** [Online]. Available : <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/acs.jchemed.6b00941>
- [17] Sabine S. and Rabah B. 2014. **Electrochemistry of graphene: The current state of the art.** [Online]. Available : <https://www.researchgate.net/publication/286138679>
- [18] Luedtke. 2019. **Applications of Graphene oxide and Reduced-graphene oxide.** [Online]. Available : <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/technology-spotlights/graphene-oxide.html>
- [19] Cherukutty M. and Ramasamy R. 2013. **Synthesis and Characterization of Reduced Graphene Oxide.** [Online]. Available : <https://www.scientific.net/AMR.678.56>
- [20] William H., Paul J., Muhammad M. and Pagona P. 2014. **Production of reduced grapheme oxide via hydrothermal reduction in an aqueous sulfuric acid suspension and its electrical behavior.** [Online]. Available: <https://www.researchgate.net/publication/263785225>
- [21] Diego R., Rafael D., Rafael C., Laiz N., Murilo S., Edson N., Eduardo R. and Rodrigo M. 2018. **“Chemically versus electrochemically reduced graphene oxide: Improved amperometric and voltammetric sensors of phenolic compounds on higher roughness surfaces”.** *Sensors and Actuators B.* 254(1) : 701-708.
- [22] Methrohm. 2019. **Screen-printed electrodes.** [Online]. Available : [http://www.dropsens.com/en/screen\\_printed\\_electrodes\\_pag.html](http://www.dropsens.com/en/screen_printed_electrodes_pag.html)
- [23] Jaymin J., Valentina U., Khyati R. and Baljibhai G. 2018. **“Development of silver/ carbon screen-printed electrode for rapid determination of vitamin C from fruit juices”.** *LWT - Food Science and Technology.* 88(2018) : 152-158.
- [24] Ralph L. 1966. **“Multilayers of colloidal particles”.** *J. Colloid Interface Sci.* 21(6) : 569-594.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ขออนุญาต

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [25] Gero D. 1997. "Fuzzy nanoassemblies: Toward layered polymeric multicomposites". *Science*. 277(5330) : 1232-1237.
- [26] Piergiorgio G., Irene C., Tiziana N. and Valeria C. 2015. **Layer-by-layer assembly for biomedical applications in the last decade**. [Online]. Available : <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0957-4484/26/42/422001>
- [27] Sigmaaldrich. 2019. **Anionic Polyelectrolytes**. [Online]. Available : <https://www.sigmaaldrich.com/materials-science/material-science-products.html?TablePage=9542892>
- [28] Sigmaaldrich. 2019. **Cationic Polyelectrolytes**. [Online]. Available : <https://www.sigmaaldrich.com/materials-science/material-science-products.html?TablePage=9542940>
- [29] Milkmiwako. 2019. **วิชาเคมี เรื่อง เซลล์ไฟฟ้าเคมี**. [Online]. Available : <https://milkmiwako.wordpress.com/2015/06/15/วิชาเคมี-เรื่อง-ไฟฟ้าเคมี>
- [30] สุวรรณ ไชยสิทธิ์. 2019. **ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง**. [Online]. Available : [http://doi.nrct.go.th/ListDoi/Download/260833/99df429f973101947eb60cfad5ac9459?Resolve\\_DOI=10.14457/KMITL.res.2013.111](http://doi.nrct.go.th/ListDoi/Download/260833/99df429f973101947eb60cfad5ac9459?Resolve_DOI=10.14457/KMITL.res.2013.111)
- [31] ดร.จันาศาสตร์ สุขศรีเมือง. 2548. "การวิเคราะห์สมบัติเคมีทางไฟฟ้าโดยวิธีไซคลิกโวลแทมเมตรี". *Materials Characterization*. 2548(3) : 76-79.
- [32] Nanotec. 2019. **UV-visible spectroscopy**. [Online]. Available : [https://www2.nanotec.or.th/th/?page\\_id=575](https://www2.nanotec.or.th/th/?page_id=575)
- [33] Department of Environmental Engineering. 2019. **Fourier Transform Infrared Spectrophotometer**. [Online]. Available : <http://www.env.eng.chula.ac.th/?q=content/fourier-transform-infrared-spectrometer>
- [34] Microscopes. 2019. **กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน(Transmission Electron Microscope, TEM)**. [Online]. Available : <http://www.microscopes.in.th/422>
- [35] Leila S. and Anjali A. 2014. "Graphene Oxide Synthesized by using Modified Hummers Approach". *International Journal of Renewable Energy and Environmental Engineering*. 2(1) : 58-63.
- [36] Seyyedeh S., Mansoor F. and Iraj K. 2017: "Effects of initial graphite particle size and shape on oxidation time in graphene oxide prepared by Hummers' method". *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*. 2(2017) : 470-475.
- [37] Milan J., Sanjit S., Pranab S., Naresh M., Namhoon K., Tapas K. and Joonghee L. 2017. "A successive ionic layer adsorption and reaction (SILAR) method to fabricate a layer-by-layer (LbL) MnO<sub>2</sub>-reduced graphene oxide assembly for supercapacitor application". *Journal of Power Sources*. 340(2017) : 380-392.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [38] Koh N., Wee T., Zulkarnain Z., Ruzniza Z. and Mohammed Z. 2013. "Voltammetry Detection of Ascorbic Acid at Glassy Carbon Electrode Modified by Single-Walled Carbon Nanotube/Zinc Oxide". *International Journal of Electrochemical Science*. 8(2013) : 10557-10567.
- [39] Varsha S., Anandhakumar S., Ashutosh T. and Ashok S. 2017. "Graphene nanoplatelets-silver nanorods-polymer based in-situ hybrid electrode for electroanalysis of dopamine and ascorbic acid in biological samples". *Applied Surface Science*. 11(449) : 558-566.
- [40] Eda M., Ahmet H., Tahir A., Kristina Ž., Anchalee S. and Kurt K. 2016. "Determination of Ascorbic Acid Based on Heterogeneous Carbon Sensors Modified with Carbon Nanotubes and Gold Nanoparticles". 7(1) : 140-151.
- [41] Asunción A., Olga D., Abraham S. and Julia A. 2017. "Determination of ascorbic acid in serum samples by screen-printed carbon electrodes modified gold nanoparticles". *Talanta*. 174(2017) : 733-737.
- [42] Prosper K., Sean R. and James D. 2016. "A Voltammetric Sensor Based on Chemically Reduced Graphene Oxide-Modified Screen-Printed Carbon Electrode for the Simultaneous Analysis of Uric Acid Ascorbic Acid and Dopamine". *Chemosensors*. 4(25) : 1-12.
- [43] Tahereh R. and Mohammad A. 2018. "Novel functionalized multiwalled carbon nanotube-glassy carbon electrode for simultaneous determination of ascorbic acid and uric acid". *Arabian Journal of Chemistry*. 11(2018) : 214-220.
- [44] จุฑาลักษณ์ ภาระพฤติ, จุณีรัตน์ บุญมาก และพรนรินทร์ อินทะพิมพ์. 2559. "การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์เคลือบบนพอลิยูรีเทนสำหรับแยกน้ำ-น้ำมันอย่างมีประสิทธิภาพ". วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [45] Ashok D., Manish S., Rama L., Elias U., Daeseung J., Namhoon K. and Joonghee L. 2014. "Iodide-mediated room temperature reduction of graphene oxide: a rapid chemical route for the synthesis of a bifunctional electrocatalyst". *J. Mater. Chem. A*. 2014(2) : 1332-1340.
- [46] Nikhil M., Ashwin R., Rodney R. and Vivek S. 2010. "Hydrogen Bond Networks in Graphene Oxide Composite Paper: Structure and Mechanical Properties". *American Chemical Society*. 4(4) : 2300-2306.

- [47] Jacek Wychowaniec. 2019. Structures of graphene, graphene oxide, and reduced graphene oxide. [Online]. Available : [https://www.researchgate.net/figure/Structures-of-graphene-G-graphene-oxide-GO-and-reduced-graphene-oxide-rGO\\_fig1\\_328982333](https://www.researchgate.net/figure/Structures-of-graphene-G-graphene-oxide-GO-and-reduced-graphene-oxide-rGO_fig1_328982333)
- [48] Leifei Q., Haiyan Z., Wenguang W., Yiming C. and Rong W. 2014. “Effects of hydrazine hydrate treatment on the performance Reduced graphene oxide film as counter electrode in dye-sensitized solar cells”. *Applied Surface Science*. 319(2014) : 339-343.
- [49] ฐานะพงศ์ ตริทศายุทธ, ปวริศร์ ศิริวัฒน์เมธานานนท์ และสิริลักษณ์ รุจิพรสกุล. 2557. “การสร้างฟิล์มบางขนาดนาโนด้วยท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นร่วมกับอนุภาคทองในระดับนาโนและกอลลูต้าไรโอโนโดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบชั้นต่อชั้น เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโดพามีนโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี”. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [50] Stuart B. and Jacob K. 1984. “A STUDY OF THE SURFACE OXIDES ON CARBON CLOTH BY ELECTRICAL CONDUCTIVITY”. *Carbon*. 22(6) : 481-485.
- [51] Annenberg. 2019. Section 5: Analyzing Solutions—Titrations. [Online]. Available : <https://www.learner.org/courses/chemistry/text/text.html?>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

### การเตรียมสารเคมี

#### 1. การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 10% v/v

เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 10% v/v โดยปิเปตสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่เข้มข้น 37% ปริมาณ 2 มิลลิลิตร ใส่ปิกเกอร์ขนาด 25 มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่นปริมาณ 18 มิลลิลิตร

#### 2. การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

##### 2.1 การเตรียมสารละลายกราฟีนออกไซด์

เตรียมสารละลายกราฟีนออกไซด์ที่ความเข้มข้น 5.8 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยปิเปตสารละลายกราฟีนออกไซด์ที่มีความเข้มข้น 10.13 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาณ 14.3139 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

เตรียมสารละลายกราฟีนออกไซด์ที่ความเข้มข้น 0.7851 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยปิเปตสารละลายกราฟีนออกไซด์ที่เข้มข้น 5.8 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาณ 13.5362 มิลลิลิตร ใส่ขวดรูปกรวยขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นปริมาณ 83.9338 มิลลิลิตร

##### 2.2 การเตรียมสารละลายแอมโมเนีย

เตรียมสารละลายแอมโมเนียที่ความเข้มข้น 0.4585 % v/v โดยปิเปตสารละลายแอมโมเนียที่เข้มข้น 30% ปริมาณ 1.5284 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปกรวยในข้อ 2.1

##### 2.3 การเตรียมสารละลายไฮดรอกซีไฮเดรต

เตรียมสารละลายไฮดรอกซีไฮเดรตที่ความเข้มข้น 0.10% v/v โดยปิเปตสารละลายไฮดรอกซีไฮเดรตที่เข้มข้น 60% ปริมาณ 4.167 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

#### 3. การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการปรับพื้นผิวของกระจกให้มีความชอบน้ำ

##### 3.1 การเตรียมสารละลาย PDADMAC ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ผสม NaCl ความเข้มข้น 1 โมลาร์

เตรียมสารละลาย PDADMAC ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ โดยปิเปตสารละลาย PDADMAC ที่เข้มข้น 20% v/v ปริมาณ 7.764 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ชั่ง NaCl จำนวน 58.5 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ที่มีสารละลาย PDADMAC อยู่ และเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

##### 3.2 การเตรียมสารละลาย PSS ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ผสม NaCl ความเข้มข้น 1 โมลาร์

ชั่ง PSS จำนวน 2.06 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร

ซึ่ง NaCl จำนวน 58.5 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ที่มีสารละลาย PSS อยู่ และเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

#### 4. การเตรียมสารละลายไฮดราซีนที่ใช้ในการวิเคราะห์หาความเข้มข้นที่เหมาะสม

เตรียมสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตที่ความเข้มข้น 0.05, 0.08, 0.10 และ 0.13% v/v โดยปิเปตสารละลายไฮดราซีนที่เข้มข้น 10% v/v ปริมาณดังตารางต่อไปนี้ ใส่ขวดรูปกรวยขนาด 25 มิลลิลิตร

ความเข้มข้นของสารละลายไฮดราซีนไฮเดรต, % v/v	ปริมาตรที่ปิเปต, ml
0.05	0.0916
0.08	0.1466
0.10	0.1832
0.13	0.24

#### 5. การเตรียมสารละลาย PDADMAC ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ผสม NaCl ความเข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์

เตรียมสารละลาย PDADMAC ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ โดยปิเปตสารละลาย PDADMAC ที่เข้มข้น 20% v/v ปริมาณ 7.764 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร

ซึ่ง NaCl จำนวน 0.0585 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ที่มีสารละลาย PDADMAC อยู่ และเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

#### 6. การเตรียมสารละลายเพื่อใช้ในการรีดิวซ์กราฟีนบนกระจก

##### 6.1 การเตรียมสารละลายไฮดราซีนความเข้มข้น 0.10% v/v

เตรียมสารละลายไฮดราซีนไฮเดรตที่ความเข้มข้น 0.10% v/v โดยปิเปตสารละลายไฮดราซีนที่เข้มข้น 10% v/v ปริมาณ 1 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่นปริมาณ 97.4716 มิลลิลิตร

##### 6.2 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียความเข้มข้น 0.4585% v/v

เตรียมสารละลายแอมโมเนียที่ความเข้มข้น 0.4585 % v/v โดยปิเปตสารละลายแอมโมเนียที่เข้มข้น 30% ปริมาณ 1.5284 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์เดียวกับข้อ 6.1

#### 7. การเตรียมสารละลาย Stock กรดแอสคอร์บิกเข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์

ซึ่งกรดแอสคอร์บิก จำนวน 44.035 มิลลิกรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

#### 8. การเตรียมสารละลายกรดแอสคอร์บิกความเข้มข้น 20, 40, 60, 80, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450 และ 500 ไมโครโมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เตรียมสารละลายกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น โดยปิเปตสารละลายกรดแอสคอร์บิกที่เข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์ ปริมาณดังตารางต่อไปนี้ ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

ความเข้มข้นของสารละลายกรดแอสคอร์บิก, $\mu\text{M}$	ปริมาตรที่ปิเปต, ml
20	0.50
40	1.00
60	1.50
80	2.00
100	2.50
150	3.75
200	5.00
250	6.25
300	7.50
350	8.75
400	10.00
450	11.25
500	12.50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข

### การคำนวณผลการทดลอง

#### 1. การคำนวณหา LOD

สัญญาณต่ำสุดที่วัดได้  $Y = Y_B + 3S_B$

เมื่อ 3 คือ ค่าระดับความเชื่อมั่นที่ 99 % เมื่อ  $Y = Y_B + 3S_B$

ขีดจำกัดการตรวจหา  $LOD = Y - Y_B / \text{Slope of Calibration}$

หรือ  $LOD = 3S_B / \text{Slope of Calibration} = 3S_{y/x} / \text{Slope of Calibration}$

Conc.	$y_i$	$y^{\wedge}_i$	$y_i - y^{\wedge}_i$	$(y_i - y^{\wedge}_i)^2$
20	2.72E-06	2.60E-06	1.16E-07	1.34699E-14
40	3.26E-06	3.20E-06	6.05E-08	3.66025E-15
60	3.76E-06	3.80E-06	-3.60E-08	1.29312E-15
80	4.42E-06	4.40E-06	1.56E-08	2.43048E-16
100	5.17E-06	5.00E-06	1.73E-07	2.98357E-14
150	7.00E-06	6.50E-06	4.98E-07	2.47685E-13
200	8.23E-06	8.00E-06	2.28E-07	5.17745E-14
250	9.82E-06	9.50E-06	3.18E-07	1.00806E-13
300	1.10E-05	1.10E-05	-1.67E-08	2.7889E-16
350	1.25E-05	1.25E-05	-3.05E-08	9.3025E-16
400	1.41E-05	1.40E-05	5.94E-08	3.52836E-15
450	1.57E-05	1.55E-05	1.74E-07	3.02064E-14
500	1.68E-05	1.70E-05	-2.31E-07	5.31764E-14

$$\sum (y_i - y^{\wedge}_i)^2 = 5.36888E-13$$

เมื่อสมการเส้นตรง คือ  $y = 3E-08x + 2E-06$

ขีดจำกัดการตรวจวัด :  $LOD = 3S_{y/x}/b$

$$S_{y/x} = [\sum (y_i - y^{\wedge}_i)^2 / (n-2)]^{1/2}$$

$$S_{y/x} = 2.20925 \times 10^{-7}$$

ดังนั้น

$$LOD = 3 \times (2.20925 \times 10^{-7}) / 3 \times 10^{-8}$$

$$LOD = 22.1 \mu\text{M}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. การคำนวณหา LOQ

เมื่อสมการเส้นตรง คือ  $y = 3E-08x + 2E-06$

จากสูตร  $LOQ = 10S_{y/x} / b$

จะได้  $LOQ = 10 \times (2.20925 \times 10^{-7}) / 3 \times 10^{-8}$

$LOQ = 73.6 \mu\text{M}$

## 3. การคำนวณหา %RSD

ความเข้มข้น ( $\mu\text{M}$ )	Current (A)	Conc. ( $\mu\text{M}$ )	Mean	SD
250	9.61E-06	254	257	3
	9.72E-06	257		
	9.79E-06	260		
350	1.26E-05	352	354.6667	7.371115
	1.29E-05	363		
	1.25E-05	349		
500	1.71E-05	503	495.3333	8.8621678
	1.66E-05	486		
	1.69E-05	497		

จากสูตร  $\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$

จะได้  $\%RSD = \frac{3}{257} \times 100 = 1.167315$

$\%RSD = \frac{7.371115}{354.6667} \times 100 = 2.078322\%$

$\%RSD = \frac{8.621678}{495.3333} \times 100 = 1.740581\%$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ประวัติผู้วิจัย



ชื่อ-สกุล นางสาว กนกพร เชี่ยวชาญสมุทร  
(Ms. Kanokporn Cheawchansamoot)  
วัน เดือน ปีเกิด 11 สิงหาคม 2540  
ประวัติการศึกษา จบชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย ปีการศึกษา 2557  
ระดับมัธยมศึกษา จากโรงเรียนสตรีวัดอัมพรสวรรค์ จ.กรุงเทพฯ  
ระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร  
ลาดกระบัง  
อีเมลล์ kanokporn.c0811@gmail.com



ชื่อ-สกุล นางสาว มาลีสา แซ่ม้า  
(Ms. Malisa Saema)  
วัน เดือน ปีเกิด 17 มิถุนายน 2539  
ประวัติการศึกษา จบชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย ปีการศึกษา 2557  
ระดับมัธยมศึกษา จากโรงเรียนหนองกองพิทยาคม จ.กำแพงเพชร  
ระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร  
ลาดกระบัง  
อีเมลล์ malisa1996lws@gmail.com

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้