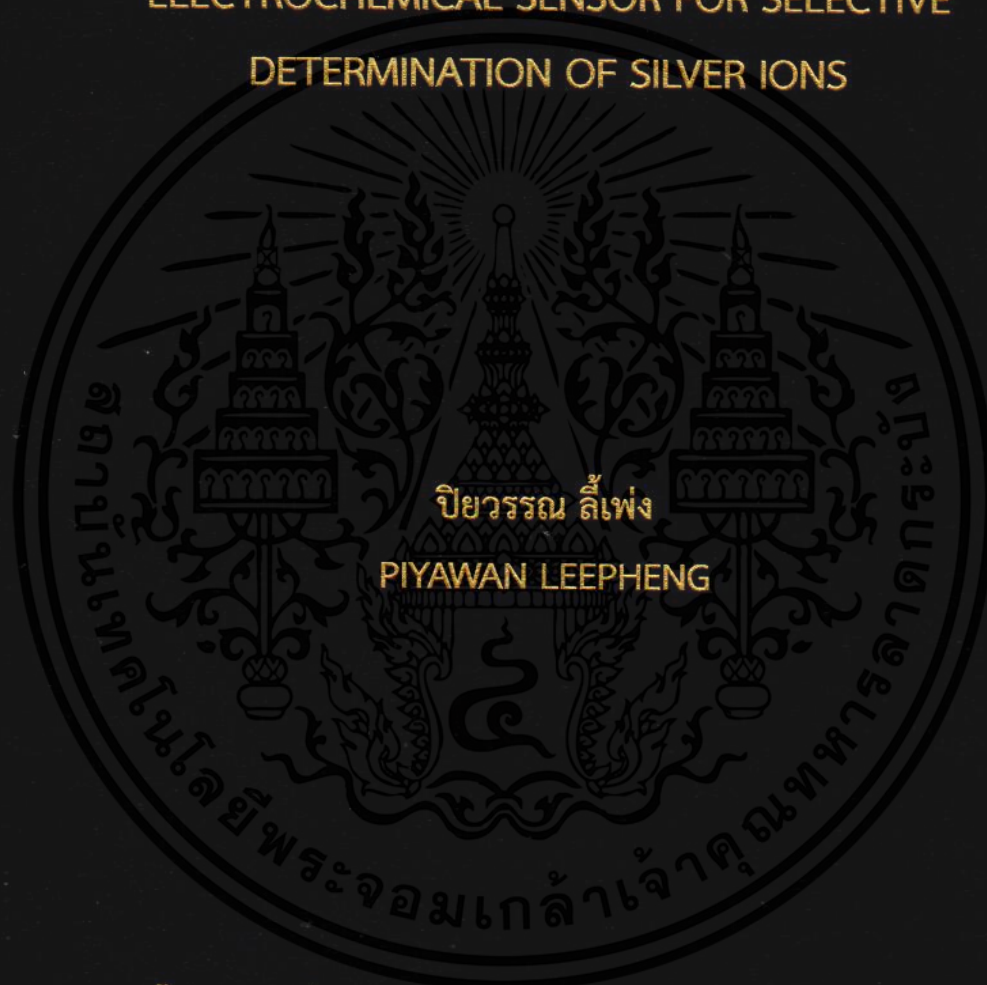


การสังเคราะห์และดัดแปลงอุปกรณ์ตรวจรู้ทางไฟฟ้าเคมี  
จากชิฟเบสสำหรับการตรวจวัดไอออนโลหะเงิน

SYNTHESIS AND MODIFICATION OF SCHIFF BASE  
ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR SELECTIVE  
DETERMINATION OF SILVER IONS



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2561

KMITL-2018-NT-M-001-007

การสังเคราะห์และดัดแปลงอุปกรณ์ตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมี  
จากชิฟเบสสำหรับการตรวจวัดไอออนโลหะเงิน

SYNTHESIS AND MODIFICATION OF SCHIFF BASE  
ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR SELECTIVE  
DETERMINATION OF SILVER IONS



ปิยวรรณ ลิ้มเพ็ง

PIYAWAN LEEPHENG

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2561

KMITL-2018-NT-M-001-007

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS AND MODIFICATION OF SCHIFF BASE  
ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR SELECTIVE  
DETERMINATION OF SILVER IONS



PIYAWAN LEEPHENG

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF  
MASTER OF SCIENCE IN NANOSCIENCE AND NANOTECHNOLOGY  
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2018

KMITL-2018-NT-M-001-007

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY  
ไม่ว่ากรณีใดๆก็ตาม และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์และดัดแปลงอุปกรณ์ตรวจรู้ทางไฟฟ้าเคมีจากชิฟเบสสำหรับการตรวจวัดไอออนโลหะเงิน
นักศึกษา	นางสาวปิยวรรณ ลีเพง
รหัสนักศึกษา	59607013
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
พ.ศ.	2561
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร.ดารินี พรหมโยธิน

### บทคัดย่อ

ในปัจจุบันอุปกรณ์ตรวจรู้ทางไฟฟ้าเคมีได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในการตรวจวัดสารปนเปื้อนทางด้านสิ่งแวดล้อม เนื่องจากเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดที่มีความคงทน และมีความไวในการตอบสนองที่สูง ในงานวิจัยนี้จึงให้ความสนใจในเรื่องการสร้าง และการพัฒนาขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนสำหรับอุปกรณ์ตรวจรู้ทางไฟฟ้าเคมีในการวัดปริมาณไอออนของโลหะเงิน ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นทำการตรึงสารอินทรีย์ชิฟเบสที่มีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงินลงบนขั้วไฟฟ้าทำงาน ซึ่งชิฟเบสสังเคราะห์มาจากกระบวนการควบแน่นของ 2,5-ไทโอฟีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์ และ 1,2,4-ไทโคอะโซล-3,5-ไดเอมีน และทำการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี และแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรสโกปีตามลำดับ หลังจากนั้นนำชิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้นไปตรึงบนขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท และขั้วไฟฟ้าพรินท์เซอร์คิทบอร์ด เพื่อสร้างเป็นขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนสำหรับตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน และทำการตรวจวัดสัญญาณวิทยาของพื้นผิวขั้วไฟฟ้าดัดแปลงด้วยอะตอมมิคฟอร์ซสเปกโทรสโกปี และสแกนนิ่งอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีที่ทำงานควบคู่กับเอเนอร์จิสเพอร์ซิฟไอกซ์เรย์สเปกโทรเมทรีตามลำดับ การศึกษาคุณสมบัติทางไฟฟ้าทำได้โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลเทมเมทรี เทคนิคแอมเปอร์โรเมทรี และอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นสามารถใช้งานได้ดีในช่วงความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินระหว่าง  $1 \times 10^{-10}$  โมลาร์ ถึง  $1 \times 10^{-7}$  โมลาร์ ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพทมีความไวในการตอบสนองอยู่ที่  $1.88 \times 10^8$  ไมโครแอมแปร์ต่อโมลาร์ และสามารถวัดไอออนของโลหะเงินที่ความเข้มข้นต่ำสุด  $1.99 \times 10^{-8}$  โมลาร์ และสำหรับขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรินท์เซอร์คิทบอร์ดมีความไวในการตอบสนองอยู่ที่  $2.51 \times 10^8$  ไมโครแอมแปร์ต่อโมลาร์ และสามารถวัดไอออนของโลหะเงินที่ความเข้มข้นต่ำสุด  $5.33 \times 10^{-9}$  โมลาร์ เมื่อเปรียบเทียบความไวในการตอบสนองและความเข้มข้นต่ำสุดในการตอบสนองของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงทั้งสองขั้วพบว่า ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรินท์เซอร์คิทบอร์ดมีประสิทธิภาพการทำงานที่ดีกว่า จึงเลือกนำศึกษาความเสถียรภาพทั้งในการทำงาน และการเก็บรักษา รวมทั้งการใช้งานซ้ำของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้น พบว่าใช้งานได้ 4

ครั้ง และสามารถจัดเก็บได้ 4 เดือนภายใต้สภาวะหลีกเลี่ยงความชื้นที่อุณหภูมิห้อง อีกทั้งขั้วไฟฟ้า  
ดัดแปลงที่สร้างขึ้นมีราคาไม่แพง ใช้งานง่าย และยังสามารถพัฒนาเป็นอุปกรณ์ตรวจรู้ทางไฟฟ้าเคมี  
ชนิดพกพาได้อีกด้วย

คำสำคัญ อุปกรณ์ตรวจรู้ทางไฟฟ้าเคมี, ขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน, ไอออนโลหะเงิน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>Thesis Title</b>	Synthesis and Modification of Schiff Base Electrochemical Sensor for Selective Determination of Silver Ions
<b>Student</b>	Miss Piyawan Leepheng
<b>Student ID</b>	59607013
<b>Degree</b>	Master of Science
<b>Program</b>	Nanoscience and Nanotechnology
<b>Year</b>	2018
<b>Thesis Advisor</b>	Asst.Prof.Dr.Darinee Phromyothin

### ABSTRACT

The electrochemical sensor has interesting in agriculture and environment filed because it exhibits high selectivity, sensitivity and stability device. In this work, fabricated and improved electrochemical sensor based on ion-selective electrode for determination silver ions has been investigated. The ion-selective electrodes were fabricated based on schiff base organic molecule which was synthesized by 2,5-thiophenedicarboxaldehyde and 1,2,4-thiadiazole-3,5-diamine with condensation method. There was modified on carbon paste electrode and printed circuit board gold electrode for determination silver ions. The structure of synthesized schiff base was characterized by infrared spectroscopy, nuclear magnetic resonance spectroscopy and gas chromatography-mass spectroscopy, respectively. The morphology of modified electrodes were characterized by atomic force microscopy, scanning electron microscopy, and energy dispersive x-ray spectroscopy, respectively. The electrochemical properties were reported by cyclic voltammetry and amperometry and electrochemical impedance spectroscopy, respectively. The modified electrodes have suitable detection for silver ions. The determination of ions using the modified electrodes linearly depended on silver concentration in the range  $1 \times 10^{-10}$  molar to  $1 \times 10^{-7}$  molar. The printed circuit board gold electrode modified with schiff base was presented sensitivity as  $2.51 \times 10^8$  microampere per molar and low limit of detection as  $5.33 \times 10^{-9}$  molar. The carbon paste electrode modified with schiff base was presented sensitivity as  $1.88 \times 10^8$  microampere per molar and low limit of detection as  $1.99 \times 10^{-8}$  molar. From the results, the printed circuit board gold electrode modified with schiff base presents higher sensitivity and lower limit of detection than carbon paste electrode. The study of its stability, storage time and repeatability was shown that the printed circuit board gold electrode has 4 times

repeatability , high stability and storage time as 4 months at room temperature without moisture of the air. In addition, this modified electrodes presents inexpensive, easy to use and can be applied to electrochemical sensor portable device.

**Keywords** Electrochemical sensor, Ion-selective electrode, silver ions



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เรื่องการสังเคราะห์และดัดแปลงอุปกรณ์ตรวจรู้ทางไฟฟ้าเคมีจากซิฟเบสสำหรับการตรวจวัดไอออนโลหะเงิน สำเร็จได้ด้วยความกรุณาจาก ผศ.ดร.ดารินี พรหมโยธิน ซึ่งเป็นที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้ความช่วยเหลือทุกด้าน ตั้งแต่การให้คำแนะนำ และช่วยเหลือแก้ไขปัญหาเกี่ยวกับงานวิจัย ตรวจสอบ และแก้ไขรูปเล่มของวิทยานิพนธ์ อำนวยความสะดวกในเรื่องของสถานที่เครื่องมือ และอุปกรณ์ในการทำการวิจัย รวมถึงการจัดหาทุนในการทำงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ทรงวุฒิ สุรมิตร อาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตบางเขน ที่ช่วยให้คำปรึกษา และวิธีการในการทำการวิจัย รวมถึงช่วยอำนวยความสะดวกในเรื่องของสถานที่ เครื่องมือ และอุปกรณ์ในการทำงานวิจัย

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณมารดา และครอบครัว ที่ให้การสนับสนุน และเป็นกำลังใจในการศึกษาได้เป็นอย่างดี คุณประโยชน์ของโครงการพิเศษฉบับนี้ ขออุทิศแด่ครูบาอาจารย์ และผู้มีพระคุณทุกท่าน

ปิยวรรณ ลีเฟ่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	III
กิตติกรรมประกาศ.....	V
สารบัญ.....	VI
สารบัญตาราง.....	X
สารบัญรูปภาพ.....	XI
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	3
1.3 แผนการดำเนินงานวิจัย.....	4
1.4 สมมติฐานงานวิจัย.....	5
1.5 ขอบเขตงานวิจัย.....	5
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.1 โลหะหนัก (Heavy metal).....	6
2.2 ขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน (Ion-Selective Electrode, ISE) .....	10
2.3 ชิฟเบส (Schiff base).....	12
2.4 การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemical detection).....	19
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	23
3.1 กระบวนการสังเคราะห์ชิฟเบส.....	25
3.2 การตรวจวัดความจำเพาะเจาะจงของไอออนของโลหะเงินของชิฟเบส.....	26
3.3 กระบวนการนำชิฟเบสมาตรึงลงบนขั้วไฟฟ้าสำหรับสร้างขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนที่มีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน.....	27
3.3.1 กระบวนการทำความสะอาด และการปรับปรุงพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าพรีนัทเซอร์คิทบอร์ด (PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (CPE electrode) ก่อนการตรึงชิฟเบส.....	27

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.2 กระบวนการตรึงชิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (printed circuit board gold electrode, PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (carbon paste electrode, CPE electrode).....	28
3.4 การตรวจวัดไอออนของโลหะเงินด้วยขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (printed circuit board gold electrode modified with schiff base, SB/PCB electrode) SB/PCB electrode และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (carbon paste electrode modified with schiff base, SB/CPE electrode) .....	29
3.4.1 ไชคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic voltammetry, CV).....	29
3.4.2 แอมเปอร์โรเมทรี (Amperometry, AMP).....	29
3.5 กระบวนการทดสอบคุณสมบัติสัณฐานวิทยาของชิฟเบส และขั้วไฟฟ้าดัดแปลง....	30
3.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างของชิฟเบสด้วยอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (IR spectroscopy).....	30
3.5.2 การตรวจสอบโครงสร้างของชิฟเบสด้วยนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรสโกปี (Nuclear magnetic resonance spectroscopy, NMR).....	31
3.5.3 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (PCB electrode), ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (CPE electrode), ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscopy, AFM).....	31
3.5.4 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (PCB electrode), ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (CPE electrode), ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM) ทำงานควบคู่กับเอเนอร์จิสเปกโทรสโกปีเอ็กซ์เรย์สเปกโทรเมทรี (Energy Dispersive X-ray Spectrometry).....	32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	33
4.1 การวัดคุณสมบัติพื้นฐานวิทยาของซีฟเบส.....	33
4.1.1 การวัดคุณสมบัติด้วยอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี.....	33
4.1.2 การวัดคุณสมบัติด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรสโกปี.....	33
4.1.3 การวัดคุณสมบัติด้วยนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรสโกปี.....	34
4.2 การทดสอบความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของซีฟเบสด้วยกระบวนการ ทางไฟฟ้าเคมีเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี.....	37
4.3 การตรวจสอบคุณสมบัติพื้นฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิท บอร์ด และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท.....	39
4.3.1 ทดสอบคุณสมบัติพื้นฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงโดยใช้ กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม.....	39
4.3.2 ทดสอบคุณสมบัติพื้นฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงโดยใช้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ทำงานควบคู่กับเอเนอร์จีดีสเพน ซีฟเอ็กซ์เรย์สเปกโทรเมทรี.....	40
4.4 การตรวจวัดไอออนของโลหะเงินด้วยขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพทที่สร้างขึ้น.....	42
4.4.1 การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี และแอมเปอร์ โรเมทรีของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน.....	42
4.4.2 ความสามารถในการใช้งานซ้ำ (Reapeatability) ของขั้วดัดแปลงแบบ พรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB).....	45
4.4.3 ความสามารถเสถียรภาพในการสร้าง (stability of fabrication) ของ ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode).....	45
4.4.4 ความสามารถเสถียรภาพในการเก็บรักษา (stability of storage time) ของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode).....	46
4.4.5 การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี (Electrochemical impedance spectroscopy, EIS).....	47
4.4.6 การทดสอบผลกระทบของไอออนโลหะอื่นๆ (Interference) ต่อขั้วไฟฟ้า ดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode).....	48

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	51
5.1 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย.....	52
5.2 ข้อเสนอแนะและแนวทางในการศึกษาต่อ.....	54
เอกสารอ้างอิง.....	55
ประวัติผู้เขียน.....	59



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ชนิดของโลหะหนักและความเป็นพิษของโลหะหนักของโลหะหนักเมื่อเข้าสู่ร่างกาย.....	7
2.2 ตารางแสดงค่าความเข้มข้นสูงสุดของโลหะหนักที่ปนเปื้อนในอากาศ ดิน และน้ำ ขององค์การพิทักษ์สิ่งแวดล้อมอเมริกา (United State Environment Protection Agency, USEPA).....	8
2.3 ผลกระทบต่อสัตว์เมื่อได้รับไอออนของเงินเข้าไป.....	8
2.4 ผลกระทบของสัตว์ชนิดต่างๆ เมื่อได้รับสารประกอบของโลหะเงิน.....	9
2.5 ความเข้มข้นต่ำสุดของไอออนของโลหะเงิน ( $Ag^+$ ) ที่วัดได้ โดยทำการเปรียบเทียบระหว่าง เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี (AAS) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลง.....	15
2.6 โครงสร้างของชิฟเบสที่สังเคราะห์เพื่อนำมาใช้ในการตรวจวัดวิเคราะห์แคตไอออน (cation) และแอนไอออน(anion).....	16
4.1 ตำแหน่งเลขคลื่นของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของชิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้น.....	34
4.2 เคมีคอลชิฟ (Chemical shift) สำหรับโปรตอนของสารตั้งต้น และชิฟเบส.....	35
4.3 ตารางเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทำงานของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิท บอร์ด (SB/PCB electrode) และขั้วขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode).....	45
4.4 ตารางแสดงเปรียบเทียบการทำงานของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) ที่แตกต่างกัน ในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน.....	46
4.5 ปริมาณความเข้มข้นของไอออนอื่นๆ ที่มีผลต่อการทำงานของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบ พรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode).....	50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูปภาพ

ภาพที่	หน้า
2.1 ส่วนประกอบของขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน (Ion selective electrode, ISEs).....	10
2.2 โครงสร้างของขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน (Ion selective electrode, ISEs) conventional ISE with an internal reference electrode and internal filling solution, (b) coated wire or graphite coated ISE and (c) ISE with a hydrogel contact.....	11
2.3 ตัวอย่างโครงสร้างไอโอโนฟอร์.....	11
2.4 แผนผังแสดงปฏิกิริยาการเกิดชิฟเบส (Schiff base reaction).....	12
2.5 แผนผังแสดงการอันตรกิริยาชิฟเบสกับโปรตอน.....	13
2.6 แผนผังแสดงแสดงสูตรโครงสร้างของสารประกอบชิฟเบสกับไอออนของโลหะ.....	13
2.7 แผนผังแสดงปฏิกิริยาการเกิดชิฟเบสและสารประกอบชิฟเบสกับไอออนของโลหะที่มีเลขออกซิเดชันเท่ากับ $2^+$ เมื่อ $M = \text{Cu(II)}, \text{Ni(II)}$ และ $\text{Zn(II)}$ .....	14
2.8 โครงสร้างชิฟเบส [bis 5-(4-nitrophenylazo) salicylaldimine] 1,8-diamino,3,6-dioxooctan (BNSAO) .....	15
2.9 ตัวอย่างโครงสร้างชิฟเบส.....	16
2.10 ส่วนประกอบของอุปกรณ์การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมี.....	20
2.11 ไซคลิกโวลแทมโมแกรม (Cyclic Voltammogram).....	21
2.12 ไซคลิกโวลแทมโมแกรม (Cyclic Voltammogram) ของ $\text{K}_4\text{FeCN}_6$ ในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์.....	22
3.1 ไดอะแกรมขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	24
3.2 กระบวนการสังเคราะห์ชิฟเบส.....	25
3.3 ส่วนประกอบของการวัดเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี.....	27
3.4 ไดอะแกรมแสดงกระบวนการสร้างขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB electrode และ SB/CPE electrode .....	30
4.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของชิฟเบส.....	34
4.2 แมสสเปกตรัมของชิฟเบส.....	35
4.3 $^1\text{H}$ NMR ของ (a) 2,5-ไทโอพีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์ , (b) 1,2,4-ไทโดอะโซล-ไดเอมีน และ(c) ชิฟเบส.....	36

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4.4 ไชคติกโวลแทมโมแกรมของซีฟเบสเมื่อทำการตรวจวัดสารละลายไอออนของโลหะหนักต่างชนิดกันได้แก่ อะลูมิเนียมไอออน ( $Al^{3+}$ ), โคบอลไอออน ( $Co^{2+}$ ), ไอออนของโลหะเงิน ( $Ag^+$ ), นิกเกิลไอออน ( $Ni^{2+}$ ), โครเมียมไอออน ( $Cr^{6+}$ ), ไอออนของเหล็ก ( $Fe^{2+}, Fe^{3+}$ ), ไอออนของตะกั่ว ( $Pb^{2+}$ ), ไอออนของปรอท ( $Hg^{2+}$ ), ไอออนของแมงกานีส ( $Mn^{2+}$ ) และ ไอออนของแคดเมียม ( $Cd^{2+}$ ) ที่ความเข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์.....	37
4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสกับอัตราส่วนของไอออนของโลหะเงินกับซีฟเบส.....	38
4.6 โครงสร้างของซีฟเบสและสารประกอบของซีฟเบสกับไอออนของโลหะเงิน.....	38
4.7 ภาพ 3 มิติ และภาพโทโพโลยี ของ (a) ขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (PCB electrode) และ (b) ขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode).....	40
4.8 ภาพที่ 4.8 ภาพ SEM ของ (a) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (PCB electrode), (b) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode), (c) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (CPE electrode) และ (d) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode).....	41
4.9 ภาพ SEM และ EDX ของ (a) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (PCB electrode), (b) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode), (c) EDX ของขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด และ (d) EDX ขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode).....	42
4.10 การวัดทางไฟฟ้าเคมีของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) (a) ไชคติกโวลแทมโมแกรมเมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้นระหว่าง $1 \times 10^{-10}$ โมลาร์ ถึง $1 \times 10^{-5}$ โมลาร์ และ (b) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น (concentration) และกระแส (current) เมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้น $1 \times 10^{-10}$ โมลาร์ถึง $1 \times 10^{-7}$ โมลาร์.....	43
4.11 การวัดทางไฟฟ้าเคมีของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode) (a) ไชคติกโวลแทมโมแกรมเมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้นระหว่าง $1 \times 10^{-10}$ โมลาร์ ถึง $1 \times 10^{-5}$ โมลาร์ และ (b) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น (concentration) และกระแส (current) เมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้น $1 \times 10^{-10}$ โมลาร์ถึง $1 \times 10^{-7}$ โมลาร์.....	44

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4.12 ค่ากระแสที่ได้จากใช้ซ้ำของขั้วขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบพรีนซ์เซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) ในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงินที่ความเข้มข้น 0.1 ส่วนในพันล้านส่วน, 0.5 ส่วนในพันล้านส่วน และ 1.0 ส่วนในพันล้านส่วน ตามลำดับ.....	46
4.13 ค่ากระแสที่ได้จากใช้ซ้ำของขั้วตัดแปลงแบบพรีนซ์เซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) ในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงินที่ความเข้มข้น 0.1 ส่วนในพันล้านส่วน, 0.5 ส่วนในพันล้านส่วน และ 1.0 ส่วนในพันล้านส่วน ตามลำดับ.....	47
4.14 การวัดทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี (Electrochemical impedance spectroscopy, EIS) ของขั้วตัดแปลงแบบพรีนซ์เซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) เมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้นระหว่าง 0 โมลาร์ ถึง $1 \times 10^{-7}$ โมลาร์.....	48
4.15 แผนผังแสดงส่วนประกอบและกลไกการทำงานของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงที่ได้จากการวัดทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี (Electrochemical impedance spectroscopy, EIS).....	49
4.16 การทดสอบผลกระทบของไอออนของโลหะอื่นๆ ทำโดยการวัดวัดไอออนของโลหะอื่นๆ ได้แก่ โพแทสเซียมไอออน ( $K^+$ ), โซเดียมไอออน ( $Na^+$ ), ไอออนของปรอท ( $Hg^{2+}$ ) และ ไอออนของโลหะเงิน ( $Ag^+$ ) ที่ความเข้มข้น 10 ส่วนในล้านส่วน.....	49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

มนุษย์ได้มีการนำโลหะเงินมาใช้ประโยชน์เป็นระยะเวลาอันยาวนานแล้ว ไม่ว่าจะเป็นการนำมาทำเป็นเครื่องใช้ในครัวเรือน และเครื่องประดับ นอกจากนี้โลหะเงินยังนิยมนำมาใช้เป็นวัสดุตั้งต้นในโรงงานอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมสีทาบ้าน อุตสาหกรรมแบตเตอรี่ และอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งในอุตสาหกรรมการผลิตอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ โลหะเงินเข้ามามีบทบาทเป็นอย่างมาก เนื่องจากคุณสมบัติในการนำไฟฟ้าที่ดีของโลหะเงิน ทำให้โลหะเงินเป็นวัสดุชนิดแรกๆ ที่นิยมเลือกนำมาใช้ประโยชน์ ในอุตสาหกรรมการถ่ายภาพ โลหะเงินถูกใช้เป็นส่วนผสมของวัสดุในการล้างฟิล์ม นอกจากนี้โลหะเงินยังถูกนำมาใช้ทางการแพทย์ โลหะเงินถูกนำมาสร้างเป็นอุปกรณ์เครื่องมือทางการแพทย์ จะเห็นได้ว่าโลหะเงินถูกใช้งานอย่างแพร่หลาย อีกทั้งประกอบกับในปัจจุบัน จากการพัฒนา และการเติบโตทางด้านเทคโนโลยี ทำให้อนุภาคเงินนาโนก็เป็นหนึ่งในวัสดุที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากเมื่อเงินอยู่ในรูปของอนุภาคนาโนแล้ว ทำให้มีคุณสมบัติที่โดดเด่น และเป็นที่รู้จักอย่างมากคือเป็นสารยับยั้งแบคทีเรียที่ดีเยี่ยม จากคุณสมบัติข้อนี้ทำให้อุตสาหกรรมต่างๆ ได้นำอนุภาคนาโนไปประยุกต์ใช้เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของสินค้าให้ดียิ่งขึ้น เช่น ในอุตสาหกรรมอาหารใช้อนุภาคนาโนช่วยในการยับยั้งแบคทีเรีย ซึ่งเป็นสาเหตุทำให้อาหารเกิดการเน่าเสียได้ง่าย ในภาคครัวเรือนซึ่งเป็นเรื่องใกล้ตัวของมนุษย์มากที่สุดก็มีการนำอนุภาคนาโนมาผสมในสินค้าอุปโภคหลายชนิด ตัวอย่างเช่น นำอนุภาคนาโนมาผสมในผงซักฟอก ให้ผงซักฟอกนี้มีประสิทธิภาพในการยับยั้งแบคทีเรียซึ่งเป็นสาเหตุของการเกิดกลิ่นอับในเนื้อผ้า การผสมอนุภาคนาโนเข้าไปในเครื่องอุปโภค เพื่อช่วยลดการสะสมของแบคทีเรีย หรือจะเป็นการผสมอนุภาคนาโนในผลิตภัณฑ์อาบน้ำทำความสะอาดในสุนัข และแมว จากข้างต้นจะเห็นได้ว่าโลหะเงิน และอนุภาคนาโนมีประโยชน์เป็นอย่างมาก และมีการนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย แต่ในข้อดีก็มีข้อเสีย เพราะเมื่อโลหะเงินถูกนำมาใช้งานแล้ว จะสามารถแปรเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของไอออนของโลหะเงิน ซึ่งสามารถเกิดเป็นรูปของสารประกอบปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อม ไม่ว่าจะเป็น ดิน น้ำ และอากาศได้ ยิ่งกว่านั้นในส่วนของอนุภาคนาโนเมื่อทำหน้าที่ในการยับยั้งแบคทีเรียแล้ว อนุภาคนาโนนั้นจะเกิดการแปรสภาพ อาจจะมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ เกิดออกซิไดซ์เป็นสารประกอบออกไซด์เข้าไปรวมกับสารออร์แกนิกในเซลล์ ของสิ่งมีชีวิต หรือเนื้อเยื่อของสิ่งมีชีวิตนั้นๆ และที่น่ายกเว้นเป็นอย่างมากคือ เกิดการปลดปล่อยเป็นไอออนของโลหะเงินปนเปื้อนสู่สิ่งแวดล้อม ซึ่งไอออนของโลหะเงินนี้จะมีพิษต่อสิ่งมีชีวิต และมนุษย์ เมื่อได้รับเข้าสู่ทางร่างกาย โดยลักษณะ

อาการของพิษมีทั้งแบบเฉียบพลัน และแบบระยะยาวทำให้เกิดการสะสมในเซลล์ของสิ่งมีชีวิต หรือมนุษย์ สำหรับมนุษย์เมื่อได้รับไอออนของโลหะเงินเข้าสู่ร่างกายในปริมาณมากทำให้แสดงอาการเป็นพิษแบบเฉียบพลัน หากสูดดมเข้าไปไอออนของโลหะเงินสามารถทำลายเนื้อเยื่อของปอด ทำให้เกิดการระคายเคืองต่อระบบหายใจ หากรับประทานเข้าไปทำให้เกิดอาการปวดท้องได้ เนื่องจากไอออนของโลหะเงินไปทำลายเนื้อเยื่อในระบบทางเดินอาหาร และหากสัมผัสโดยตรงในปริมาณมากๆ ทำให้ผิวหนังที่สัมผัสเกิดการระคายเคือง เป็นผื่น หรือในบางรายอาจเกิดเป็นรอยดำคล้ำในบริเวณที่สัมผัสได้ แต่ถ้าหากได้รับปริมาณน้อยๆ ในระยะเวลาสั้นๆ ทำให้ไอออนของโลหะเงินเกิดการสะสมในร่างกาย ไอออนของโลหะเงินสามารถสะสมในเนื้อเยื่อหรือเซลล์ทำให้เซลล์เกิดการเปลี่ยนสีเป็นสีเทา เมื่อสะสมในปริมาณมากทำให้มนุษย์ผู้นั้นแสดงอาการของโรคอาร์จีเรีย คือร่างกายผิวหนังมีลักษณะเป็นสีเทาหรือฟ้าทั้งตัวได้ ในบางรายอาจทำให้เกิดภาวะไตวายอย่างเฉียบพลันและทำให้เสียชีวิตได้ในที่สุด ดังนั้นจะเห็นว่าเมื่อสิ่งมีชีวิต หรือมนุษย์ได้รับไอออนของเงินเข้าสู่ร่างกายในความเข้มข้นปริมาณน้อยก็ส่งผลกระทบต่อร่างกายได้ องค์การอาหารและยาได้จำกัดปริมาณการปนเปื้อนของไอออนเงินในอาหาร และน้ำดื่มไว้ คือ ไม่ควรมีการปนเปื้อนของไอออนของโลหะเงินในอาหารและน้ำดื่ม และในสิ่งแวดล้อมไม่ควรเกิน 2.00 ส่วนในพันล้านส่วน ในอากาศ และในดินควรมีปริมาณไม่เกิน 0.3 ส่วนในล้านส่วน ดังนั้นจึงต้องมีการตรวจสอบปริมาณไอออนของโลหะเงินในอาหาร น้ำดื่ม และสิ่งแวดล้อม วิธีการทั่วไปที่ใช้ในการตรวจสอบไอออนของเงินจะทำโดยใช้เครื่องมือในการตรวจวัด เช่น อะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปี และ อะตอมมิคอีมิสชันสเปกโทรสโกปี เป็นต้น ข้อดีของเครื่องมือเหล่านี้ คือ มีค่าการตอบสนองที่ดี มีความจำเพาะเจาะจงสูง มีความแม่นยำสูง มีความละเอียดในการตรวจวัด แต่ข้อเสียของเครื่องมือเหล่านี้คือ เป็นเครื่องมือที่มีขนาดใหญ่ มีราคาแพง และต้องทำในห้องปฏิบัติการ เท่านั้น ดังนั้นจึงมีการพัฒนาเป็นอุปกรณ์ที่สามารถพกพาได้ในกลุ่มอุปกรณ์ตรวจรู้ทางไฟฟ้าเคมี

ในงานวิจัยนี้ให้ความสนใจในการทำเป็นขั้วไฟฟ้าที่มีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงินโดยใช้หลักการทางไฟฟ้าเคมีในการวัดวิเคราะห์ ข้อดีของการวัดทางไฟฟ้าเคมีคือ เป็นวิธีที่มีการเตรียมระบบง่าย มีการตอบสนองที่ดี มีความเร็วในการตอบสนองสูง แต่ก็มีข้อเสียคือ โดยปกติที่ว่าการวัดหลักการนี้จะตอบสนองกับทุกไอออนที่ทำการตรวจวัด ไม่มีความจำเพาะเจาะจง ดังนั้นเพื่อให้ตอบสนองต่อไอออนของเงินเพียงอย่างเดียวจึงต้องมีการปรับปรุงพัฒนาขั้วไฟฟ้าของระบบ โดยทำการตรึงอนุภาค หรือเยื่อเลือกผ่านลงบนขั้วไฟฟ้าทำงาน โดยงานวิจัยนี้เลือกใช้สารอินทรีย์ซิฟเบส ซึ่งมีข้อดีคือสามารถออกแบบโครงสร้างและสังเคราะห์ได้ง่าย มีคุณสมบัติในการสร้างพันธะ หรือมีอันตรกิริยากับไอออนของโลหะหนักได้ดี และมีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนที่ต้องการตรวจวัดสูง ในการสร้างขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงเพื่อทำการตรวจวัดไอออนของโลหะเงินทำโดยการตรึงซิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าทำงานของขั้วไฟฟ้าดัดแปลง และทำการตรวจวัดไอออนของโลหะเงินโดยใช้เทคนิคไซคลิก

โวลแทมเมตรี เทคนิคแอมเปอร์โรเมตรี และเทคนิคอิเล็กโทรเคมีคอลอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี โดยอยู่ภายใต้การทำงานของขั้วไฟฟ้าสามขั้วคือ ขั้วไฟฟ้าทำงาน ขั้วไฟฟ้าช่วย และขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ในงานวิจัยนี้ทำการตรึงซิปเบสลงบนขั้วไฟฟ้าทำงานของขั้วไฟฟ้าสกรีนพริ้นท์คือขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท และขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด ซึ่งขั้วไฟฟ้าทั้งสองขั้วนี้มีคุณสมบัติที่แตกต่างกันคือ ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพทมีขั้วไฟฟ้าทำงานและขั้วไฟฟ้าช่วยเป็นคาร์บอน แต่ขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ดจะมีขั้วไฟฟ้าทำงานและขั้วไฟฟ้าช่วยเป็นทอง ขั้วไฟฟ้าทั้งสองชนิดมีขั้วไฟฟ้าอ้างอิงเป็นวัสดุชนิดเดียวกันคือโลหะเงิน ข้อดีของขั้วไฟฟ้าทั้งสองชนิดคือสามารถพัฒนา และประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมีชนิดพกพาได้ เมื่อตรึงซิปเบสลงบนขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแล้ว ก็นำขั้วที่สร้างขึ้นไปใช้งานในการตรวจวัดไอออนของเงิน ขั้วไฟฟ้าที่สร้างขึ้นมีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน มีความไวในการตอบสนองที่สูง สามารถตรวจวัดไอออนของโลหะเงินที่ความเข้มข้นต่ำได้ และใช้งานง่าย

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 สังเคราะห์สารอินทรีย์ซิปเบสที่มีความจำเพาะเจาะจงกับไอออนของโลหะเงินด้วยกระบวนการควบแน่นแบบรีฟลักซ์ และทำการวัดวิเคราะห์คุณสมบัติทางสัณฐานวิทยา และคุณสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของซิปเบสที่สังเคราะห์ขึ้น

1.2.2 ประยุกต์ใช้ซิปเบสที่สังเคราะห์ขึ้นในสร้างขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนในการวัดไอออนของเงิน และทำการวัดวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบเจาะจงไอออนที่สร้างขึ้น

1.2.3 ขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบเจาะจงไอออนที่สร้างขึ้นสามารถทำการตรวจวัดไอออนของเงินในรูปของสารละลาย ด้วยเทคนิคทางไฟฟ้าเคมี ได้แก่ ไซคลิกโวลแทมเมตรี แอมเปอร์โรเมตรี และอิเล็กโทรเคมีคอลอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี ตามลำดับ

## 1.3 แผนการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้เริ่มจากการสังเคราะห์สารอินทรีย์ซิปเบส แล้วนำไปทดสอบความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน หลังจากนั้นประยุกต์ใช้ซิปเบสมาเป็นเมมเบรนสำหรับขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน แล้วนำมาขั้วไฟฟ้าตัดแปลงที่สร้างขึ้นไปใช้งานในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงินในรูปสารละลายโดยใช้เทคนิคทางไฟฟ้าเคมี โดยจะแบ่งขั้นตอนเป็นดังนี้

1.3.1 สังเคราะห์โครงสร้างซิปเบสด้วยกระบวนการการควบแน่นแบบรีฟลักซ์ แล้วทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยา ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (Nuclear magnetic

resonance spectroscopy,  $^1\text{H-NMR}$ ) และเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรสโกปี (Gas chromatography-Mass spectroscopy, GC-MS) ตามลำดับ

1.3.2 ตรวจสอบวิเคราะห์ความจำเพาะเจาะจงของของชีพเบสที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี ในเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry, CV)

1.3.3 ประยุกต์ใช้ชีพเบสที่สร้างขึ้น โดยทำการตรึงชีพเบสบนขั้วไฟฟ้าสกรีนพริ้นท์สองชนิด คือขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท และขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิทบอร์ด เพื่อสร้างเป็นขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนที่มีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน แล้วทำการตรวจสอบคุณสมบัติทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นด้วย กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic force microscopy, AFM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) ซึ่งทำงานควบคู่กับเอเนอร์จิสเปกโตรสโกปีเอ็กซ์เรย์สเปกโตรเมตรี (Energy Dispersive X-ray Spectrometry) ตามลำดับ

1.3.4 นำขั้วไฟฟ้าที่สร้างขึ้นไปใช้งานในการตรวจวัดไอออนของเงินในรูปของสารละลาย โดยใช้กระบวนการทางไฟฟ้าเคมี ได้แก่ไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV) แอมเปอร์โรเมตรี (Amperometry, AMP) และอิมพีแดนซ์สเปกโตรสโกปี (Electrochemical impedance spectroscopy, EIS) ตามลำดับ

1.3.5 วิเคราะห์ และประเมินผลการวิจัย ได้แก่ ความจำเพาะเจาะจงของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นต่อไอออนของโลหะเงิน ค่าความไวในการตอบสนอง ความเข้มข้นต่ำสุดของไอออนของโลหะเงินที่ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงสามารถตรวจวัดได้ ความเสถียรภาพในการสร้างขั้วไฟฟ้าดัดแปลง ความเสถียรภาพในการใช้งาน ความสามารถในการใช้งานซ้ำ และระยะเวลาในการเก็บรักษาซ้ำ

## 1.4 สมมติฐานงานวิจัย

1.4.1 ชีพเบสที่สังเคราะห์ขึ้นมีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของเงินที่อยู่ในรูปของสารละลาย

1.4.2 ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบเจาะจงไอออนที่สร้างขึ้นเมื่อทำงานภายใต้หลักการทางไฟฟ้าเคมีในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน มีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน มีความไวในการตอบสนองสูง สามารถตรวจวัดไอออนของโลหะเงินที่ความเข้มข้นต่ำได้ มีความเสถียรภาพในการสร้างและการใช้งาน รวมทั้งสามารถใช้งานซ้ำได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.5 ขอบเขตของงานวิจัย

1.5.1 สังเคราะห์โครงสร้างซีฟเบส และทำการตรวจสอบโครงสร้างของซีฟเบสที่สังเคราะห์ได้

1.5.2 ตรวจสอบความจำเพาะเจาะจงของซีฟเบสกับไอออนของเงิน

1.5.3 สร้างอุปกรณ์ตรวจวัดทางไฟฟ้า ชนิดซีฟไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนสำหรับการตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน และทำการตรวจวัดสัณฐานวิทยา และคุณสมบัติทางไฟฟ้าเคมี

1.5.3 ทดสอบการทำงานของซีฟในสารละลายตัวอย่างด้วยหลักการทางไฟฟ้าเคมี เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี แอมเปอร์โรเมทรี และอิเล็กโทรเคมีคอลอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี และทำการพัฒนาซีฟไฟฟ้าตัดแปลงที่สร้างขึ้นให้มีประสิทธิภาพการทำงานที่ดีขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 โลหะหนัก (Heavy metal)

โลหะหนัก คือธาตุที่มีความถ่วงจำเพาะมากกว่า 5 ขึ้นไป ในตารางธาตุเป็นธาตุที่มีเลขอะตอมตั้งแต่ 23-92 จากจำนวนทั้งหมด 105 ธาตุ ตัวอย่างของโลหะหนักที่พบโดยทั่วไปได้แก่ปรอท (Hg), แคดเมียม (Cd), อาร์เซนิก (As), โครเมียม (Cr), ธาเลียม (Tl), ตะกั่ว (Pb), ทองแดง (Cu), เซเรเนียม (Se), เงิน (Ag), และสังกะสี (Zn) เป็นต้น โดยทั่วไปแล้วโลหะหนักแทบทุกชนิดจะอยู่ในสถานะของแข็งที่อุณหภูมิห้อง ยกเว้นปรอทที่อยู่ในสถานะของเหลวที่อุณหภูมิห้อง โลหะหนักได้นำมาใช้ในชีวิตประจำวันของมนุษย์ในหลากหลายกิจกรรมไม่ว่าจะเป็นทางการแพทย์ ทางเกษตร หรือทางด้านอุตสาหกรรมในโรงงานอุตสาหกรรม หรือแม้กระทั่งในครัวเรือน นอกจากการโลหะหนักมีข้อดีในการนำไปใช้งานที่หลากหลายแล้ว แต่โลหะหนักก็มีโทษเหมือนกันในด้านความเป็นพิษของโลหะหนัก เมื่อโลหะหนักถูกนำมาใช้งานอย่างหลากหลาย ทำให้บางครั้งหากขาดการกำจัดหรือขาดการควบคุมที่ดี อาจส่งผลให้เกิดปัญหาทางด้านการปนเปื้อนของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมได้ ส่งผลให้เกิดปัญหามลพิษของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมตามมา เนื่องจากคุณสมบัติของโลหะหนักคือเมื่อเข้าสู่สภาวะแวดล้อมไม่ว่าจะเป็น การปนเปื้อนในดิน น้ำ หรืออากาศ โลหะหนักจะอยู่ในรูปของสารประกอบอินทรีย์ ซึ่งสารประกอบเหล่านี้สามารถสะสมอยู่ในเนื้อเยื่อของสิ่งมีชีวิต และส่งผลให้ถ่ายทอดเข้าสู่สิ่งมีชีวิตโดยผ่านไปตามห่วงโซ่อาหารได้ ในขณะที่บางส่วนก็สะสมอยู่ในดิน น้ำ และอากาศ ในส่วนของอาการเป็นพิษเมื่อได้รับหรือสัมผัสสารประกอบของโลหะหนักเข้าสู่ร่างกายบางครั้งอาจจะมีอาการระคายเคืองบริเวณผิวหนังสัมผัส มีอาการปวดท้องอาเจียน วิงเวียนศีรษะ เมื่อได้รับพิษเข้าสู่ร่างกายในปริมาณไม่มาก แต่ในบางครั้งหากได้รับสารประกอบโลหะเหล่านี้เข้าสู่ร่างกายในปริมาณมาก ก็อาจจะส่งผลอันตรายถึงชีวิตได้ ทั้งนี้แล้วอยู่ที่ชนิดของโลหะหนักที่ได้รับเข้าไปแสดงดังตารางที่ 2.1

จากอาการและความเป็นพิษของโลหะหนักข้างต้นทำให้มีการกำหนดปริมาณการปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อม องค์การพิทักษ์สิ่งแวดล้อมอเมริกา (United State Environment Protection Agency, USEPA) ได้มีการกำหนดมาตรฐานการปนเปื้อนของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมไว้ดังแสดงไว้ตารางที่ 2.2 ในปัจจุบันยังมีงานวิจัยมากมายที่ทำการศึกษเกี่ยวกับความเป็นพิษของสารประกอบของโลหะเมื่อเข้าสู่ร่างกายสิ่งมีชีวิตและมนุษย์ ในที่นี้ยกตัวอย่างงานวิจัยที่ได้ทำการศึกษาผลกระทบจากการได้รับซิลเวอร์ในเตรตกับสัตว์ทดลอง เมื่อได้รับสารปริมาณมากเข้าสู่ร่างกายเป็นระยะเวลาสั้น พบว่า เมื่อระยะเวลาผ่านไป 9 เดือน สัตว์ที่นำมาทดลองจะเกิดอาการหัวใจโตผิดปกติ หรือเป็นมะเร็งได้ ตารางที่ 2.3 ผลกระทบของหนูที่ได้รับไอออนของเงินเข้าไปจากการกินหรือดื่ม และตารางที่ 2.4 ผลกระทบของสัตว์ชนิดต่างๆ เมื่อได้รับสารประกอบของโลหะเงิน

ตารางที่ 2.1 ชนิดของโลหะหนักและความเป็นพิษของโลหะหนักของโลหะหนักเมื่อเข้าสู่ร่างกาย

โลหะหนัก	อาการ
โครเมียม	เวียนศีรษะ ระบายน้ำอย่างรุนแรง อาเจียน หมดสติ ไตวาย และอาจเสียชีวิตได้
ตะกั่ว	ร่างกายอ่อนเพลีย เบื่ออาหาร ปวดศีรษะ โลหิตจาง ถ้าสะสมมากขึ้นจะทำให้มีอาการอัมพาตที่แขนขา สมองไม่ปกติ ชักกะตุก และหมดสติในเวลาต่อมา
ปรอท	คลื่นไส้อาเจียน ท้องเสีย ปวดท้องรุนแรง ถ้าสะสมเป็นเวลานานจะมีอาการเหงือกบวมแดง ฟันหลุดง่าย เบื่ออาหาร อ่อนเพลีย
อาร์เซนิก	อันตรายต่อระบบทางเดินหายใจ ตับอักเสบ เกิดอันตรายต่อระบบโลหิต หัวใจวาย
แคดเมียม	คลื่นไส้อาเจียน ท้องร่วง เป็นตะคริว น้ำลายฟุ้งปาก หากสะสมเป็นเวลานานทำให้เป็นหมัน เป็นมะเร็ง ส่งผลต่อตับและไต และถึงขั้นเสียชีวิตได้
ทองแดง	ระคายเคืองผิวหนัง คลื่นไส้ อาเจียน ปวดท้อง เลือดออกในกระเพาะอาหาร ระบายน้ำ ดีซ่าน บางรายสะสมในเนื้อเยื่อปริมาณมากเป็นเวลานานอาจทำให้เนื้อเยื่อหรือผิวหนังมีสีเขียวได้
แมงกานีส	อาการอัมพาตที่แขนขา สมองไม่ปกติ ชักกะตุก และหมดสติในเวลาต่อมา
เงิน	ระคายเคืองผิวหนัง ระคายเคืองระบบหายใจ เกิดการสะสมในเนื้อเยื่อ บางรายทำให้เนื้อเยื่อเป็นสีเทาเรียกว่าโรคอาร์จีเรีย

จากตารางที่ 2.3 และ 2.4 เห็นได้ว่าไอออนเงินมีพิษมากเมื่อสิ่งมีชีวิตได้รับเข้าไป ทำให้ต้องมีการตรวจวัดเพื่อจำกัดปริมาณให้อยู่ในสภาวะที่เหมาะสม ไม่ส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิต และสิ่งแวดล้อม ดังนั้นแม้ว่าโลหะหนักจะมีประโยชน์ในการทำงานได้หลากหลายด้าน แต่อย่างไรก็ตามการนำไปใช้งานจะต้องมีการกำจัด และควบคุมปริมาณให้เหมาะสม เพื่อป้องกันอันตรายและโทษที่เกิดจากความเป็นพิษของโลหะหนักๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ 2.2** ตารางแสดงค่าความเข้มข้นสูงสุดของโลหะหนักที่ปนเปื้อนในอากาศ ดิน และน้ำขององค์การพิทักษ์สิ่งแวดล้อมอเมริกา (United State Environment Protection Agency, USEPA)

โลหะหนัก	ค่าความเข้มข้นสูงสุดในอากาศ (mg/m <sup>3</sup> )	ค่าความเข้มข้นสูงสุดในดิน (mg/Kg, ppm)	ค่าความเข้มข้นสูงสุดในน้ำดื่ม (mg/L)	ค่าความเข้มข้นสูงสุดในน้ำที่สิ่งมีชีวิตอาศัยอยู่ได้ (mg/L, ppm)
Cd	0.1-0.2	85	0.005	0.008 <sup>Δ</sup>
Pb	--	420	0.01 <sup>TT</sup> (0.0)	0.0058 <sup>Δ</sup>
	1, 5 <sup>*</sup>	7500	5.00	0.0766 <sup>Δ</sup>
Zn <sup>2</sup>	--	<1	0.002	0.05
	5	ค่อนข้างมาก	50	ค่อนข้างมากกว่า 50
Hg	0.01	--	0.0	0.1
Ca	--	--	0.01	--
Ag				
As				

(หมายเหตุ; <sup>TT</sup>WHO ; <sup>1</sup>adapted from U.S.- OSHA; <sup>2</sup>EPA, July 1992; <sup>Δ</sup>USEPA, 1987; Georgia Code, 1993; Florida Code, 1993; Washington Code, 1992; Texas Code, 1991; North Carolina, 1991; \* 1 for chloride fume, 5 for oxide fume; -- no guideline available)

ที่มา : Journal of Physical Sciences, Vol. 2(5), 112-118(2007)

**ตารางที่ 2.3** ผลกระทบต่อสัตว์เมื่อได้รับไอออนของเงินเข้าไป

แหล่งที่มา	ระยะสั้น (ไม่เกิน 14 วัน)			ระยะยาว (มากกว่า 14 วัน)		
	ปริมาณสาร (ppm)	ระยะเวลา	ผลกระทบ	ปริมาณสาร (ppm)	ระยะเวลา	ผลกระทบ
น้ำดื่ม	2589	14 วัน	หนูตาย	95	125 วัน	หนูมีอาการเซื่องซึม
				1587	37 สัปดาห์	หนูมีน้ำหนักลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.4 ผลกระทบของสัตว์ชนิดต่างๆ เมื่อได้รับสารประกอบของโลหะเงิน

ชนิดของสัตว์	สารประกอบ	วิธีการนำเข้า	ปริมาณสาร (มิลลิกรัม/กก./วัน)	เปอร์เซ็นต์ของสารที่หายไป 2 วัน
หนูบ้าน	110 m AgNO <sub>3</sub>	เข้าทางปาก	0.0011	99.61
	110 m AgNO <sub>3</sub>	ฉีดเข้าเส้นเลือดดำ	0.0010	82.08
หนูป่า	110 m AgNO <sub>3</sub>	เข้าทางปาก	0.0002	98.35
	110 m AgNO <sub>3</sub>	ฉีดเข้าเส้นเลือดดำ	0.0002	70.73
ลิง	110 m AgNO <sub>3</sub>	เข้าทางปาก	0.00001	94.35
	110 m AgNO <sub>3</sub>	ฉีดเข้าเส้นเลือดดำ	0.00001	44.08
สุนัข	110 m AgNO <sub>3</sub>	เข้าทางปาก	0.000005	90.38
	110 m AgNO <sub>3</sub>	ฉีดเข้าเส้นเลือดดำ	0.000003	15.00

กระบวนการในการตรวจวัดวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักมีด้วยกันหลายวิธี ซึ่งในที่นี้ขอยกตัวอย่างการวิเคราะห์ปริมาณโลหะโดยใช้เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี (Atomic Absorption Spectrometry, AAS) ซึ่งเป็นเทคนิคที่เกิดขึ้นในปีค.ศ. 1953 โดยนักฟิสิกส์ชาวออสเตรเลียชื่อ Alan Walsh โดยหลักการของเทคนิคนี้จะประกอบด้วยสองกลไก คือ ธาตุในตัวอย่่างดูดกลืนพลังงานแล้วกลายเป็นอะตอมอิสระ และ อะตอมอิสระเกิดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นเฉพาะซึ่งขึ้นกับชนิดของธาตุที่นำมาวิเคราะห์ เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี เป็นเทคนิคที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในการวิเคราะห์ธาตุตัวอย่าง ไม่ว่าจะเป็นตัวอย่างทางการเกษตร ชีวเคมี แร่ น้ำมัน สิ่งแวดล้อมและอาหาร เนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้มีความจำเพาะเจาะจงที่สูง มีความรวดเร็วในการตรวจวัด แต่มีข้อจำกัดคือต้องทำในห้องปฏิบัติการเท่านั้น รวมทั้งเครื่องมือวิเคราะห์มีราคาที่สูง ทำให้ปัจจุบันมีงานวิจัยหลากหลายงานที่พยายามแก้ไขข้อจำกัดในข้อนี้ โดยการพัฒนาเป็นขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน ที่สามารถนำไปพัฒนาเป็นอุปกรณ์ตรวจรู้ หรืออุปกรณ์แบบพกพาสำหรับตรวจวัดไอออนของโลหะได้ แต่การทำให้ขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนมีความจำเพาะเจาะจงเฉพาะไอออนของโลหะหนักที่ทำการศึกษาคือเป็นความท้าทายของผู้วิจัยเป็นอย่างมาก

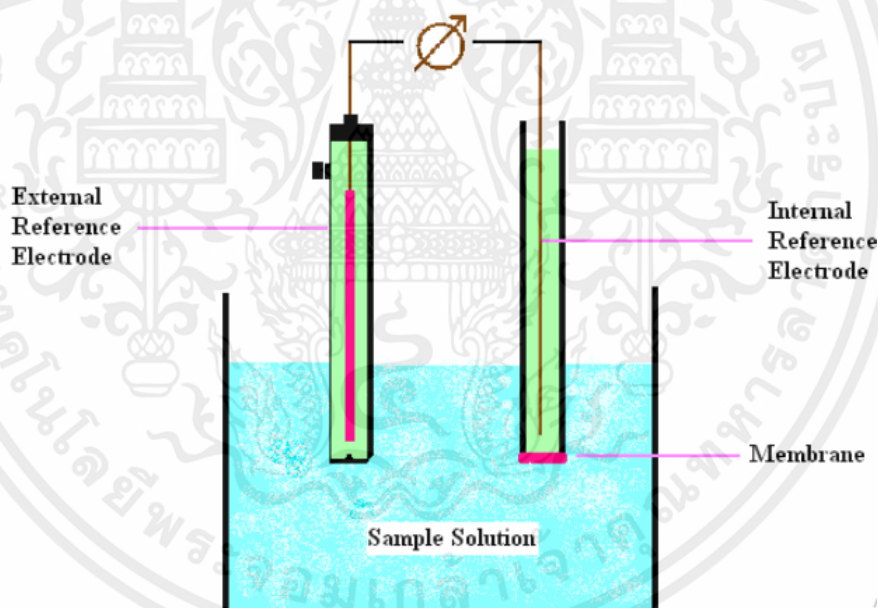
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.2 ขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน (Ion-Selective Electrode, ISE)

ขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดแบบเมมเบรนโดยอาศัยหลักการทํางานโพเทนซิโอเมทรี (Potentiometry) โดยกลไกการตอบสนองขึ้นอยู่กับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า โดยเมมเบรนนี้จะต้องมีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของสารที่ต้องการมาตรวจวัด โดยปกติเมื่อไม่มีไอออนไหลผ่านเมมเบรนค่าความต่างศักย์จะเท่ากับศูนย์ แต่เมื่อไอออนของสารที่ต้องการตรวจวัดไหลผ่านเข้าสู่เมมเบรนจะส่งผลให้เกิดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าระหว่าง 2 ขั้วของเมมเบรน โดยค่าความต่างศักย์ไฟฟ้านี้จะเป็นไปตามสมการของเนิร์นสต์ (Nernst equation) แสดงดังสมการที่ 2.1

$$E_{\text{mem}} = \text{constant} - \frac{RT}{ZF} \ln a \quad (2.1)$$

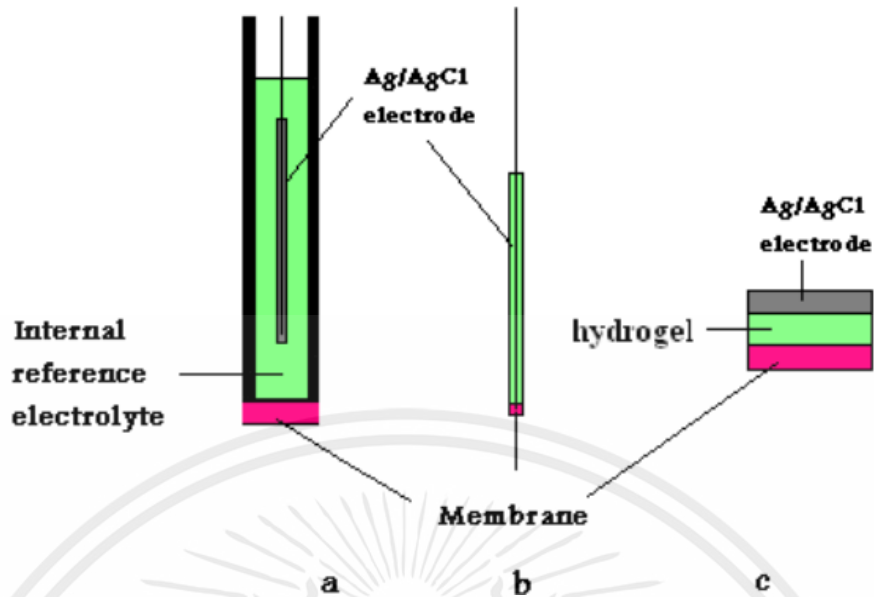
เมื่อ  $z$  และ  $a$  คือประจุ และไอออนที่สนใจศึกษา ตามลำดับ ส่วนประกอบโดยทั่วไปของขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน แสดงดังภาพที่ 2.1 และ 2.2



ภาพที่ 2.1 ส่วนประกอบของขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน (Ion selective electrode, ISEs)

(ที่มา: Sensors, 8, 2331-2412(2008))

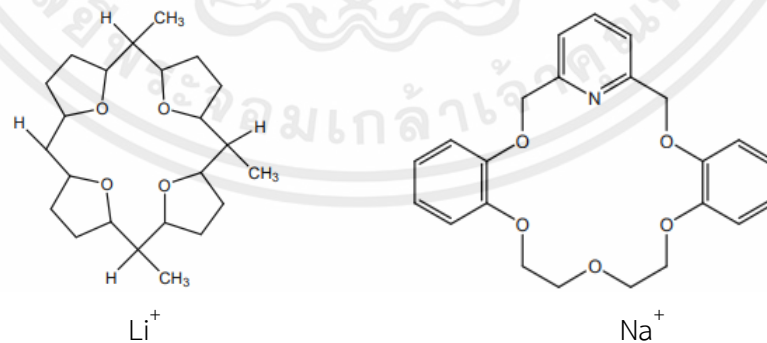
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.2 โครงสร้างของขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน (Ion selective electrode, ISEs) (a) conventional ISE with an internal reference electrode and internal filling solution, (b) coated wire or graphite coated ISE and (c) ISE with a hydrogel contact.

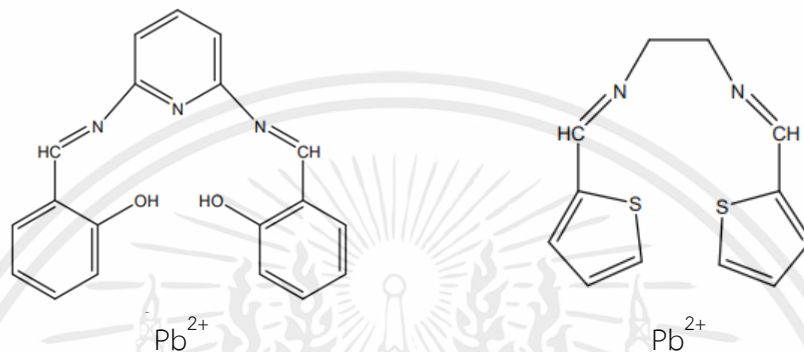
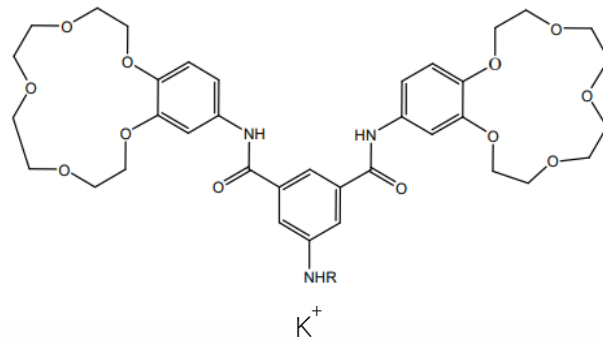
(ที่มา: Sensors, 8, 2331-2412(2008))

ส่วนประกอบสำคัญของขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนคือเมมเบรนที่จะต้องมีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนที่ต้องการตรวจวัด โดยเมมเบรนนี้อาจเป็นได้ทั้งพอลิเมอร์ที่นำไฟฟ้า พอลิเมอร์ไม่นำไฟฟ้า หรือไอโอโนฟอร์ ในงานวิจัยนี้สนใจสารไอโอโนฟอร์แสดงดังภาพที่ 2.3 ซึ่งสารประกอบอินทรีย์ที่สามารถสังเคราะห์เป็นไอโอโนฟอร์ได้คือสารอินทรีย์ในกลุ่มอิมีน (Imine) เรียกว่าชิฟเบส (Schiff base)



ภาพที่ 2.3 ตัวอย่างโครงสร้างไอโอโนฟอร์ (ที่มา: Sensors, 8, 2331-2412(2008))

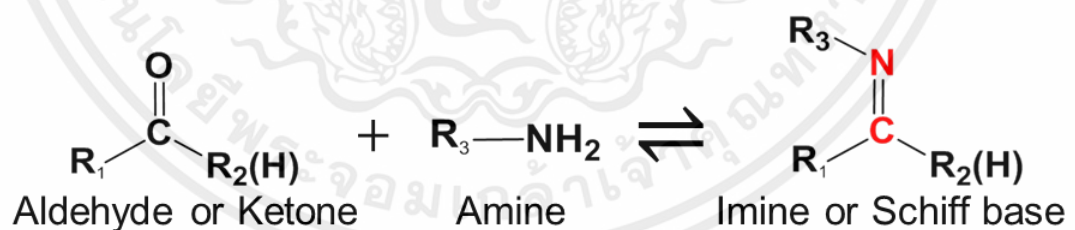
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.3(ต่อ) ตัวอย่างโครงสร้างไอออนฟออร์ (ที่มา: Sensors, 8, 2331-2412(2008))

### 2.3 ชิฟเบส (Schiff base)

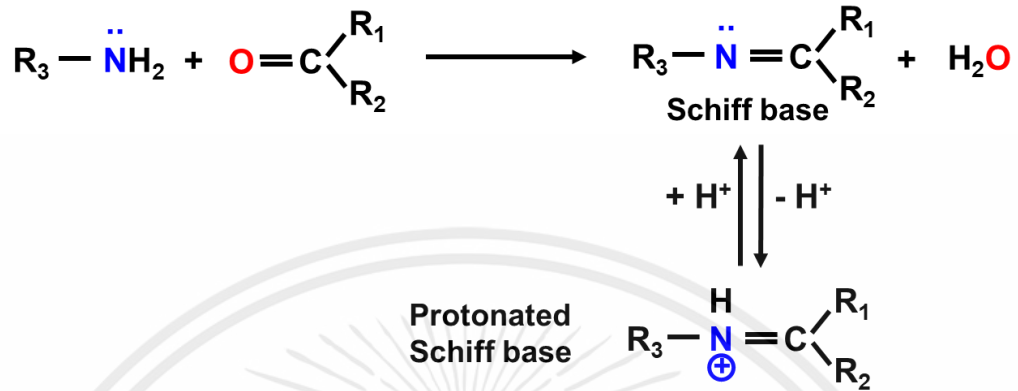
ชิฟเบสเป็นสารประกอบอินทรีย์ ในกลุ่มของอิมิน (Imine,  $RCH=NR'$ ) การสังเคราะห์ชิฟเบสเกิดจากปฏิกิริยาการควบแน่นของอัลดีไฮด์ (Aldehyde) หรือคีโตน (Ketone) และเอมีน (Amine) แสดงดังภาพที่ 2.4



ภาพที่ 2.4 แผนผังแสดงปฏิกิริยาการเกิดชิฟเบส (Schiff base reaction)

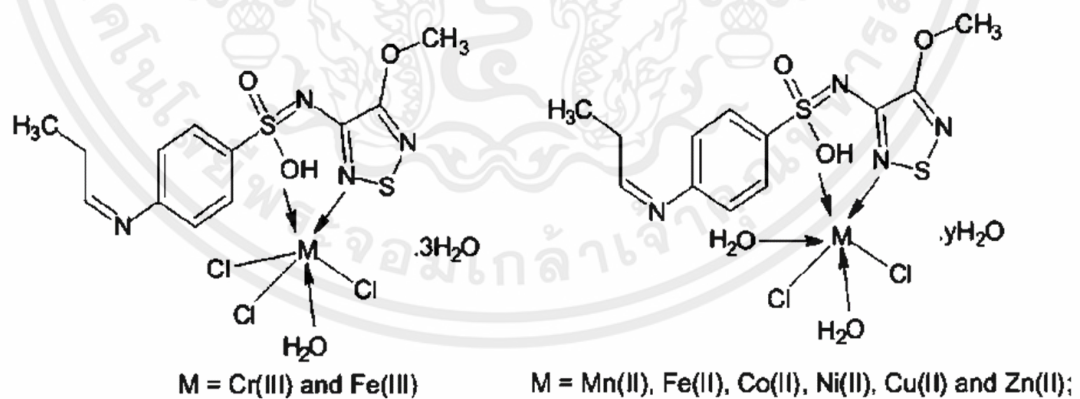
คุณสมบัติเฉพาะของโครงสร้างชิฟเบสคือ มีพันธะคู่ที่เกิดจากอะตอมของคาร์บอน และอะตอมของไนโตรเจน ( $C=N$ ) ซึ่งตำแหน่งพันธะคู่นี้สามารถเปลี่ยนแปลงหรือเกิดอันตรกิริยากับโปรตอนหรือไอออนของโลหะได้ง่าย ดังแสดงดังภาพที่ 2.5 จึงทำให้ชิฟเบสถูกนำมาใช้งาน และพัฒนาในด้านการตรวจวัดไอออนของโลหะหนัก นอกจากนี้ชิฟเบสมีข้อดีคือ สามารถออกแบบและสังเคราะห์ให้เหมาะสมกับโครงสร้างของสารที่จะนำมาตรวจวัดได้ อีกทั้งยังสามารถประยุกต์ใช้ในการ

ทำเมมเบรนที่มีความจำเพาะเจาะจงกับสารที่เราต้องการนำมาตรวจวัดสำหรับเป็นส่วนประกอบใน ขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออน (Ion-selective electrode, ISE) อีกทั้งโครงสร้างของชิฟเบสยังสามารถ ตรวจวัดได้ทั้ง แคตไอออน (cation) และแอนไอออน (anion) ได้



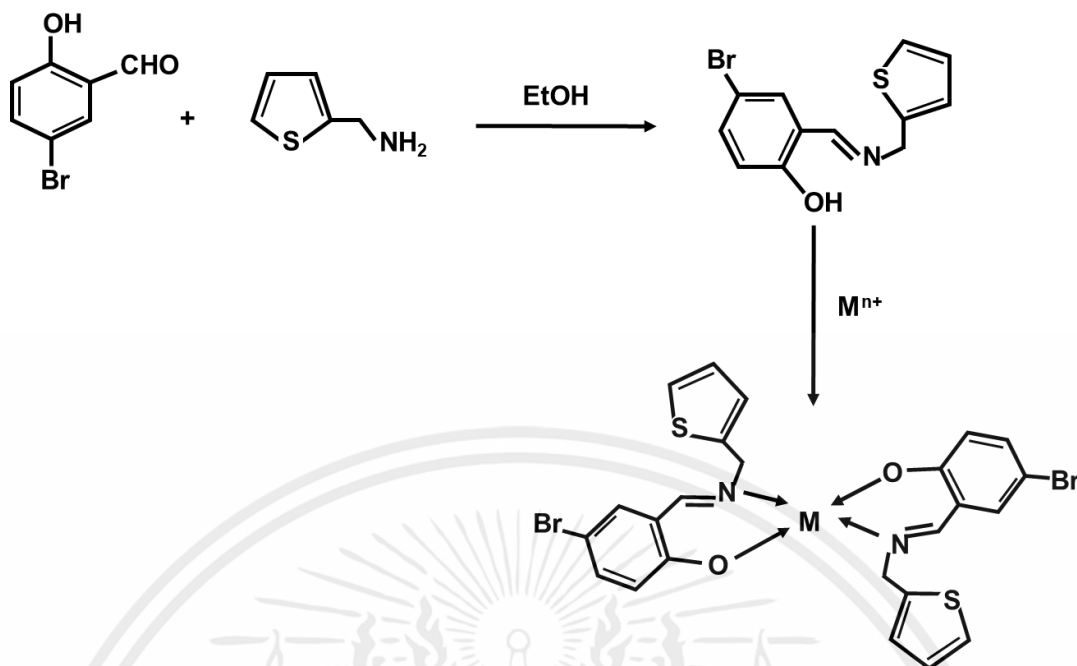
ภาพที่ 2.5 แผนผังแสดงการเกิดอันตรกิริยาชิฟเบสกับโปรตอน

จากภาพที่ 2.5 จะเห็นว่าตำแหน่งที่จับกับไอออนของโลหะของชิฟเบสคือตำแหน่งพันธะคู่ ระหว่างคาร์บอนและไนโตรเจน (C=N) ในโครงสร้างของชิฟเบส ซึ่งอัตราส่วนการเกิดสารประกอบ ระหว่างชิฟเบสกับไอออนของโลหะจะขึ้นอยู่กับเลขออกซิเดชันของโลหะที่มาเกิดสารประกอบแสดง ดังภาพที่ 2.6 และ 2.7 ซึ่งนำเสนอโดย Mohamed และคณะในปี 2010 และ EL-Sherif และ Eldebss ในปี 2011 ตามลำดับ



ภาพที่ 2.6 แผนผังแสดงแสดงสูตรโครงสร้างของสารประกอบชิฟเบสกับไอออนของโลหะ

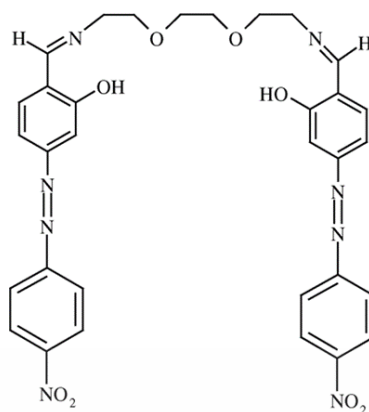
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.7 แผนผังแสดงปฏิกิริยาการเกิด Schiff base และสารประกอบ Schiff base กับไอออนของโลหะที่มีเลขออกซิเดชันเท่ากับ  $2^+$  เมื่อ  $M = \text{Cu(II)}, \text{Ni(II)}$  และ  $\text{Zn(II)}$

จากข้อดีข้างต้นทำให้ในปัจจุบันมีการนำ Schiff base มาประยุกต์ใช้ในสังเคราะห์เป็นเมมเบรนในการตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้ามากขึ้น เช่น ในปี 2015 N. Soltani, N. Tavakkoli และคณะ ได้นำ Schiff base ที่ชื่อว่า N,N'-bis (salicylidene)-arylmethane diamine มาสร้างเป็นเมมเบรนสำหรับขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนในการตรวจวัดพาราเซตามอล โดพามีน และวิตามินซี และปีต่อมา E. Honarmand, M. Motaghefard และคณะ ได้ทำการนำ bis-N-(2-mercaptophenyl) salicylaldimine (MPSI) ซึ่งเป็น Schiff base โมเลกุลมาทำการสร้างขั้วไฟฟ้าสำหรับทำการตรวจวัดโพรเมทาซีน (Promethazine hydrochloride, PMZ) ซึ่งเป็นสารกดประสาทชนิดหนึ่ง ในน้ำลาย และเลือด ซึ่งผลจากงานวิจัยพบว่า Schiff base สามารถทำงานได้ผลที่มีประสิทธิภาพดี คือค่าความจำเพาะเจาะจงที่สูง นอกจากการนำ Schiff base มาประยุกต์ใช้งานในการตรวจวัดสารทางชีวภาพแล้ว Schiff base ยังสามารถประยุกต์ใช้งานทางด้านสิ่งแวดล้อมได้อีกด้วย โดยในปี 2006 M. H Mashhadizadeh และคณะ ได้นำ Schiff base [bis 5-(4-nitrophenylazo) salicylaldimine] 1,8-diamino,3,6-dioxooctan (BNSAO) โครงสร้างแสดงดังภาพที่ 2.8 มาตรึงลงบนขั้วไฟฟ้าสองชนิดคือ ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (Carbon paste electrode, CPE electrode) และขั้วไฟฟ้าไวร์พีวีซีเมมเบรน (Wire PVC membrane electrode, CWE electrode) ทำการตรวจวัดปริมาณไอออนของโลหะเงินใน

สิ่งแวดล้อมทำการเปรียบเทียบกับเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี (Atomic Absorption Spectrometry, AAS) ซึ่งผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 2.5 ออกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



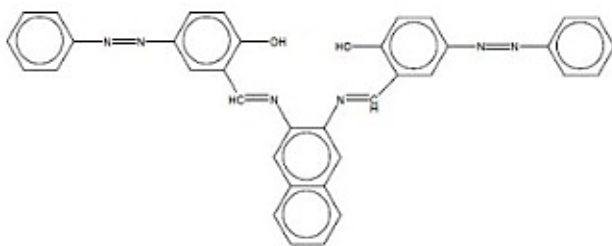
ภาพที่ 2.8 ตัวอย่างโครงสร้างซิปเบส [bis 5-(4-nitrophenylazo) salicylaldehyde] 1,8-diamino,3,6-dioxooctan (BNSAO) ของ M. H Mashhadizadeh และคณะ (ที่มา : Sensor and Actuators B113 : 930-936 (2008))

ตารางที่ 2.5 ความเข้มข้นต่ำสุดของไอออนของโลหะเงิน ( $Ag^+$ ) ที่วัดได้ โดยทำการเปรียบเทียบระหว่างเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี (AAS) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลง

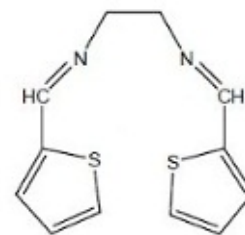
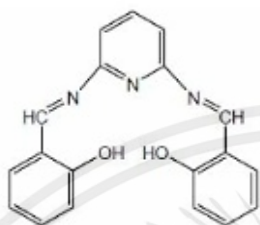
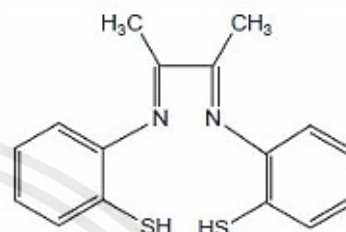
ตัวอย่าง	ปริมาณ $Ag^+$ (ppm)	AAS	CWE electrode (ppm)	CPE electrode (ppm)
น้ำก๊อก	15.56	-	15.2 ( $\pm 0.1$ )	15.5 ( $\pm 0.1$ )
น้ำเสีย	18.2	-	17.9 ( $\pm 0.1$ )	18.6 ( $\pm 0.1$ )
น้ำจากแม่น้ำ	17.3	-	17.5 ( $\pm 0.1$ )	17.4 ( $\pm 0.1$ )
จากแผ่นฟิล์ม	0.0	2.37 mg/g	2.39 ( $\pm 0.03$ ) mg/g	2.38 ( $\pm 0.02$ ) mg/g
	4.23 mg/g	6.71 mg/g	6.65 ( $\pm 0.08$ ) mg/g	6.67 ( $\pm 0.07$ ) mg/g

ซึ่งจากผลการทดลองของ M. H Mashhadizadeh และคณะ ดังตารางที่ 2.5 ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงโดยการตรึงซิปเบสที่สร้างขึ้น สามารถตรวจวัดไอออนของโลหะเงินได้ใกล้เคียงกับเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี ซึ่งเป็นเทคนิคในการตรวจวัดโลหะหนักโดยทั่วไป นอกจากนี้ยังมีตัวอย่างซิปเบสที่มีการใช้งานสำหรับตรวจวัดไอออนของโลหะแสดงดังตารางที่ 2.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



bis(5-phenylazosalicylaldehyde)-2,3-naphthalenediimine

*N,N'*-bis-thiophene-2-ylmethyleneethane-1,2-diamine*N,N'*-bis(salicylidene)-2,6-pyridinediamine

bis(2-mercaptoanil) diacetyl (BMDA)

ภาพที่ 2.9 ตัวอย่างโครงสร้างชิฟเบส (ที่มา : Sensor, 8, 1645-1730(2008))

ตารางที่ 2.6 โครงสร้างของชิฟเบสที่สังเคราะห์เพื่อนำมาใช้ในการตรวจวัดวิเคราะห์แคตไอออน (cation) และแอนไอออน (anion)

Ions	Ionophore	Slope (mV decade <sup>-1</sup> )	Linear Range (M)	Interfering ions (log K <sub>sel</sub> > -2)
Al <sup>3+</sup>	Bis(5-phenylazosalicylaldehyde)-2,3-naphthalene diimine	19.3	5×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	Li <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Ag <sup>+</sup>
Sn <sup>2+</sup>	6-(4-nitrophenyl)-2,4-diphenyl-3,5-diazabicyclo-[3.1.0]-hex-2-ene	28.8	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Tl <sup>+</sup> , Mn <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup> , Cs <sup>+</sup>
Pb <sup>2+</sup>	Bis(acetylacetone)- <i>p</i> -phenylenediamine-lead(II)[LPb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O complex ionophore	30.0	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	-
	<i>N,N'</i> -bis(5-methylsalicylidene)- <i>p</i> -diphenylmethane diamine	29.4	5×10 <sup>-6</sup> -0.10	Zn <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , K <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>
	<i>N,N'</i> -bis(3-methylsalicylidene)- <i>p</i> -phenylmethane diamine	30.3	2×10 <sup>-5</sup> -0.10	Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>
	Schiff base as a neutral carrier	29.4	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Cu <sup>2+</sup>
	<i>N,N'</i> -bis-thiophene-2-ylmethyleneethane-1,2-diamine	29.8	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	-
	<i>N,N'</i> -bis(salicylidene)-2,6-pyridinediamine	29.4	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	K <sup>+</sup> , Ag <sup>+</sup>
	<i>N,N'</i> -dibenzyl-1,4,10,13-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane(I)	30.0	8.2×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Cd <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Ag <sup>+</sup>
Y <sup>3+</sup>	2-(((E)1,2-diphenyl-2-[(2-2-sulfanylphenyl)imino]ethylidene)amino)-1-benzenethiol	19.2	1×10 <sup>-7</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	Sc <sup>3+</sup>
La <sup>3+</sup>	Bis(2-mercaptoanil) diacetyl	19.7	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Ce <sup>3+</sup> , Gd <sup>3+</sup>
	Bis(thiophenyl)phenylene-1,3-diamine	19.6	1×10 <sup>-7</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Sm <sup>3+</sup> , Ce <sup>3+</sup>
Ce <sup>3+</sup>	<i>N,N'</i> -bis[2-(salicylideneamino) ethyl]ethane-1,2-diamine	20.0	1.4×10 <sup>-7</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	La <sup>3+</sup>
Gd <sup>3+</sup>	2-{3-[2-sulfanylphenyl)imino]-1-methylbutylidene}amino] phenylhydrosulfide	19.8	1×10 <sup>-1</sup> -1×10 <sup>-5</sup>	Tb <sup>3+</sup> , Dy <sup>3+</sup> , Eu <sup>3+</sup>
	Bis(thiophenyl)pyridine-2,6-diamine	19.4	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	La <sup>3+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Hg <sup>2+</sup>
Tb <sup>3+</sup>	<i>N,N'</i> -bis(pyrrolidene) benzene-1,2-diamine	19.8	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	La <sup>3+</sup> , Yb <sup>3+</sup> , Dy <sup>3+</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.6(ต่อ) โครงสร้างของซีฟเบสที่สังเคราะห์เพื่อนำมาใช้ในการตรวจวัดวิเคราะห์แคตไอออน (cation) และแอนไอออน (anion)

Ions	Ionophore	Slope (mV decade <sup>-1</sup> )	Linear Range (M)	Interfering ions (log K <sub>set</sub> > -2)
Dy <sup>3+</sup>	<i>N,N</i> -bis(pyrrolidene) benzene-1,2-diamine	20.6	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Ce <sup>3+</sup> ,La <sup>3+</sup>
	[( <i>E</i> )- <i>N</i> -(2-hydroxybenzylidene)-benzohydraide]	20.1	1×10 <sup>-2</sup> -1×10 <sup>-6</sup>	Yb <sup>3+</sup> ,Tm <sup>3+</sup> ,Na <sup>+</sup>
Ho <sup>3+</sup>	<i>N</i> -(1-thien-2-yl-methylene)-1,3-benzothiazol-2-amine	19.7	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	Lu <sup>3+</sup> ,Dy <sup>3+</sup> ,Gd <sup>3+</sup>
Lu <sup>3+</sup>	<i>N</i> -(thien-2-ylmethylene)-pyridine-2,6-diamine	20.5	1×10 <sup>-2</sup> -1×10 <sup>-6</sup>	Nd <sup>3+</sup> ,Dy <sup>3+</sup> ,Gd <sup>3+</sup>
UO <sub>2</sub> <sup>2+</sup>	2,2'-[1,2-ethandiyl bis (nitrioloethylidene)]bis(1-naphthalene)	28.5	1×10 <sup>-1</sup> -1×10 <sup>-7</sup>	Mg <sup>2+</sup> ,Cu <sup>2+</sup>
Cr <sup>3+</sup>	4-hydroxysalicylade-2-mercaptoanil	20.2	3×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Na <sup>+</sup> ,La <sup>3+</sup> ,Pb <sup>2+</sup>
	2,3,8,9-tetraphenyl-1,4,7,10-tetraazacyclododeca-1,3,7,9-tetraene	19.5	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Ag <sup>+</sup>
	2-hydroxybenzaldehyde-O,O'-(1,2-dioxetane-1,2-diyl) oxime	19.6	1.5×10 <sup>-6</sup> -8×10 <sup>-3</sup>	Ce <sup>3+</sup> ,Cu <sup>2+</sup>
	<i>N</i> -(1-thien-2-ylethylidene)-benzene-1,2-diamine	19.9	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Fe <sup>3+</sup> ,Eu <sup>3+</sup> ,Mg <sup>2+</sup>
	<i>N</i> -(acetoacetanilide)-1,2-diaminoethane	19.8	8.9×10 <sup>-8</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	-
	<i>N,N</i> -bis (acetoacetanilide)-triethylenetetrammine	19.8	8.9×10 <sup>-8</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	-
Mn <sup>2+</sup>	<i>N,N',N'',N'''</i> -1,5,8,12-tetraazadodecane-bis(salicylaldiminato)	30.0	5×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Cd <sup>2+</sup> ,Fe <sup>3+</sup> ,Ni <sup>2+</sup>
Fe <sup>3+</sup>	2-[2-hydroxy-1-propenyl-buta-1,3-dienylimino)-methyl]-4-ptolylazo-phenol	28.5	3.5×10 <sup>-6</sup> -4×10 <sup>-2</sup>	Fe <sup>2+</sup> ,Cr <sup>3+</sup>
Co <sup>2+</sup>	5-((4-nitrophenyl)azo)- <i>N</i> -(2,4-dimethoxyphenyl)salicylaldimine	29.0	9×10 <sup>-7</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	K <sup>+</sup> ,Ag <sup>+</sup>
Ni <sup>2+</sup>	thiophene-derivative Schiff base	29.5	5×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	
	<i>N,N'</i> -bis-(4-dimethylaminobenzylidene)-benzene-1,2-diamine	30.0	1×10 <sup>-2</sup> -2×10 <sup>-7</sup>	Tl <sup>+</sup> ,Ag <sup>+</sup>
	<i>N</i> -(2-hydroxybenzyl)- <i>N'</i> -(2-hydroxybenzylidene)-ethylenediamine	30.0	6.3×10 <sup>-6</sup> -5×10 <sup>-1</sup>	Ag <sup>+</sup> ,Co <sup>2+</sup> ,Hg <sup>2+</sup>
	<i>N<sup>1</sup>,N<sup>2</sup></i> -bis((naphthalen-1-ymethylene)ethane-1,2-diamine	29.9	1×10 <sup>-1</sup> -5×10 <sup>-6</sup>	Na <sup>+</sup> ,K <sup>+</sup> ,Ba <sup>2+</sup> ,Co <sup>2+</sup> , Ag <sup>+</sup> ,Zn <sup>2+</sup>
Cu <sup>2+</sup>	Naphthol-derivative Schiff's base	29.0	5×10 <sup>-6</sup> -5×10 <sup>-2</sup>	Na <sup>+</sup> ,Hg <sup>2+</sup> ,Ni <sup>2+</sup>
	Bis-2-thiophenal propanediamine	29.1	1×10 <sup>-1</sup> -6×10 <sup>-8</sup>	Ag <sup>+</sup>
	New thiophene-derivative Schiff's base	29.3	6×10 <sup>-8</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Zn <sup>2+</sup> ,Hg <sup>2+</sup>
	Diphenylisocyanate bis(acetylacetone) ethylenedinnine	29.8	1×10 <sup>-1</sup> -1×10 <sup>-6</sup>	-
	2,2'-[4,4'diphenyl-methanebis(nitriolomethylidyne)]-bisphenol	29.0	8×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Hg <sup>2+</sup>
	2,2-[1,2-ethandiyl-bis(nitriolomethylidene)- bis] <i>m</i> -cresol(I)	29.2	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Ni <sup>2+</sup> ,Co <sup>2+</sup> ,Pb <sup>2+</sup>
	2,2-[1,2-ethandiyl-bis(nitriolomethylidene)-bis] <i>p</i> -cresol(II)	29.7	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Ni <sup>2+</sup> ,Co <sup>2+</sup> ,Pb <sup>2+</sup>
	2,2'-[1,2-ethandiyl-bis(nitriolomethylidene)- bis]ortho cresole(III)	28.2	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Ni <sup>2+</sup> ,Co <sup>2+</sup> ,Pb <sup>2+</sup>
	<i>N,N'</i> -bis-pyridin-2-ylmethylenenaphthalene-1,8-diamine	29.6	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	Co <sup>2+</sup>
	Bis(2-hydroxyacetophenone)-butane-2,3-dihydrazone	29.6	5×10 <sup>-8</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	-
	Copper (II) complex of 2,4-dimethyl-1,5,9,12-tetraazacyclopentadeca-1,4-diene	29.9	1.1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Co <sup>2+</sup> ,Mn <sup>2+</sup> ,Ni <sup>2+</sup>
	2-(1'-(4'-(1"-hydroxy-2"-naphthyl)-methyleneamino)butyl imino-methyl)-1-naphthol	29.0	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Tl <sup>+</sup>
	Derived from 2,3-diaminopyridine and omicron-vanilin	29.6	5×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Hg <sup>2+</sup> ,Ag <sup>+</sup>
	2-{1-( <i>E</i> )-2-( <i>Z</i> )-2-[( <i>E</i> )-2-[( <i>Z</i> )-1-(2-hydroxyphenyl) ethylidene] hydrazono)-1-methylpropylidene]-hydrazono}ethylphenol	25.9	1×10 <sup>-11</sup> -1×10 <sup>-5</sup>	Ni <sup>2+</sup> ,Pb <sup>2+</sup> ,Cd <sup>2+</sup>
Copper(II) salicylaniline Schiff's base	30.0	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	Li <sup>+</sup> ,Na <sup>+</sup> ,Cs <sup>+</sup> ,k <sup>+</sup>	
Naphthol-derivative Schiff's base	29.5	5×10 <sup>-6</sup> -5×10 <sup>-2</sup>	Hg <sup>2+</sup> ,Ni <sup>2+</sup> ,Na <sup>+</sup>	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.6(ต่อ) โครงสร้างของซีฟเบสที่สังเคราะห์เพื่อนำมาใช้ในการตรวจวัดวิเคราะห์แคตไอออน (cation) และแอนไอออน (anion) (ต่อ)

Ions	Ionophore	Slope (mV decade <sup>-1</sup> )	Linear Range (M)	Interfering ions (log K <sub>set</sub> > -2)
Zn <sup>2+</sup>	<i>N,N'</i> -bis(acetylaceton) ethylenediimine	30.0	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Cu <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Cd <sup>2+</sup>
Ag <sup>+</sup>	Schiff base- <i>p-tert</i> -butylcalix[4]arene	59.7	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Hg <sup>2+</sup>
	A dioxime-type Schiff base, <i>N,N'</i> -bis(2'-hydroxyimino-1'-phenylpropylidene)-1,3- propanediamine, PHO3, derived from <b>α</b> -isonitrosopropiophenone and 1,3-diaminopropane	59.0	1×10 <sup>-6.3</sup> -1×10 <sup>-1.1</sup>	Hg <sup>2+</sup>
	Schiff base <i>p-tert</i> -butyl calix-[4]arene derivatives containing <i>N</i> and <i>O</i> as binding sites	59.0	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Hg <sup>2+</sup>
	Calix[4]arene compound of 5,11,17,23-tetra- <i>tert</i> -butyl-25,27-dihydroxy-calix[4]arene-thiacrown-4	53.8	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	Hg <sup>2+</sup>
	Calix[4] arene derivative	58.9	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	K <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup>
	[Bis 5-(4-nitrophenylazo)salicylaldimine] 1,8-diamino,3,6-dioxooctane	56.2	2×10 <sup>-6</sup> -2.7×10 <sup>-2</sup>	K <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>
Cd <sup>2+</sup>	5-[(4-methylphenyl)azo]- <i>N</i> -(6-amino-2-pyridin)salicylaldimine]	28.0	2×10 <sup>-1</sup> -7.5×10 <sup>-7</sup>	Pb <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup>
	5-[(4-methylphenyl)azo]- <i>N</i> -(2-diamino-2-cyano-1-ethyl cyanide)salicylaldehyde]	22.0	2×10 <sup>-1</sup> -4×10 <sup>-7</sup>	Pb <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup>
	<i>N,N'</i> -[bis(pyridm-2-yl)-formylidene]butane-1,4-diamine	29.5	7.9×10 <sup>-8</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Cu <sup>2+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Cr <sup>3+</sup>
	<i>N</i> -(2-pyridinylmethylene)-1,2-benzenediamine	29.5	7.9×10 <sup>-8</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Cu <sup>2+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Cr <sup>3+</sup>
Hg <sup>2+</sup>	Bis(2-hydroxybenzophenone)butane-2,3-dihydrazone	29.7	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Fe <sup>3+</sup> , Cd <sup>2+</sup> , La <sup>3+</sup>
SCN <sup>-</sup>	Tricoordinate Schiff base copper(II) complex	-57.6	2.6×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	-
	Bis- <i>N,O</i> -bidentate Schiff base 2,2'-[methylenebis(4,1-phenylenenitrimethylidene)]bisphenol	-57.5	1×10 <sup>-3.5</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	N <sup>3-</sup> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>
	Cadmium-Schiff's base complex	-57.0	1×10 <sup>-5</sup> - 1×10 <sup>-1</sup>	-
	( <i>N,N'</i> -bis-salicylidene-1,2-ethylenediamine)	-59.1	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , I <sup>-</sup>
	2,2'-[(1,3-dimethyl-1,3-propanediylidene)dinitrilo] bisbenzenethiolato cadmium(II)	-58.9	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , Br <sup>-</sup>
Butane-2,3-dione bis(salicylhydrazonato) zinc(II)	-56.5	1×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Schiff base complex of Zn(II)	-29.7	5×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	SCN <sup>-</sup> , ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
	Strontium Schiff's base complex (SS)	-29.2	1×10 <sup>-2</sup> -1×10 <sup>-6</sup>	SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , Cl <sup>-</sup>
	Zinc-Schiff base	-29.2	1×10 <sup>-2</sup> -1×10 <sup>-6</sup>	-
	<i>N,N'</i> -ethylenbis(5-hydroxysalicylideneiminato) chromium(III) Chloride	-28.9	1.5×10 <sup>-6</sup> -5×10 <sup>-2</sup>	I <sup>-</sup> , HPO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
F <sup>-</sup>	Gallium(III)-Schiff base	-61.1	1×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	SCN <sup>-</sup>
Cl <sup>-</sup>	Ruthenium(III) Schiff's base	-54.5	1×10 <sup>-1</sup> -3×10 <sup>-6</sup>	-
	Schiff base complex of cobalt(II)	-59	2.5×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	Br <sup>-</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ 2.6(ต่อ) โครงสร้างของซีฟเบสที่สังเคราะห์เพื่อนำมาใช้ในการตรวจวัดวิเคราะห์แคตไอออน (cation) และแอนไอออน (anion) (ต่อ)**

Ions	Ionophore	Slope (mV decade <sup>-1</sup> )	Linear Range (M)	Interfering ions (log K <sub>set</sub> > -2)
I <sup>-</sup>	Schiff base complex of Fe(III)	-71.0	1×10 <sup>-6</sup> -5×10 <sup>-1</sup>	SCN <sup>-</sup> , F <sup>-</sup> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>
	[5,10,15,20-tetrakis(4- <i>N,N</i> -dimethylaminobenzene)porphyrinato] Mn(III) acetate	-59.4	1×10 <sup>-2</sup> -7.5×10 <sup>-6</sup>	Salicylate, SCN <sup>-</sup> , ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
I <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Bis (salicylaldehyde) ethylenediamine mercury(II) complex	-59.0	5×10 <sup>-8</sup> -10×10 <sup>-2</sup>	-
	<i>N,N'</i> -1,2-propylene-bis-(5-methylsalicylidene iminato) copper(H)	-61.4	4×10 <sup>-5</sup> -0.7×10 <sup>-1</sup>	I <sup>-</sup> , SCN <sup>-</sup> , ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
	A Charge-Transfer Complex of (1,3-diphenyl-dihydro-1H-imidazole -4,5-dione dioxide with Iodide	-59.3	1×10 <sup>-7</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	-
	Bis- <i>N,O</i> -bidentate Schiff base	-61.4	4×10 <sup>-5</sup> -0.7×10 <sup>-1</sup>	I <sup>-</sup>
	2-((( 2-(( <i>E</i> )-1-(2-hydroxyphenyl) methylidene)amino)phenyl imino) methyl)phenol with iodine	-59.0	5×10 <sup>-8</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	-
	Schiff base 2,2'[[4,4'-diphenylmethane bis (nitromethylidene)] bisphenol, L, with copper (II)	-60.0	6×10 <sup>-6</sup> -8×10 <sup>-1</sup>	SCN <sup>-</sup> , Salicylate
	Schiff base 2,2'[[4,4'-diphenylmethane bis (nitromethylidene)] bisphenol, L, with iron (III)	-60.0	5×10 <sup>-5</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	SCN <sup>-</sup> , Salicylate
Saly- cilate	Schiff base complexes of Co(III)	-57.2	1.6×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-1</sup>	SCN <sup>-</sup>
	The complex <i>N,N'</i> -1,4-butylene bis(3-methyl salicylidene iminato) copper(II)	-59.1	1×10 <sup>-6</sup> -1	-
Cys- teine	<i>N,N'</i> -bis(salicylidene)-1,2-phenylenediaminocobalt(II)	-59.0	2×10 <sup>-6</sup> -1×10 <sup>-2</sup>	-

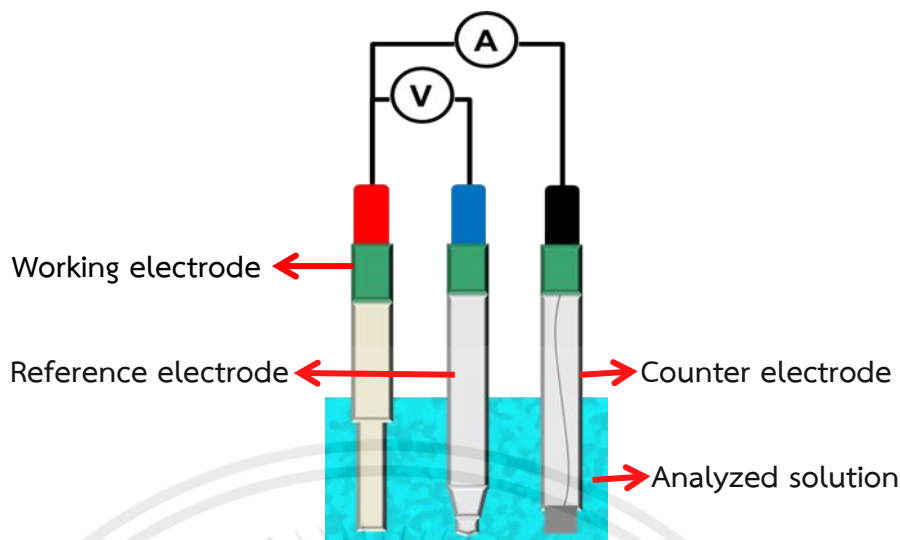
ที่มา : Sensor, 8, 1645-1730(2008)

จากตารางที่ 2.6 จะเห็นได้ว่าซีฟเบสมีความนิยมนำมาใช้งานอย่างแพร่หลาย และน่าสนใจเป็นอย่างมากในการปรับปรุงพัฒนาเป็นเมมเบรนสำหรับการวัดทางเคมีไฟฟ้า เนื่องจากมีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนที่ต้องการตรวจวัดสูง อีกทั้งจุดเด่นอีกอย่างหนึ่งของซีฟเบสคือสามารถสังเคราะห์ได้ง่ายอีกด้วย

## 2.4 การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemical detection)

การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมีจะประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 3 ขั้ว คือ ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working electrode, WE) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode, RE) เป็นโลหะเงิน (Ag/AgCl) และขั้วไฟฟ้าช่วย (Counter electrode, CE) เป็นแพลททินัม (Pt) โดยขั้วไฟฟ้าทั้งหมดทำงานภายใต้สารละลายของไอออนที่ต้องการตรวจวัดส่วนประกอบแสดงดังภาพที่ 2.10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

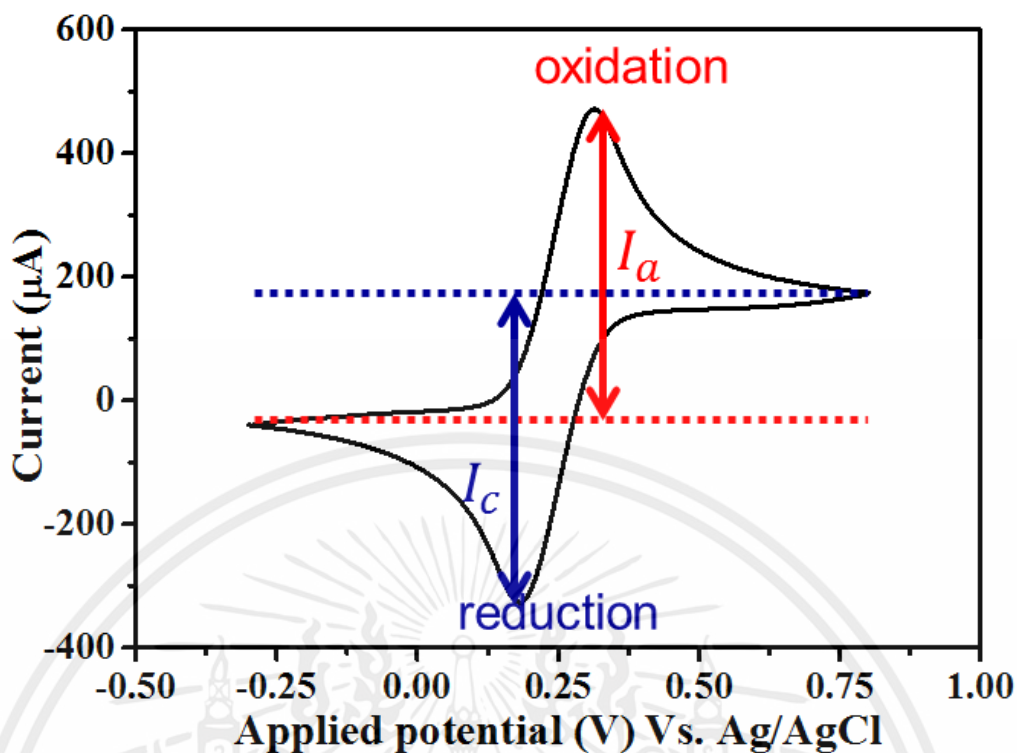


ภาพที่ 2.10 ส่วนประกอบของอุปกรณ์การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมี

หลักการการทำงานจะใช้เทคนิคโวลแทมเมทรี (Voltammetry) ซึ่งเป็นเทคนิคที่เกี่ยวข้องกับ ศักย์ไฟฟ้าที่ควบคุมได้จากวงจรอิเล็กทรอนิกส์ภายนอกที่ทำกับขั้วไฟฟ้าของเซลล์ไฟฟ้าเคมี เมื่อมี ไอออนหรือสารบางชนิดที่อยู่ในสารละลาย หรือสารบางชนิดที่อยู่ในสารละลายสามารถเกิดปฏิกิริยา หรือทำให้เกิดการถ่ายเทอิเล็กตรอน (Electron transfer reaction) จากปฏิกิริยานี้ให้เกิดศักย์ไฟฟ้า ที่ขั้วไฟฟ้าทำ เป็นผลให้เกิดกระแสไฟฟ้าไหลผ่านขั้วไฟฟ้าทำงาน ขนาดของกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจะมีความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารที่เกิดปฏิกิริยา ไชคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic Voltammetry, CV) เป็นเทคนิคหนึ่งที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative analysis) โดยหลักการ ทำงานของไชคลิกโวลแทมเมทรีเกี่ยวข้องกับปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox reaction) รูปแบบของ ศักย์ไฟฟ้าของเทคนิคไชคลิกโวลแทมเมทรีจะเป็นแบบไซเคิลเป็นสามเหลี่ยม โดยขั้วไฟฟ้าทั้งหมดจุ่ม อยู่ในสารละลายที่อยู่หนึ่ง แล้ววัดค่ากระแสที่เกิดขึ้น โดยศักย์ไฟฟ้าที่ขั้วทำงานจะถูกควบคุมเมื่อ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ผลที่ได้จากการวิเคราะห์แสดงเป็นไชคลิกโวลแทมโมแกรม (Cyclic Voltammogram) ที่วัดได้จากกระแสไฟฟ้าที่ขั้วทำงานในระหว่างสแกนศักย์ไฟฟ้า

จากภาพที่ 2.11 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าทำงานในระหว่างสแกนศักย์ไฟฟ้า แกนตั้งคือค่ากระแส และแกนนอนคือค่าศักย์ไฟฟ้า เมื่อพิจารณาพีคบนสุดจากจุดยอดของพีคลาก เส้นตัดกับแกนศักย์จะได้ตำแหน่งศักย์ของพีคทางด้านแอโนดิก หรือ  $E_a$  (anodic peak potential) ซึ่งมีค่าเป็นบวก และความสูงของพีคคือกระแสแอโนดิก หรือ  $I_a$  (anodic peak current) ในทางกลับ เมื่อพิจารณาพีคด้านล่างสุดจากจุดยอดลากเส้นตัดกับแกนศักย์จะได้ตำแหน่งศักย์ของพีคพีคทางด้าน แคโทดิก หรือ  $E_c$  (cathodic peak potential) และมีความสูงของพีคคือกระแสแคโทดิก หรือ  $I_c$  (cathodic peak current) ซึ่งตำแหน่งของพีคที่เกิดขึ้นจะเป็นค่าเฉพาะของสารแต่ละตัว และกระแส ของพีคจะมีความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการเรียนการสอนเท่านั้น มิใช่เพื่อเผยแพร่หรือใช้ประโยชน์อื่นใด  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีเหตุผลบางประการที่ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

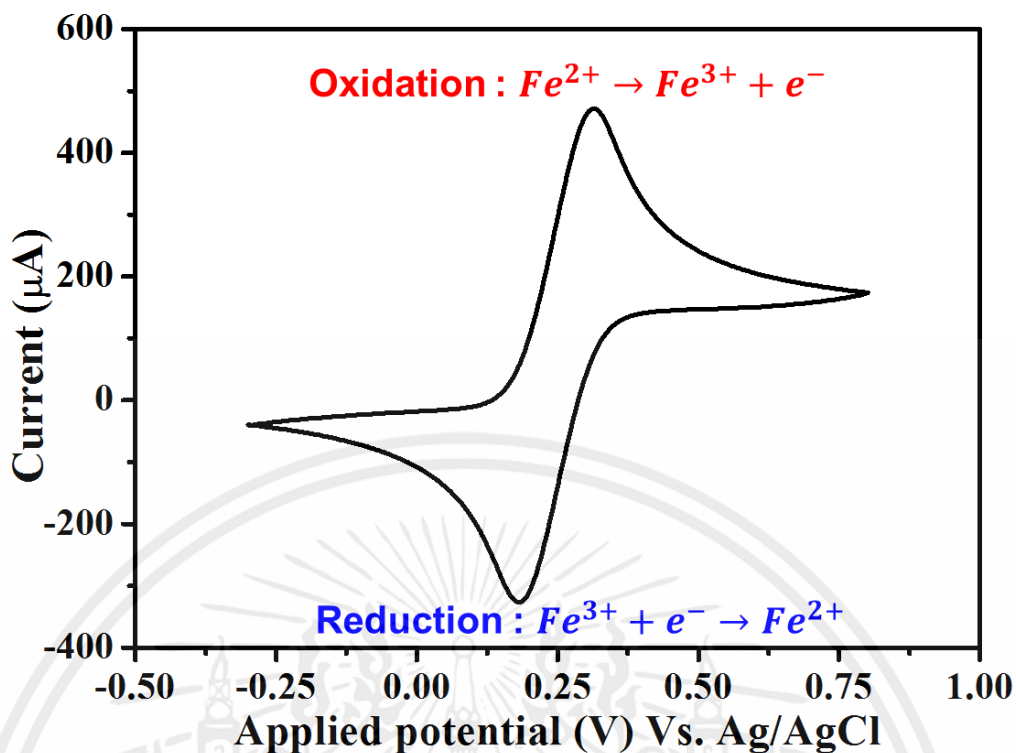


ภาพที่ 2.11 ไชคลิกโวลแทมโมแกรม (Cyclic Voltammogram)

พารามิเตอร์ที่สำคัญในไซคลิกโวลแทมโมแกรม คือ ค่าศักย์ไฟฟ้าสูงสุด และกระแสสูงสุดของสัญญาณแบบแอโนดิก หรือแคโทดิก ตามแต่สารเหล่านั้นจะแสดงออกมา หากสารนั้นเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน คือมีการให้อิเล็กตรอน ตำแหน่งของสัญญาณกระแสที่ได้จะเป็นกระแสแคโทดิก ในทางกลับกัน หากสารนั้นเกิดปฏิกิริยารีดักชัน คือมีการรับอิเล็กตรอน ตำแหน่งของสัญญาณกระแสที่ได้จะเป็นกระแสแคโทดิก และหากปฏิกิริยาที่สารออกซิเดชันรับอิเล็กตรอน หรือเกิดปฏิกิริยารีดักชัน มีอัตราเร็วเท่ากับสารรีดิวซ์ให้อิเล็กตรอน หรือเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน จะเรียกปฏิกิริยาแบบนี้ว่าเป็นปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีแบบย้อนกลับ (Electrochemically reversible) และระยะห่างระหว่างพีค (peak separation) จะมีค่าเท่ากับ  $E_p$  ดังสมการที่ 2.2

$$\Delta E_p = [E_a - E_c] = 2.303 \frac{RT}{nF} \quad (2.2)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.12 ไซคลิกโวลแทมโมแกรม (Cyclic Voltammogram) ของ  $K_4FeCN_6$  ในสารละลาย ฟอสเฟตบัฟเฟอร์

จากภาพที่ 2.12 แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมของ  $Fe^{2+}$  พบว่า  $Fe^{2+}$  สามารถเกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีแบบย้อนกลับได้ และเมื่อพิจารณาตำแหน่งของกระแสแอโนดิก เกิดจาก  $Fe^{2+}$  มีการให้อิเล็กตรอนกลายเป็น  $Fe^{3+}$  กับ 1 อิเล็กตรอน หรือเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ  $Fe^{2+}$  ดังสมการที่ 2.3



และตำแหน่งแคโทดิก เกิดจาก  $Fe^{3+}$  รับ 1 อิเล็กตรอน กลายเป็น  $Fe^{2+}$  หรือเกิดปฏิกิริยารีดักชันของ  $Fe^{3+}$  ดังสมการที่ 2.4



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

### ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

บทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย เริ่มต้นจากการสังเคราะห์ซีฟเบส ตรวจสอบวัดความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของซีฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้น รวมถึงการประยุกต์ใช้ซีฟเบสเพื่อสร้างเป็นเมมเบรนสำหรับขั้วไฟฟ้าทำงานที่มีความจำเพาะเจาะจงไอออนของโลหะเงิน และการนำขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นมาทำการตรวจวัดปริมาณไอออนของโลหะเงิน รวมทั้งการตรวจสอบสมบัติเฉพาะด้านต่างๆ ของซีฟเบสที่สังเคราะห์ได้ การตรวจสอบคุณสมบัติของเมมเบรนซีฟเบสบนขั้วไฟฟ้าทำงาน อาทิ เช่น หมู่ฟังก์ชันของซีฟเบส ลักษณะพื้นผิวทางกายภาพของเมมเบรนซีฟเบส และการหาประสิทธิภาพการทำงานของขั้วไฟฟ้าที่สร้างขึ้นในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน อาทิ การหาค่าการตอบสนอง ทดสอบความแม่นยำ ทดสอบความเสถียรในการใช้งาน รวมถึงระยะเวลาในการเก็บรักษา ในภาพที่ 3.1 แสดงไดอะแกรมขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นจะต้องมีคุณสมบัติดังต่อไปนี้

1. มีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน (Selectivity)
2. มีความไวต่อการตอบสนอง (Sensitivity)
3. สามารถตรวจวัดไอออนที่มีความเข้มข้นต่ำได้ (Limit of detection, LOD)
4. มีช่วงความเข้มข้นในการตรวจวัดที่กว้าง (Dynamic range)
5. สามารถใช้งานซ้ำได้ (Repeatability)
6. มีความเสถียรภาพในการใช้งาน (Stability)
7. มีระยะเวลาในการเก็บรักษาที่นาน (Storage time)
8. ผลกระทบของไอออนของโลหะอื่นๆ ที่มีต่อขั้วไฟฟ้าดัดแปลง (Interference)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สังเคราะห์ชิฟเบส และทำการตรวจวัดคุณสมบัติทางสัณฐานวิทยา

- อินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (FTIR)
- นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรสโกปี (NMR)
- แก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรสโกปี (GC-MS)



ตรวจวัดความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของชิฟเบสที่สังเคราะห์ด้วย  
กระบวนการทางไฟฟ้าเคมี

- ไชคลิกโวลแทมเมทรี (CV)
- แอมเปอร์โรเมทรี (AMP)



สร้างขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบเจาะจงไอออน โดยทำการตรึงชิฟเบส  
(SB) ลงบนขั้วไฟฟ้าสกรีนพริ้นท์ (SPE) และทำการตรวจวัด  
พื้นผิวหลังจากทำการตรึง

- ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (SB/PCB electrode)
- ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode)



วัดไอออนของโลหะเงินด้วยขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบเจาะจงไอออน  
ด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี

- ไชคลิกโวลแทมเมทรี (CV)
- แอมเปอร์โรเมทรี (AMP)
- อิเล็กโทรเคมีคอล อิมพีแดนซ์สเปกโทรเมทรี (EIS)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของงานวิจัยหรือการที่ขอใช้สิทธิ์ในชื่อผู้แต่งหรือชื่อสถาบันการศึกษา  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาพที่ 3.1 ไตอะแกรมขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

### 3.1 กระบวนการสังเคราะห์ชิฟเบส

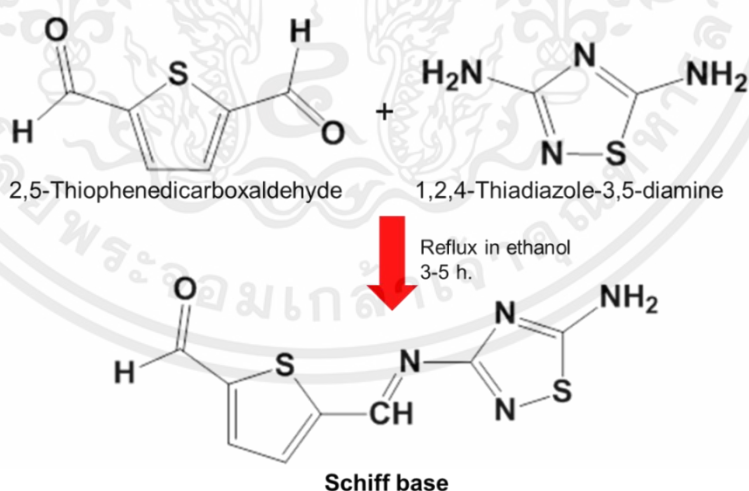
3.1.1 เตรียมสารละลายของ 1,2,4-ไทโดอะโซล-3,5-ไดเอมีน โดยนำ 1,2,4-ไทโดอะโซล-3,5-ไดเอมีน ซึ่งอยู่ในซองของแข็ง มีลักษณะเป็นผงสีขาวน้ำหนัก 0.1000 กรัม (0.7 มิลลิโมล) ผสมในตัวทำละลายเอทานอล 100 มิลลิลิตร หลังจากนั้นคนให้สารทั้งสองผสมกันเป็นเนื้อเดียว

3.1.2 เตรียมสารละลายของ 2,5-ไทโอพีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์ โดยนำ 2,5-ไทโอพีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์ ซึ่งอยู่ในรูปของแข็ง มีลักษณะเป็นผงสีเหลืองน้ำหนัก 0.1360 กรัม (0.7 มิลลิโมล) ผสมในตัวทำละลายเอทานอล 100 มิลลิลิตร หลังจากนั้นคนให้สารทั้งสองผสมกันเป็นเนื้อเดียว

3.1.3 นำสารละลายของ 1,2,4-ไทโดอะโซล-3,5-ไดเอมีน ที่ได้จาก 3.1.1 ผสมกับสารละลายของ 2,5-ไทโอพีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์ ที่ได้จาก 3.1.2 นำสารผสมที่ได้ใส่ในขวดก้นกลม ให้ความร้อนแก่สารละลายผสม และเข้าสู่กระบวนการรีฟลักซ์แบบควบแน่น (Reflux Condenser) โดยควบคุมความร้อนให้อยู่ที่อุณหภูมิของสารละลายผสมอยู่ที่ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 3-5 ชั่วโมง โดยในระหว่างปฏิกิริยาทำการกวนตลอดเวลา

3.1.4 เมื่อปฏิกิริยาการรีฟลักซ์สิ้นสุดลงนำไปเข้าสู่กระบวนการระเหย (Evaporation) ด้วยเครื่องระเหยสารแบบหมุน (Rotary Evaporator) โดยให้ความเร็วรอบอยู่ที่ 1000 รอบต่อนาที (rpm) และให้ความร้อนของการระเหยที่ 60 องศาเซลเซียส รอจนตัวทำละลายระเหยออกหมดจะได้เป็นของแข็งสีเหลืองอยู่ในขวดก้นกลม

3.1.5 ผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่ได้คือชิฟเบสที่มีลักษณะเป็นผงสีเหลือง ต่อก็นำผลิตภัณฑ์เข้าสู่ขั้นตอนของกระบวนการทดสอบคุณสมบัติต่อไป



ภาพที่ 3.2 กระบวนการสังเคราะห์ชิฟเบส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2 การตรวจวัดความจำเพาะเจาะจงของไอออนของโลหะเงินของซีฟเบส

ข้อมูลของไซคลิกโวลแทมเมตรี (cyclic Voltammetry, CV) ได้จาก AUTOLAB Potentiostat โดยให้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าในช่วง -0.6 โวลต์ ถึง 1.0 โวลต์ โดยใช้ขั้วทอง (Au) เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน (working electrode, WE) , โลหะเงิน (Ag/AgCl) เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode) และ แพลททินัม (platinum) เป็นขั้วไฟฟ้าช่วย (counter electrode) กระบวนการทั้งหมดอยู่ในสถานะอุณหภูมิห้อง

การเตรียมสารละลายเพื่อทำการวิเคราะห์

3.2.1 เตรียมสารละลายของซีฟเบสลิแกนด์ ที่มีความเข้มข้น 1 ไมโครโมลาร์ โดยมีตัวทำละลายเป็นอะซิโตนไนไตรต์

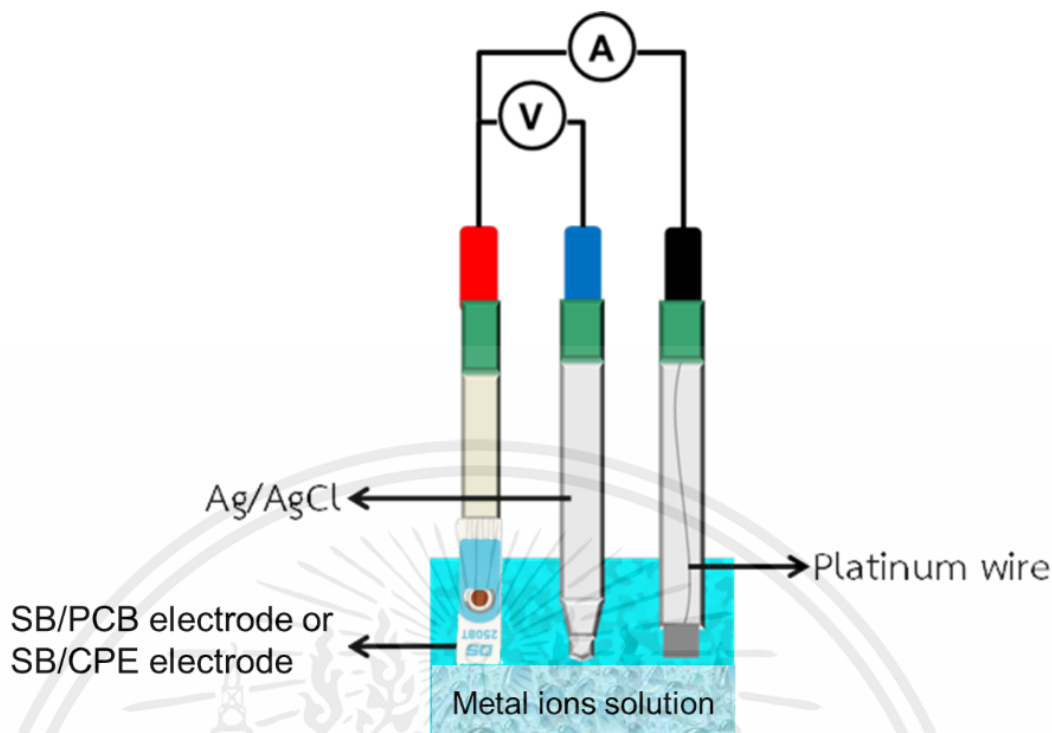
3.2.2 เตรียมสารละลายไอออนของโลหะหนักที่ความเข้มข้น 1 ไมโครโมลาร์ ในน้ำปลอดประจุ สารละลายทั้งหมดประกอบไปด้วย  $C_4H_6CdO_4$ ,  $C_4H_6FeO_4$ ,  $C_4H_6HgO_4$ ,  $C_4H_6MnO_4$ ,  $C_4H_6PbO_4$ ,  $AgNO_3$ ,  $Al(NO_3)_3$ ,  $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ,  $Fe(NO_3)_3$ ,  $Ni(NO_3)_2$ ,  $CrO_3$ ,  $Fe_2O_3$  และ  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

3.2.3 ในกระบวนการวัดผล ทำโดยการเติมสารละลายของซีฟเบสปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ หรือถ้วยแก้วสำหรับใส่สาร หลังจากนั้นเติมสารละลายไอออนของโลหะปริมาตร 5 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ 3 นาที แล้วทำการวัดผล

3.2.4 ทำการวัดด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีให้ค่าความต่างศักย์ในช่วง -0.6 โวลต์ ถึง 1.0 โวลต์

3.2.5 ทำตามข้อ 3.2.3 และ 3.2.4 โดยเปลี่ยนชนิดของสารละลายไอออนของโลหะจนครบ

3.2.6 นำผลข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์ผล



ภาพที่ 3.3 ส่วนประกอบของการวัดเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

### 3.3 กระบวนการนำซีพเบสมาตรึงลงบนขั้วไฟฟ้าสำหรับสร้างขั้วไฟฟ้าแบบเจาะจงไอออนที่มีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน

ในกระบวนการนี้ เลือกใช้ขั้วไฟฟ้าที่มีพื้นผิวแตกต่างกัน 2 ชนิด คือ ขั้วไฟฟ้าแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (printed circuit board gold electrode, PCB electrode) ซึ่งมีพื้นผิวเป็นโลหะทอง และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (carbon paste electrode, CPE electrode) ซึ่งมีพื้นผิวเป็นคาร์บอน โดยในกระบวนการตรึงซีพเบสลงบนขั้วไฟฟ้าทั้งสองใช้กระบวนการสปินโคท (Spin coating) ความเข้มข้นของซีพเบสในปริมาณที่เท่ากัน และทำภายใต้สภาวะเดียวกัน

#### 3.3.1 กระบวนการทำความสะอาด และการปรับปรุงพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (CPE electrode) ก่อนการตรึงซีพเบส

3.3.1.1 นำขั้วไฟฟ้าเปล่าทั้งสองชนิดมาจัดคราบฝุ่นละอองโดยการล้างด้วยเอทานอล น้ำ และเอทานอล ตามลำดับ โดยใช้ระยะเวลาในการล้างครั้งละ 3 นาที

3.3.1.2 นำขั้วไฟฟ้าหลังจากจัดคราบฝุ่นละอองแล้วมาทำการจำกัดพื้นผิวที่ต้องการตรึงซีพเบส

3.3.1.3 นำขั้วไฟฟ้าหลังจากจำกัดพื้นที่แล้วมาทำการปรับปรุงพื้นผิวอีกครั้งด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemical Polishing) โดยให้ค่าความ

ต่างศักย์มีค่า -0.3 โวลต์ ถึง 0.8 โวลต์ กระบวนการทั้งหมดอยู่ภายใต้สารละลายของโพแทสเซียมเฟอร์โรไซยาไนด์ ( $K_4FeCN_6$ ) ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 โมลาร์

3.3.1.4 ได้ขั้วไฟฟ้าที่สะอาดและพร้อมสำหรับการนำไปตรึงซิฟเบสลงบนขั้วในกระบวนการต่อไป

3.3.2 กระบวนการตรึงซิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (printed circuit board gold electrode, PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (carbon paste electrode, CPE electrode)

3.3.2.1 หยดสารละลายซิฟเบสที่มีความเข้มข้น 3 มิลลิโมลาร์ในสารละลายเอทานอลลงบนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวแล้ว

3.3.2.2 ทำการตรึงซิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าโดยใช้เทคนิคสปินโคท (Spin coated) โดยใช้ความเร็วรอบในการหมุน 1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 วินาที

3.3.2.3 ซิฟเบสตรึงอยู่บนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลง โดยเรียกขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่ได้ว่า ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (printed circuit board gold electrode modified with schiff base, SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (carbon paste electrode modified with Schiff base, SB/CPE electrode) หลังจากนั้นนำขั้วไฟฟ้าดัดแปลงทั้งสองไปตรวจวัดไอออนของโลหะเงินด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี

3.4 การตรวจวัดไอออนของโลหะเงินด้วยขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (printed circuit board gold electrode modified with schiff base, SB/PCB electrode) SB/PCB electrode และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (carbon paste electrode modified with schiff base, SB/CPE electrode)

3.4.1 ไชคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic voltammetry, CV)

ข้อมูลของไชคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic Voltammetry, CV) ทำได้โดยให้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าในช่วง -0.6 โวลต์ ถึง 0.8 โวลต์ โดยขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB และขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/CPE

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์การใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีเหตุผลเบื้องต้นที่ และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.1.1 เตรียมสารละลายไอออนของโลหะเงินที่มีความเข้มข้น  $1 \times 10^{-10}$  โมลาร์ ถึง  $1 \times 10^{-5}$  โมลาร์

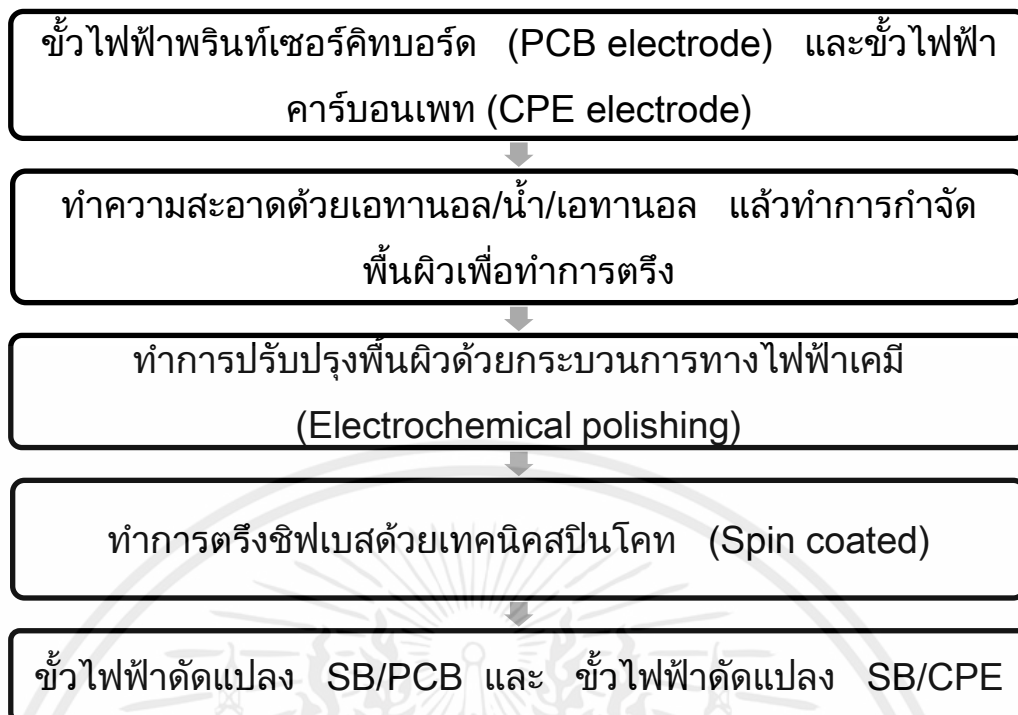
- 3.4.1.2 ในกระบวนการวัดผล ทำการหดยสารละลายปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงบนขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้น
- 3.4.1.3 ตรวจวัดไอออนของโลหะเงินด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีโดยให้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าในช่วง -0.6 โวลต์ ถึง 0.8 โวลต์
- 3.4.1.4 ทำตามข้อ 3.4.2 และ ข้อ 3.4.3 โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายไอออนของโลหะเงินจนครบ
- 3.4.1.5 นำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์ผล

### 3.4.2 แอมเปอร์โรเมทรี (Amperometry, AMP)

ข้อมูลแอมเปอร์โรเมทรี (Amperometry, AMP) สำหรับขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB ทำได้โดยให้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า -0.18 โวลต์ และสำหรับขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/CPE ทำได้โดยให้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.54 โวลต์

- 3.4.2.1 เตรียมสารละลายไอออนของโลหะเงินที่มีความเข้มข้น  $1 \times 10^{-10}$  โมลาร์ ถึง  $1 \times 10^{-5}$  โมลาร์
- 3.4.2.2 ในกระบวนการวัดผล ทำการหดยสารละลายปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงบนขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้น
- 3.4.2.3 ตรวจวัดไอออนของโลหะเงินด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีโดยให้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าในช่วงที่กำหนดไว้ข้างต้น แล้วทำการวัดผลเป็นเวลา 3 นาทีสำหรับขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB และ 5 นาที สำหรับขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/CPE
- 3.4.2.4 ทำตามข้อ 3.4.2 และ ข้อ 3.4.3 โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายไอออนของโลหะเงินจนครบ
- 3.4.2.5 นำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์ผล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 3.4 ไดอะแกรมแสดงกระบวนการสร้างขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB electrode และ SB/CPE electrode

### 3.5 กระบวนการทดสอบคุณสมบัติพื้นฐานวิทยาของชิฟเบส และขั้วไฟฟ้าดัดแปลง

#### 3.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างของชิฟเบสด้วยอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (IR spectroscopy)

โครงสร้างของชิฟเบสวัดคุณสมบัติด้วยอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (FTIR) ซึ่งเป็นเทคนิคในการหาหมู่ฟังก์ชันในโมเลกุลของสารประกอบอินทรีย์ที่สะดวก และรวดเร็ว และมีประสิทธิภาพ โดยข้อมูล อินฟราเรดของชิฟเบสได้จาก Perkin-Elmer Spectrum Two FT-TR with UATR วัดค่าการทะลุผ่าน (Transmittance) โดยให้เลขคลื่นอยู่ช่วง  $4000-450 \text{ cm}^{-1}$  โดยการวัดผลทำในสภาวะอุณหภูมิห้อง

### 3.5.2 การตรวจสอบโครงสร้างของซีฟเบสด้วยนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรสโกปี (Nuclear magnetic resonance spectroscopy, NMR)

ตำแหน่งเคมีคอลชิฟ (Chemical shift, ppm) ของซีฟเบสได้จาก Bruker Biospin GmbH ที่ใช้ความถี่ในการวิเคราะห์ 400 เมกะเฮิร์ตซ์ โดยใช้ตัวทำละลายคือ ไดเมทิล ซัลฟอกไซด์-ดี 6 (Dimethyl sulfoxide-d<sub>6</sub>, DMSO-d<sub>6</sub>) โดยมีวิธีการเตรียมดังนี้

3.5.2.1 ทำการละลาย 1,2,4-ไทไดอะโซล-3,5-ไดเอมีน, 2,5-โทโอพีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์ และ ซีฟเบสด้วย ไดเมทิล ซัลฟอกไซด์-ดี 6

3.5.2.2 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 1 ใส่ลงในหลอด NMR โดยให้สารละลายมีความสูงประมาณ 3 ถึง 5 เซนติเมตรของหลอด

3.5.2.3 นำไปทดสอบคุณสมบัติ แล้วนำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์ผล

### 3.5.3 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (PCB electrode), ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (CPE electrode), ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscopy, AFM)

การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม ทำให้ทราบถึงความสูงต่ำของพื้นผิวได้ และกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมสามารถจำลองสภาพพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าก่อนดัดแปลง และขั้วไฟฟ้าหลังทำการดัดแปลง ได้ทั้ง 2 มิติ และ 3 มิติ รวมทั้งสามารถแสดงความขรุขระและการตรึงของซีฟเบสบนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลง โดยข้อมูลภาพ 2 มิติ และ 3 มิติได้จาก Seiko SPA-400 ติดตั้งที่วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังโดยการวัดผลทำในสภาวะอุณหภูมิห้อง

3.5.4 การตรวจสอบลักษณะกายภาพพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าพรีนซ์เซอร์คิโทบอร์ด (PCB electrode), ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (CPE electrode), ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนซ์เซอร์คิโทบอร์ด (SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM) ทำงานควบคู่กับเอเนอร์จิสเปกโตรสโกปีเอกซเรย์สเปกโทรเมทรี (Energy Dispersive X-ray Spectrometry)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้ในการศึกษาลักษณะทางกายภาพของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าก่อนดัดแปลง เทียบกับขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้น โดยภาพที่ได้จะเป็นภาพขาว-ดำ 2 มิติ โดยหลักการการทำงานจะทำการตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) หลังจากการเกิดอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่างคือขั้วไฟฟ้าก่อนดัดแปลง และขั้วไฟฟ้าดัดแปลง เมื่อตรวจวัดค่าสัญญาณของอิเล็กตรอนนี้ได้แล้ว จะนำค่าสัญญาณที่ได้ไปแสดงผลเป็นภาพ 2 มิติ ในงานวิจัยนี้ใช้กำลังขยายในการวัด 1000x ในส่วนของเอเนอร์จิสเปกโตรสโกปีเอกซเรย์สเปกโทรเมทรี ใช้เพื่อตรวจสอบปริมาณธาตุบนขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่ทำการตรึงซิงค์เฟส โดยในงานวิจัยนี้ทำการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของธาตุในหน่วยพื้นที่ 10 ตารางไมโครเมตร โดยข้อมูลภาพ 2 มิติของกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด และเปอร์เซ็นต์ของธาตุบนขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นได้จาก Scanning Electron Microscope model EVO@MA10 ติดตั้งที่วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

ในส่วนของบทนี้จะกล่าวถึงผลการดำเนินงานวิจัย การสังเคราะห์ซิฟเบสและตรวจสอบคุณสมบัติของโครงสร้างซิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้น แล้วทำการทดสอบความจำเพาะเจาะจงไอออนของซิฟเบส หลังจากนั้นทำการสร้างขั้วไฟฟ้าที่มีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนโดยทำการตรึงซิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าสองขั้วคือ ขั้วไฟฟ้าพรีนซ์เซอร์คิทบอร์ดและขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท หลังจากการตรึงซิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าแล้ว หลังจากนั้นทำการตรวจสอบคุณสมบัติสัณฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนซ์เซอร์คิทบอร์ด (printed circuit board gold electrode modified with schiff base, SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (carbon paste electrode modified with schiff base, SB/CPE electrode) หลังจากนั้นนำขั้วไฟฟ้าที่ดัดแปลงนี้ไปทำการวัดไอออนของโลหะเงินด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมี ซึ่งจะแบ่งออกเป็น 4 ส่วนดังนี้

#### 4.1 การวัดคุณสมบัติสัณฐานวิทยาของซิฟเบส

##### 4.1.1 การวัดคุณสมบัติด้วยอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี

ภาพที่ 4.1 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของซิฟเบส ลักษณะกราฟเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเลขคลื่น (Wavenumber,  $\text{cm}^{-1}$ ) และ เปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสง (%Transmittance) จากกราฟสามารถยืนยันได้ว่าโครงสร้างที่สังเคราะห์ขึ้นเป็นโครงสร้างของซิฟเบส เนื่องจากพบพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น  $1653 \text{ cm}^{-1}$  แสดงแถบพลังงานเกิดจากการโค้งงอของโครงสร้างกลุ่มอะโซมีน (azomethine group,  $\text{HC=N-}$ ) ของเซคันดารีอิมิน ( $2^\circ$  Imine,  $\text{R-HC=N-R'}$ ) ในโครงสร้างของซิฟเบส

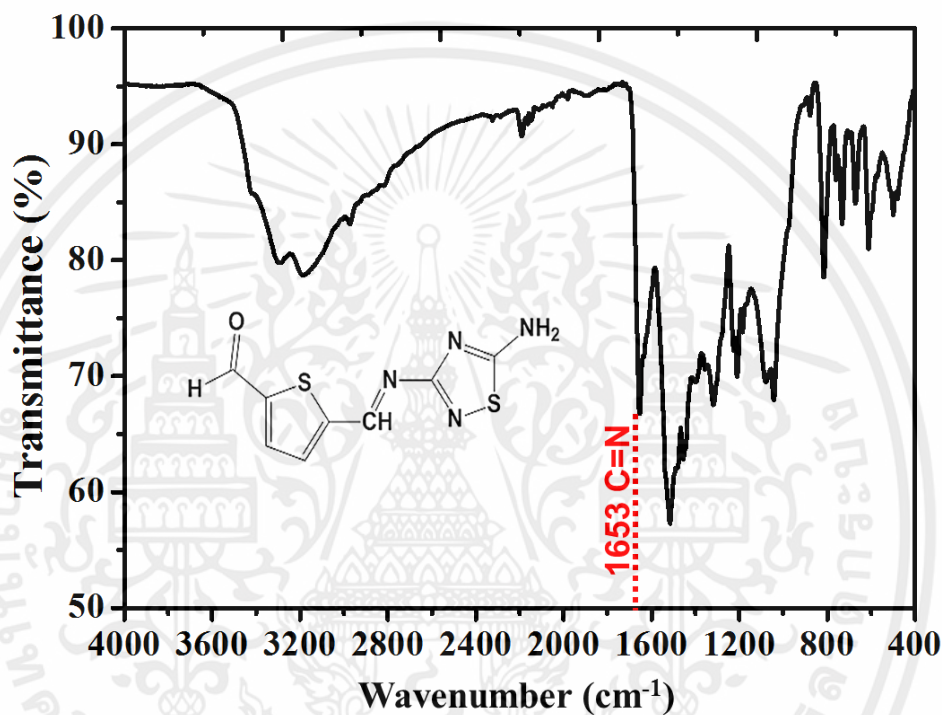
##### 4.1.2 การวัดคุณสมบัติด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรสโกปี

ภาพที่ 4.2 แสดงแมสสเปกตรัมของซิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้น พบว่ามีอัตราส่วนมวลต่อประจุ ( $m/z$ ) อยู่ที่ 255 ซึ่งอาจบอกเป็นนัยว่าโครงสร้างซิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้นมีมวลโมเลกุลประมาณ 255 กรัมต่อโมล ซึ่งใกล้เคียงกับสูตรโมเลกุลของโครงสร้างคือ  $\text{C}_8\text{H}_6\text{ON}_4\text{S}_2$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 ตำแหน่งเลขคลื่นของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของชิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้น

ตำแหน่งเลขคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	หมู่ฟังก์ชัน	รายละเอียด
3400-3200	O-H stretching	แอลกอฮอล์ที่เกิดพันธะไฮโดรเจน
3180	=C-H stretching	อัลคีน และเบนซีน
1653	N=C bending	เซคันดารีอิมิน
~1500	C=C stretching	เบนซีนที่มีหมู่แทนที่
1210	C-O stretching	ฟีนอล



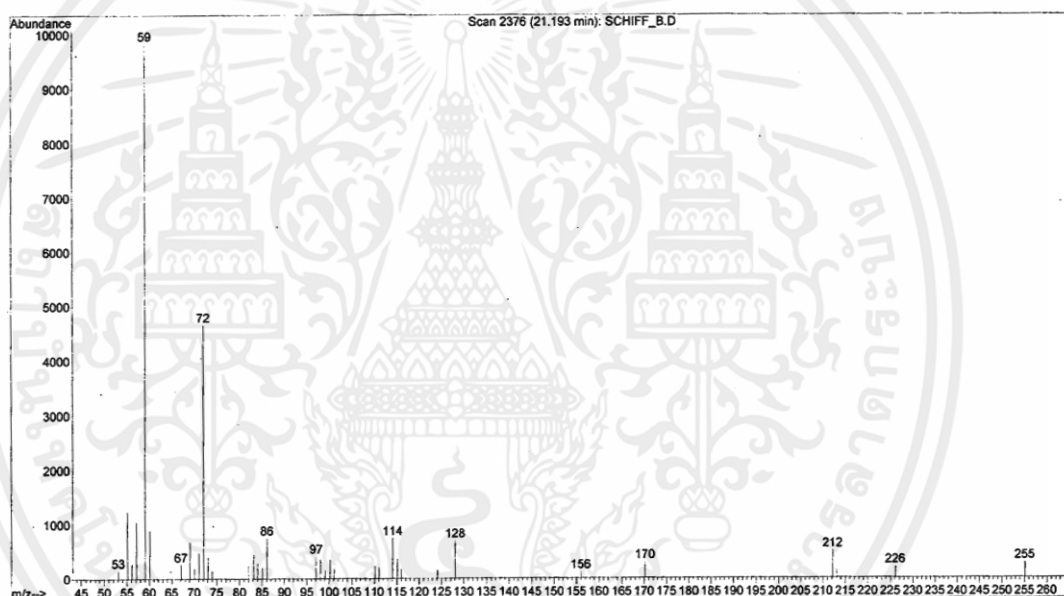
ภาพที่ 4.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของชิฟเบส

#### 4.1.3 การวัดคุณสมบัติด้วยนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรสโกปี

จากการวิเคราะห์ด้วย <sup>1</sup>H-NMR ของสารตั้งต้นคือ 2,5-ไทโอพีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์ และ 1,2,4-ไทโดอะโซล-3,5-ไดเอมีน พบว่ามีตำแหน่ง เคมีคอลชิฟที่ 9.8 ส่วนในล้านส่วน ซึ่งเกิดจากโปรตอนของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ (Aromatic aldehyde, Ar-(C=O)-H) และ 7.5 ส่วนในล้านส่วน ซึ่งเกิดจากโปรตอนของอะโรมาติกไดเอมีน (Aromatic diamine, NH<sub>2</sub>-Ar-NH<sub>2</sub>) ตามลำดับ แสดงดังภาพที่ 4.3(a) และ 4.3(b) แต่ในส่วนของชิฟเบสซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ขึ้นแสดงดังภาพที่ 4.3(c) พบว่ามีเคมีคอล ชิฟ ที่ตำแหน่ง 8.18 ส่วนในล้านส่วน ซึ่งเป็นตำแหน่งของเซคันดารีอิมิน (2° Imine, R-HC=N-R') โดยตำแหน่งเซคันดารีอิมินนี้เป็นการยืนยันว่าสารที่สังเคราะห์ขึ้นเป็นโครงสร้างของชิฟเบส

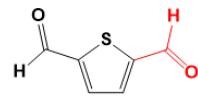
ตารางที่ 4.2 เคมีคอลชิฟ (Chemical shift) สำหรับโปรตอนของสารตั้งต้น และชิฟเบส

Chemical shift (ppm)	Chemical shift (ppm)	รายละเอียด
2,5-ไทโอฟีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์	9.8	อะโรมาติกแอลดีไฮด์
ไฮด์รอกซี 1,2,4-ไทไดอะโซล-3,5-ไดเอมีน	7.5	อะโรมาติกไดเอมีน
ชิฟเบส	8.18	เซคันดารีอิมีน

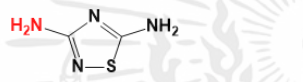
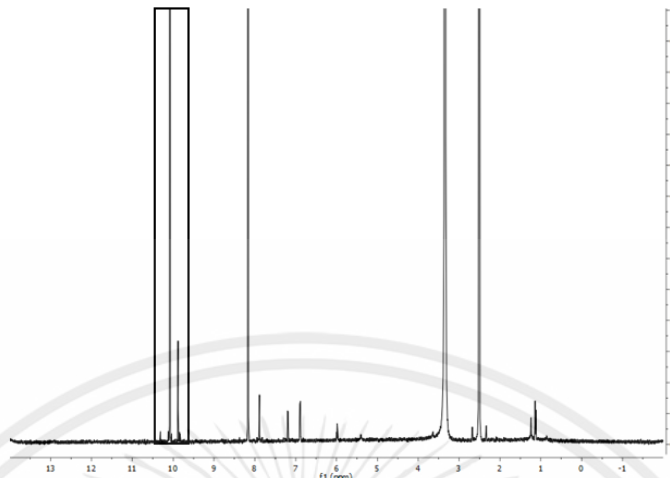


ภาพที่ 4.2 แมสสเปกตรัมของชิฟเบส

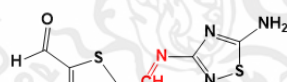
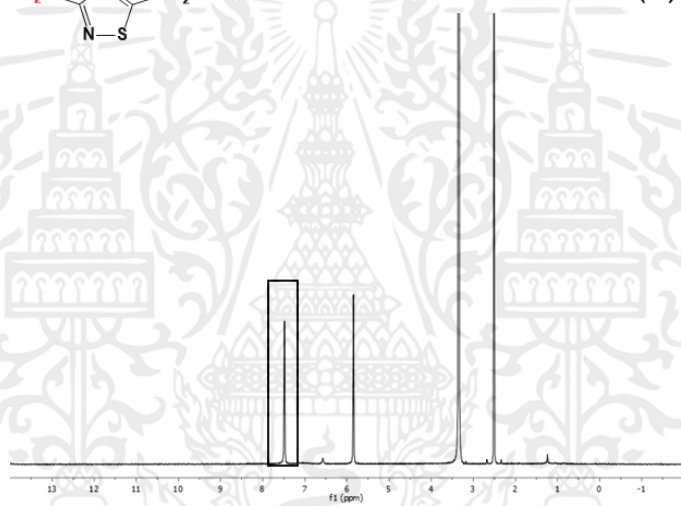
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



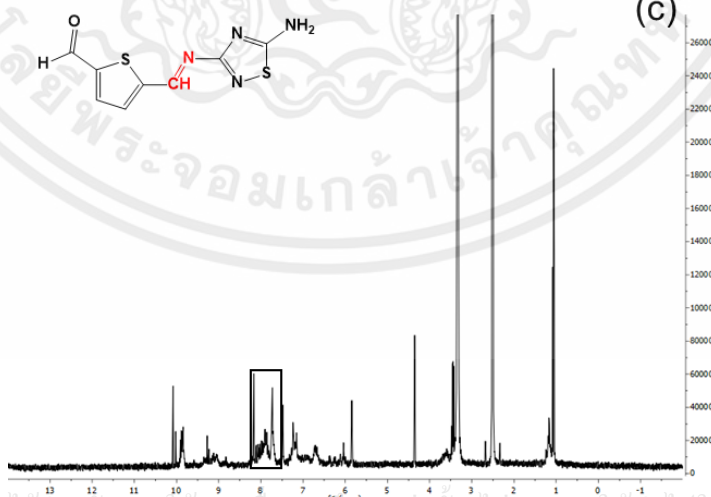
DMSO-d6 (a)



(b)



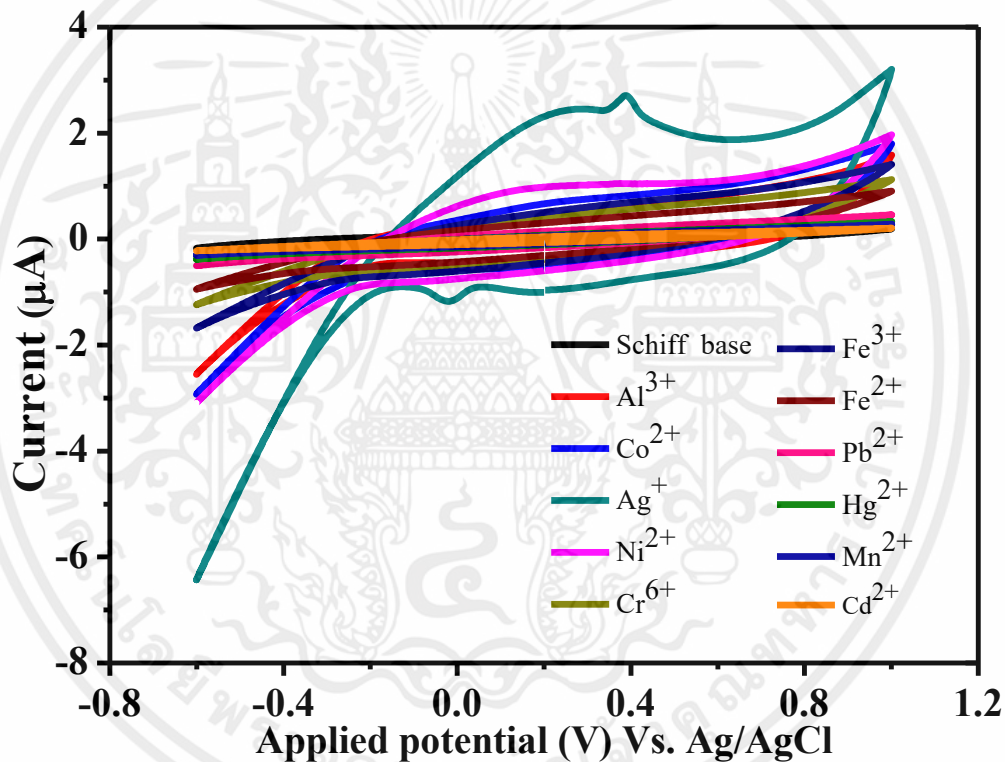
(c)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ภาพที่ 4.3  $^1\text{H}$  NMR ของ (a) 2,5-ไทโอฟีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์, (b) 1,2,4-ไทโอะโซล-3,5-ได  
 เอมีน และ(c) ชิฟเบส

## 4.2 การทดสอบความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของชิฟเบสด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี

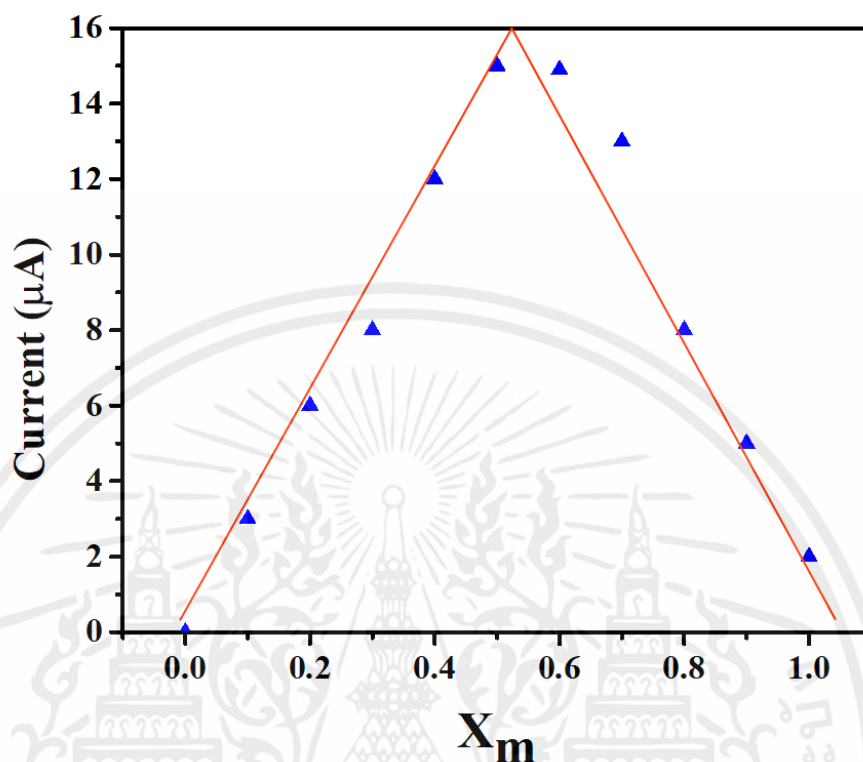
จากภาพที่ 4.4 ไอออนของโลหะหนักซึ่งอยู่ในรูปของสารละลาย จากการทดลองพบว่า ไอออนของโลหะเงิน แสดงให้เห็นค่าศักย์ไฟฟ้าแอนอดิก ( $E_a$ ) ที่ตำแหน่ง 0.38 โวลต์ และค่าศักย์ไฟฟ้าแคโทดิก ( $E_c$ ) ที่ตำแหน่ง -0.03 โวลต์ โดยมีค่ากระแสแอนอดิก ( $I_a$ ) และแคโทดิก ( $I_c$ ) เท่ากับ 2.5 ไมโครแอมแปร์ และ 1.0 ไมโครแอมแปร์ ตามลำดับ ค่าที่ได้เป็นผลมาจากการเกิดการให้ และรับอิเล็กตรอนระหว่างไอออนของเงิน และชิฟเบส เป็นผลให้กระแสไหลผ่านที่ขั้วไฟฟ้าทำงาน แต่เมื่อเปรียบเทียบกับไอออนชนิดอื่นไม่พบกระแสไฟฟ้าทั้งสอง นั้นอาจบอกได้ว่า ชิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้นมีความจำเพาะเจาะจงกับไอออนของเงินเพียงชนิดเดียว



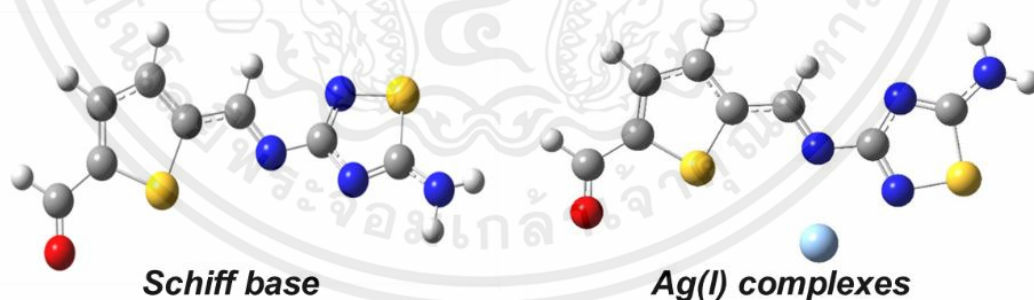
ภาพที่ 4.4 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของชิฟเบสเมื่อทำการตรวจวัดสารละลายไอออนของโลหะหนักต่างชนิดกัน ได้แก่ อะลูมิเนียมไอออน ( $Al^{3+}$ ), โคบอลไอออน ( $Co^{2+}$ ), ไอออนของโลหะเงิน ( $Ag^+$ ), นิกเกิลไอออน ( $Ni^{2+}$ ), โครเมียมไอออน ( $Cr^{6+}$ ), ไอออนของเหล็ก ( $Fe^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ), ไอออนของตะกั่ว ( $Pb^{2+}$ ), ไอออนของปรอท ( $Hg^{2+}$ ), ไอออนของแมงกานีส ( $Mn^{2+}$ ) และไอออนของแคดเมียม ( $Cd^{2+}$ ) ที่ความเข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการสื่อสารเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ไปแจ้งประโยชน์ในการค้า และเมื่อทำการทดสอบหาอัตราส่วนระหว่างไอออนของโลหะเงินกับชิฟเบสลิแกนด์พบว่า ความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัญญาณที่ได้กับอัตราส่วนของ ไอออนของโลหะเงินต่อชิฟเบสลิแกนด์ แสดงดัง

ภาพที่ 4.5 ซึ่งพบว่า  $X_m = 0.5$  ซึ่งอาจบอกได้ว่าอัตราส่วนระหว่างไอออนของโลหะเงินและชิฟเบสเท่ากับ 1:1 ซึ่งโครงสร้างจำลองการจับกันของสารประกอบแสดงดังภาพที่ 4.6



ภาพที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสกับอัตราส่วนของไอออนของโลหะเงินกับชิฟเบส



ภาพที่ 4.6 โครงสร้างของชิฟเบสและสารประกอบของชิฟเบสกับไอออนของโลหะเงิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

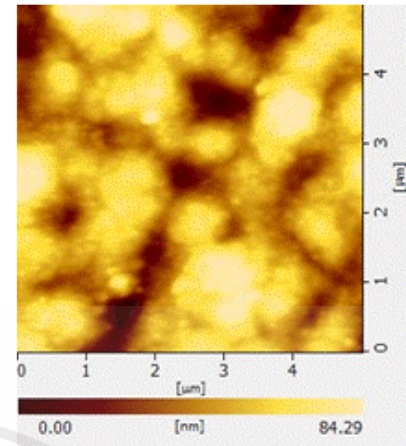
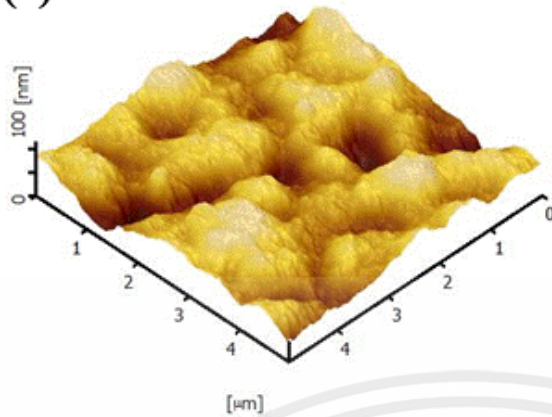
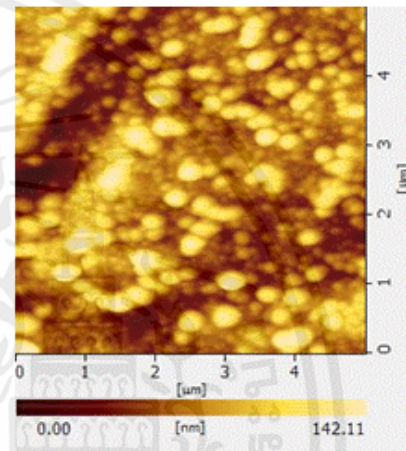
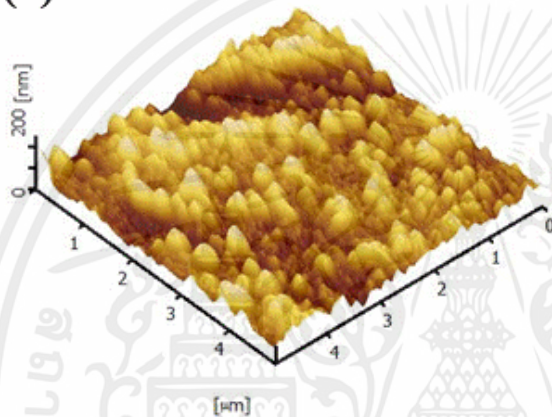
### 4.3 การตรวจสอบลักษณะพื้นฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการสร้างขั้วไฟฟ้าจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน 2 ชนิด คือ ขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด ซึ่งมีพื้นผิวเป็นโลหะทอง และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท ที่มีพื้นผิวเป็นคาร์บอน โดยทำการตรึงซิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าทั้งสองชนิดแล้วนำมาตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของขั้วไฟฟ้าที่ได้ โดยทำการเปรียบเทียบระหว่างขั้วไฟฟ้าก่อนทำการตรึงซิฟเบส และหลังทำการตรึงซิฟเบสลงบนขั้วโดยเรียกชื่อขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท หลังจากทำการตรึงว่า ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (printed circuit board gold electrode modified with schiff base, SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (carbon paste electrode modified with schiff base, SB/CPE electrode) ตามลำดับ ซึ่งแสดงผลดังนี้

#### 4.3.1 ทดสอบคุณสมบัติพื้นฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

หลังจากทำการตรึงซิฟเบสบนขั้วไฟฟ้าแล้ว จึงต้องทำการตรวจสอบลักษณะของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าเพื่อพิสูจน์ว่า ซิฟเบสสามารถตรึงอยู่บนขั้วได้ จากภาพที่ 4.7(a) ภาพ 3 มิติ และภาพโทโปโลยี (Topology) ของขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด และ 4.7(b) ภาพ 3 มิติ และภาพโทโปโลยีของขั้วที่ตรึงด้วยซิฟเบสให้ชื่อว่า ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด เดิมขั้วไฟฟ้าก่อนทำการตรึงซิฟเบสมีความสูงเฉลี่ยของพื้นผิวอยู่ที่ประมาณ 84.29 นาโนเมตร แต่หลังจากตรึงซิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าแล้วพบว่าค่าความสูงเฉลี่ยของพื้นผิวเพิ่มขึ้นมาอยู่ที่ประมาณ 142.11 นาโนเมตร จึงสามารถบอกได้ว่ามีสารมาเกาะอยู่บนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลง แต่ก็ยังไม่สามารถบอกได้แน่ชัดว่า สารที่มาเกาะบนคือสารชนิดใด ดังนั้นจึงต้องทำการทดสอบพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่ทำงานควบคู่กับเอเนอร์จิสเปกโทรสโกปีเอ็กซ์เรย์สเปกโทรเมทรีอีกครั้งหนึ่ง เพื่อเป็นการทดสอบหาปริมาณของอะตอมของธาตุต่างๆบนขั้วไฟฟ้าดัดแปลง

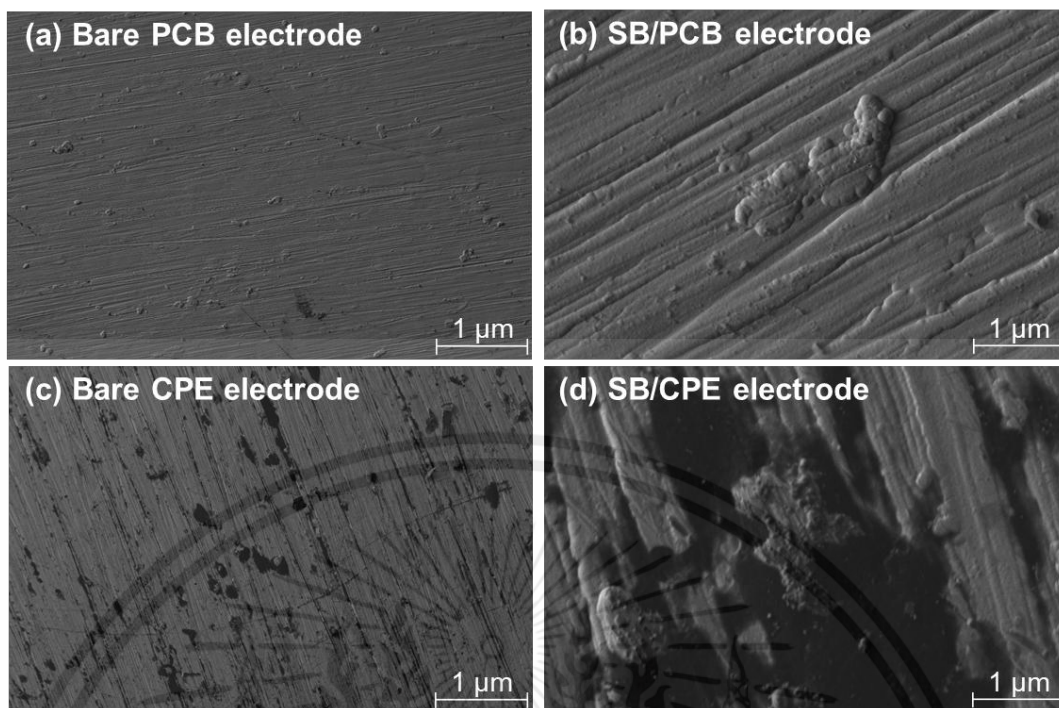
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**(a) Bare electrode****(b) SB/PCB electrode**

ภาพที่ 4.7 ภาพ 3 มิติ และภาพโทโพโลยี ของ (a) ขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (PCB electrode) และ (b) ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode)

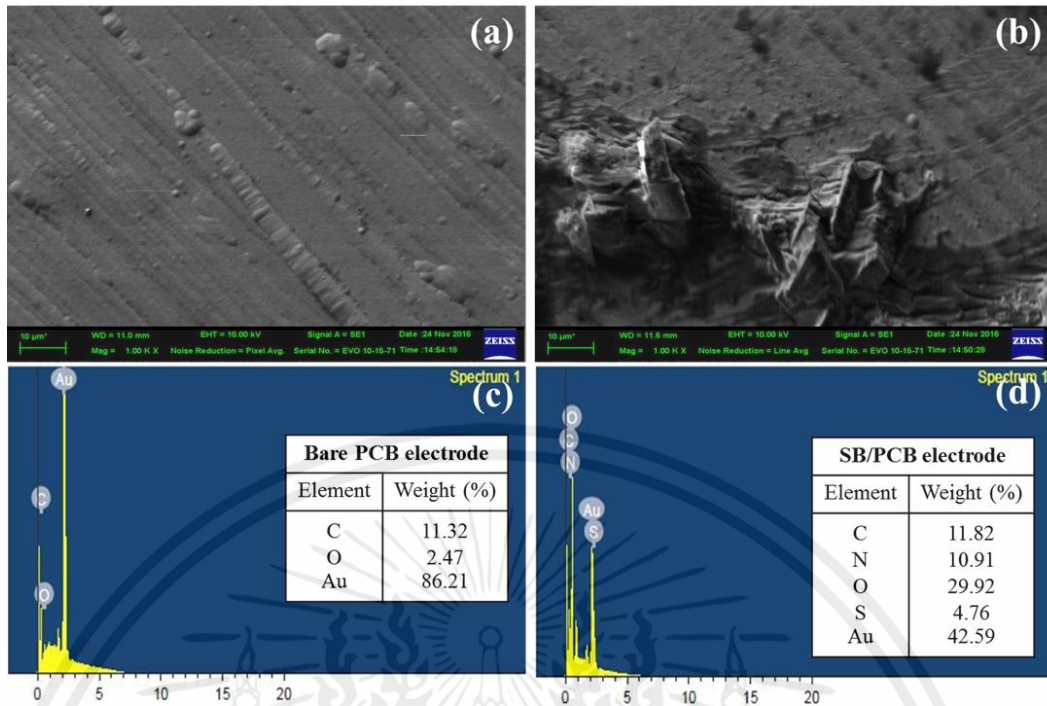
#### 4.3.2 ทดสอบคุณสมบัติสัญญาณวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ทำงานควบคู่กับแอนอร์จิสเพอร์ซีฟเอ็กซ์เรย์สเปกโทรเมทรี

เมื่อทำการเปรียบเทียบระหว่างขั้วไฟฟ้าก่อนทำการตรึงด้วยชิฟเบสของขั้วไฟฟ้าทั้งสองขั้วคือ ขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด และขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท แสดงดังภาพที่ 4.8(a) และ 4.8(c) ตามลำดับ กับขั้วไฟฟ้าหลังทำการตรึงชิฟเบสของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode) แสดงดังภาพที่ 4.8(b) และ 4.8(d) ตามลำดับ พบว่าทั้งขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB และขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/CPE มีกลุ่มก้อนของสารเกาะอยู่บนพื้นผิว และเมื่อนำขั้วไฟฟ้า PCB และขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB ไปทดสอบด้วยแอนอร์จิสเพอร์ซีฟเอ็กซ์เรย์สเปกโทรเมทรีเพื่อเป็นการทดสอบหาปริมาณของอะตอมของธาตุต่างๆบนขั้ว แสดงดังภาพที่ 4.9 พบว่าขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB มีเปอร์เซ็นต์ของไนโตรเจน ออกซิเจน อะตอม และ ซัลเฟอร์อะตอม เพิ่มขึ้น ซึ่งปริมาณธาตุที่เพิ่มมานี้สอดคล้องกับโครงสร้างของชิฟเบส ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์นี้ บอกได้ว่าชิฟเบสสามารถตรึงอยู่บนขั้วไฟฟ้าดัดแปลงได้ ทำให้บอกได้ว่ากระบวนการสร้างขั้วไฟฟ้าดัดแปลงประสบความสำเร็จ



ภาพที่ 4.8 ภาพ SEM ของ (a) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิทบอร์ด (PCB electrode), (b) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) , (c) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (CPE electrode) และ (d) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.9 ภาพ SEM และ EDX ของ (a) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด์ (PCB electrode), (b) ภาพ SEM ของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด์ (SB/PCB electrode), (c) EDX ของขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด์ และ (d) EDX ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด์ (SB/PCB electrode)

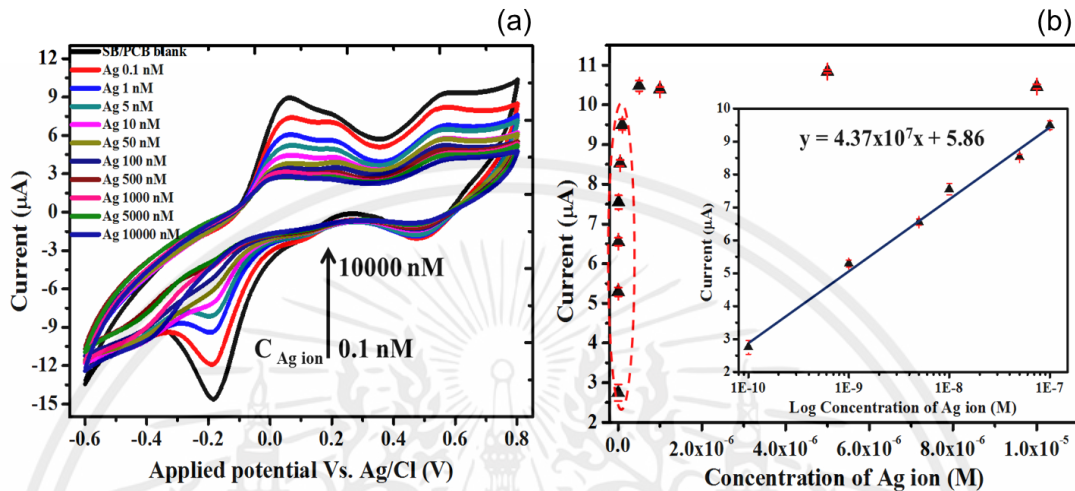
#### 4.4 การตรวจวัดไอออนของโลหะเงินด้วยขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด์ และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพทที่สร้างขึ้น

##### 4.4.1 การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี และแอมเปอร์โรเมตรี ของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน

การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมีของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด์ (SB/PCB electrode) จากภาพที่ 4.10(a) เป็นการวัดทางไฟฟ้าเคมี โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ลักษณะของกราฟจะเป็นความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า (แกนนอน) และค่ากระแส (แกนตั้ง) จากกราฟพบว่า เมื่อปริมาณตำแหน่งที่สนใจนำมาวิเคราะห์คือตำแหน่งศักย์แคโทดิกที่ -0.18 โวลต์ ซึ่งเป็นตำแหน่งที่นำมาหาค่ากระแสแคโทดิกที่ใช้ในเทคนิคแอมเปอร์โรเมตรี เมื่อความเข้มข้นของสารเปลี่ยนแปลงไปพบว่าได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าสัญญาณ (calibration curve) ภาพที่ 4.10(b) โดยสมการเส้นตรง แสดงดังสมการที่ 4.1

$$y = 4.37 \times 10^7 x + 5.86 \text{ โดยที่ } R^2 = 0.998 \quad (4.1)$$

ขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB ได้ค่าความไวในการตอบสนอง (sensitivity) เท่ากับ  $2.51 \times 10^8$  ไมโครแอมแปร์ต่อโมลาร์ และความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (limit of detection, LOD) เท่ากับ  $5.33 \times 10^{-9}$  โมลาร์ ซึ่ง LOD หาได้จาก  $3.3S_D/m$  เมื่อ  $S_D =$  ค่า S.D. ของขั้วเปล่า และ  $m$  คือ ความชันของสมการเส้นตรง

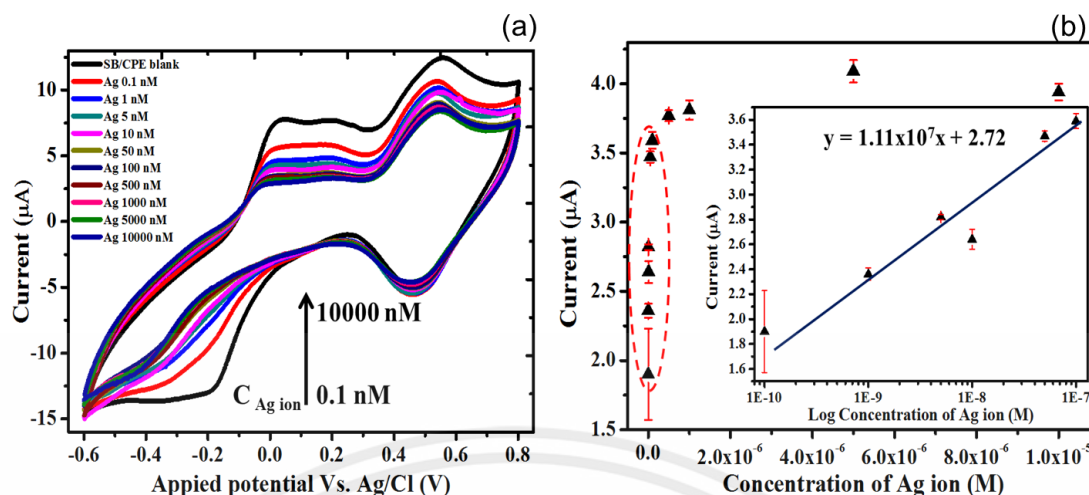


ภาพที่ 4.10 การวัดทางไฟฟ้าเคมีของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) (a) ไซคลิกโวลแทมโมแกรมเมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้นระหว่าง  $1 \times 10^{-10}$  โมลาร์ ถึง  $1 \times 10^{-5}$  โมลาร์ และ (b) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น (concentration) และ กระแส (current) เมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้น  $1 \times 10^{-10}$  โมลาร์ถึง  $1 \times 10^{-7}$  โมลาร์

ในส่วนของการวัดทางไฟฟ้าเคมีโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode) แสดงดังภาพ 4.11(a) พบว่าตำแหน่งที่สนใจวิเคราะห์คือ ตำแหน่งศักย์แอนอดิกที่ 0.54 โวลต์ ซึ่งเป็นตำแหน่งที่นำมาหาค่ากระแสแอนอดิกโดยใช้เทคนิคออมเปอร์โรเมทรี เพื่อนำมาสร้างเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าสัญญาณ (calibration curve) แสดงดังภาพที่ 4.11(b) โดยสมการเส้นตรงของขั้วขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/CPE แสดงดังสมการที่ 4.2

$$y = 1.11 \times 10^7 x + 2.72 \text{ โดยที่ } R^2 = 0.993 \quad (4.2)$$

มีค่าความไวในการตอบสนอง เท่ากับ  $1.88 \times 10^8$  ไมโครแอมแปร์ต่อโมลาร์ และสามารถวัดความเข้มข้นต่ำสุดเท่ากับ  $2.00 \times 10^{-8}$  โมลาร์ ซึ่งจากการเปรียบเทียบการทำงานระหว่างขั้วไฟฟ้าดัดแปลงทั้งสองชนิดพบว่า ขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB มีประสิทธิภาพในการตรวจวัดไอออนที่ดีกว่าขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/CPE ไม่ว่าจะมีความไวต่อการตอบสนองกว่า สามารถวัดปริมาณความเข้มข้นได้ต่ำกว่า มีช่วงความเข้มข้นในการวัดที่กว้างกว่า (dynamic range) และใช้เวลาในการวัดเร็วกว่า (time) ผลการเปรียบเทียบแสดงดังตารางที่ 4.3



ภาพที่ 4.11 การวัดทางไฟฟ้าเคมีของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode) (a) ไซคลิกโวลแทมโมแกรมเมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้นระหว่าง  $1 \times 10^{-10}$  โมลาร์ ถึง  $1 \times 10^{-5}$  โมลาร์ และ (b) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น (concentration) และกระแส (current) เมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้น  $1 \times 10^{-10}$  โมลาร์ ถึง  $1 \times 10^{-7}$  โมลาร์

จากตารางที่ 4.3 พบว่าขั้วดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB) มีประสิทธิภาพการทำงานที่ดีกว่าขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE) ดังนั้นจึงเลือกใช้ขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB นี้มาทำการศึกษาการใช้งานซ้ำ (Repeatability), ความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้น (Stability) เวลาสูงสุดในการเก็บรักษา (Storage time) รวมถึงไอออนอื่นๆที่จะส่งผลกระทบต่อการวัดของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงนี้ (Interference)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ 4.3** ตารางเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทำงานของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ค (SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode)

ชนิดของขั้วไฟฟ้า	SB/PCB electrode	SB/CPE electrode
ประสิทธิภาพการทำงาน		
ค่าความจำเพาะเจาะจง	ไอออนของโลหะเงิน	
สมการเส้นตรง	$y = 4.37 \times 10^7 x + 5.86$	$y = 1.11 \times 10^7 x + 2.72$
$R^2$	0.998	0.993
ความไวต่อการตอบสนอง	$2.51 \times 10^8 \mu A/M$	$1.88 \times 10^8 \mu A/M$
ความเข้มข้นต่ำสุดที่ตรวจวัดได้	$5.33 \times 10^{-9} M$	$2.00 \times 10^{-8} M$
ช่วงของการตรวจวัด	$5 \times 10^{-9} M$ to $1 \times 10^{-5} M$	$2 \times 10^{-8} M$ to $1 \times 10^{-5} M$
เวลาที่ใช้ในการตรวจวัด	3 นาที	5 นาที

#### 4.4.2 ความสามารถในการใช้งานซ้ำ (Repeatibility) ของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ค (SB/PCB)

จากภาพที่ 4.12 เป็นการใช้งานซ้ำของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่ความเข้มข้นต่างๆ โดยการทดลองทำการวัดใน 3 ความเข้มข้น คือ 0.1 ส่วนในพันล้านส่วน, 0.5 ส่วนในพันล้านส่วน และ 1.0 ส่วนในพันล้านส่วน ตามลำดับ โดยทำการวัดเป็นรอบ พบว่าขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB ที่สร้างขึ้น สามารถใช้งานได้ซ้ำกัน 4 รอบ ถ้าหากใช้เกิน 4 ครั้งจะทำให้ค่ากระแสที่ได้มีความคลาดเคลื่อนไป

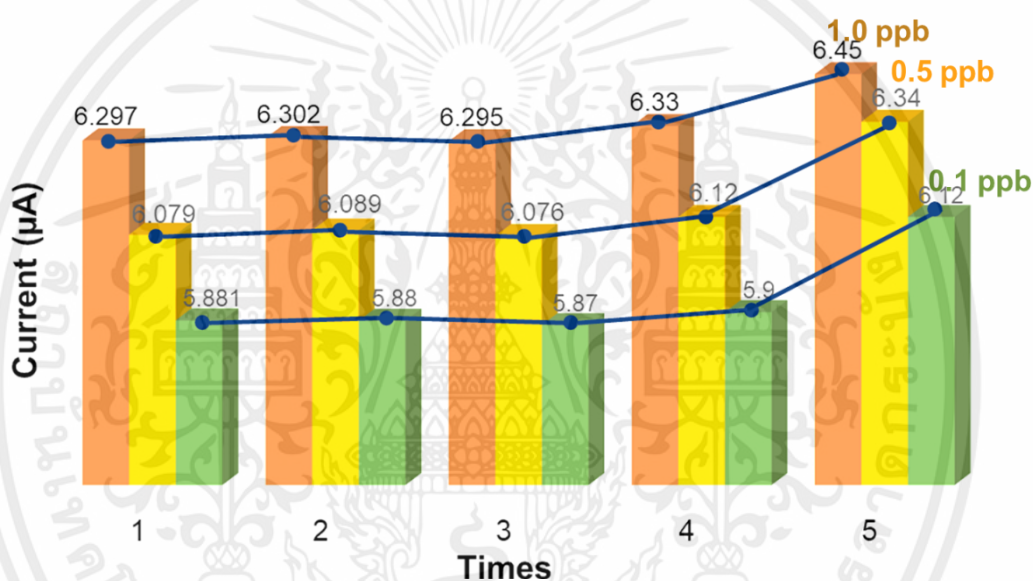
#### 4.4.3 ความสามารถเสถียรภาพในการสร้าง (stability of fabrication) ของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ค (SB/PCB electrode)

และเมื่อนำขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB ทั้ง 5 ขั้ว มาทดสอบความเสถียรภาพในการสร้างพบว่าที่ความเข้มข้นของไอออนเงินเดียวกัน ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงทั้ง 5 ให้ค่ากระแสที่ใกล้เคียงกัน และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นมีสมการเส้นตรง (linear equation) ความไวในการตอบสนอง (sensitivity) และความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน (limit of detection, LOD) ได้ใกล้เคียงกัน แสดงดังตารางที่ 4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 ตารางแสดงเปรียบเทียบการทำงานของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (SB/PCB electrode) ที่แตกต่างกัน ในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน

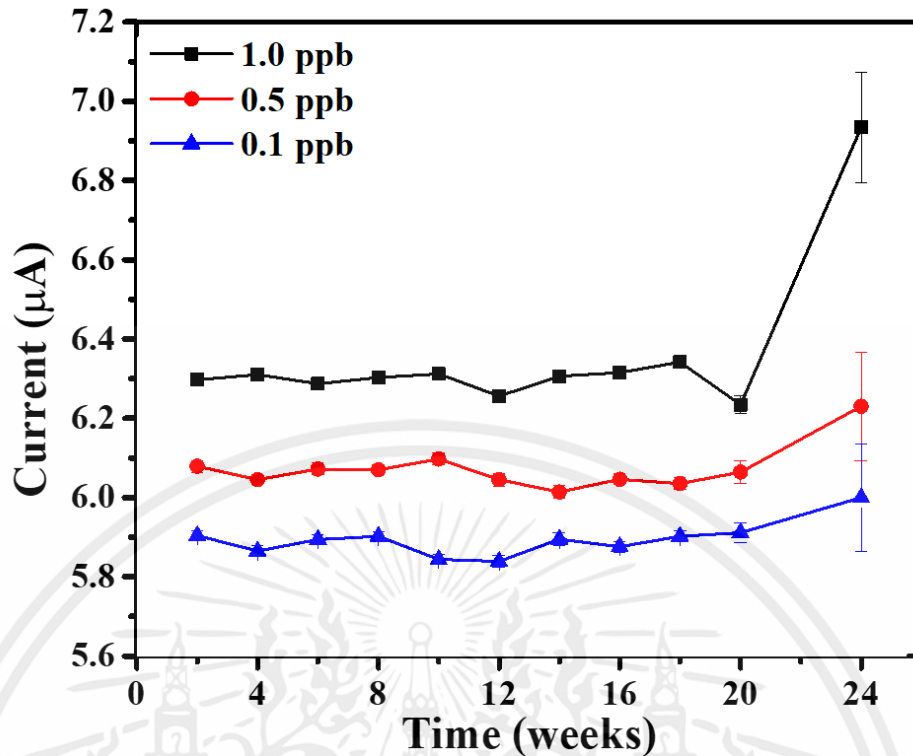
ขั้วไฟฟ้า	สมการเส้นตรง	R <sup>2</sup>	ความไวในการตอบสนอง (μA/M)	ความเข้มข้นต่ำสุดที่ตรวจวัดได้ (LOD, M)
1	$y = 4.37 \times 10^7 x + 5.86$	0.998	$2.51 \times 10^8$	$5.33 \times 10^{-9}$ M
2	$y = 4.49 \times 10^7 x + 5.82$	0.992	$2.60 \times 10^8$	$5.09 \times 10^{-9}$ M
3	$y = 4.37 \times 10^7 x + 5.85$	0.997	$3.10 \times 10^8$	$5.17 \times 10^{-9}$ M
4	$y = 4.44 \times 10^7 x + 5.28$	0.997	$2.77 \times 10^8$	$5.47 \times 10^{-9}$ M
5	$y = 4.54 \times 10^7 x + 5.09$	0.995	$2.68 \times 10^8$	$5.23 \times 10^{-9}$ M



ภาพที่ 4.12 ค่ากระแสที่ได้จากใช้ซ้ำของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (SB/PCB electrode) ในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงินที่ความเข้มข้น 0.1 ส่วนในพันล้านส่วน, 0.5 ส่วนในพันล้านส่วน และ 1.0 ส่วนในพันล้านส่วน ตามลำดับ

#### 4.4.4 ความสามารถเสถียรภาพในการเก็บรักษา (stability of storage time) ของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (SB/PCB electrode)

จากภาพที่ 4.13 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสที่วัดได้กับระยะเวลาในการเก็บรักษาขั้วไฟฟ้าดัดแปลง โดยการเก็บรักษานี้ทำการเก็บที่สภาวะอุณหภูมิห้อง และหลีกเลี่ยงความชื้นพบว่า ค่ากระแสมีการเปลี่ยนแปลงหรือคลาดเคลื่อนมากเมื่อระยะเวลาในการเก็บรักษาผ่านไป 4 เดือน ดังนั้นอาจบอกได้ว่าการเก็บรักษาขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่อุณหภูมิห้อง และสภาวะหลีกเลี่ยงความชื้นสามารถรักษาประสิทธิภาพการทำงานของขั้วได้ระยะเวลาหนึ่ง แต่ไม่ควรเก็บเกิน 4 เดือน

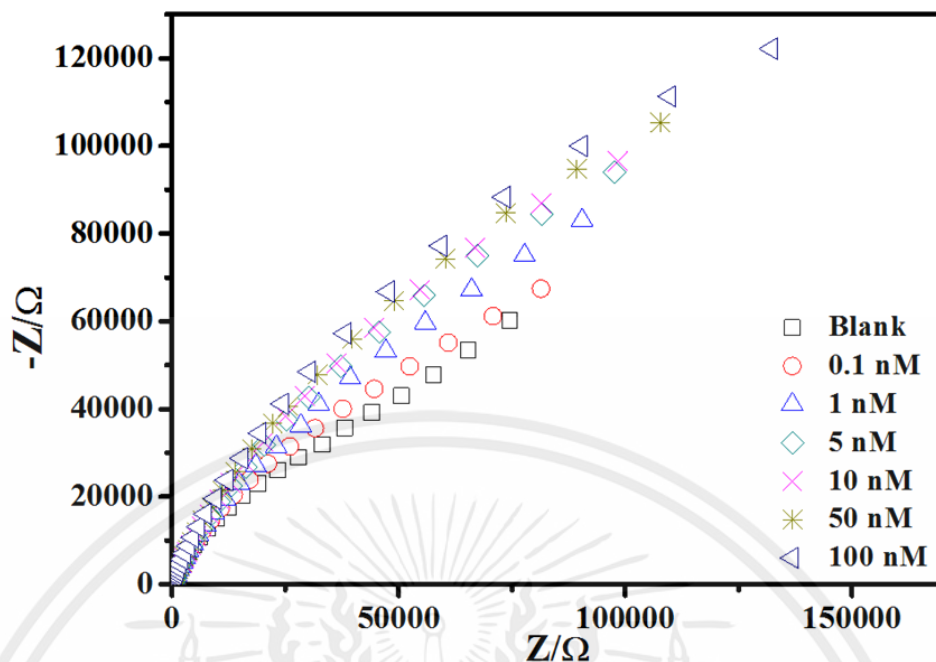


ภาพที่ 4.13 ค่ากระแสที่ได้จากใช้ซ้ำของขั้วดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) ในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงินที่ความเข้มข้น 0.1 ส่วนในพันล้านส่วน, 0.5 ส่วนในพันล้านส่วน และ 1.0 ส่วนในพันล้านส่วน ตามลำดับ

#### 4.4.5 การตรวจวัดทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี (Electrochemical impedance spectroscopy, EIS)

จากภาพที่ 4.14 และ ภาพที่ 4.15 เป็นค่ากราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัญญาณที่ได้ และแผนผังจำลองวงจรที่ได้จากการวัดทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี ตามลำดับ ซึ่งพบว่าเมื่อความเข้มข้นไอออนของโลหะเงินเพิ่มขึ้นส่งผลให้เกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox) เพิ่มขึ้น เป็นผลทำให้ตำแหน่งความต้านทาน  $R_2$  (solid contacted capacitance) ซึ่งเกิดจากชั้นของซีฟเบสที่ตรึงลงบนขั้วไฟฟ้าดัดแปลง ของวงจรในรูปที่ 4.13 มีการเปลี่ยนแปลงมากขึ้น การเปลี่ยนแปลงนี้เป็นผลมาจากไอออนของโลหะเงินสามารถทะลุผ่านชั้นของซีฟเบสไปยังพื้นผิว (substrate) ของขั้วไฟฟ้าทำงานได้โดยการเปลี่ยนแปลงนี้มีความสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณไอออนของโลหะเงิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

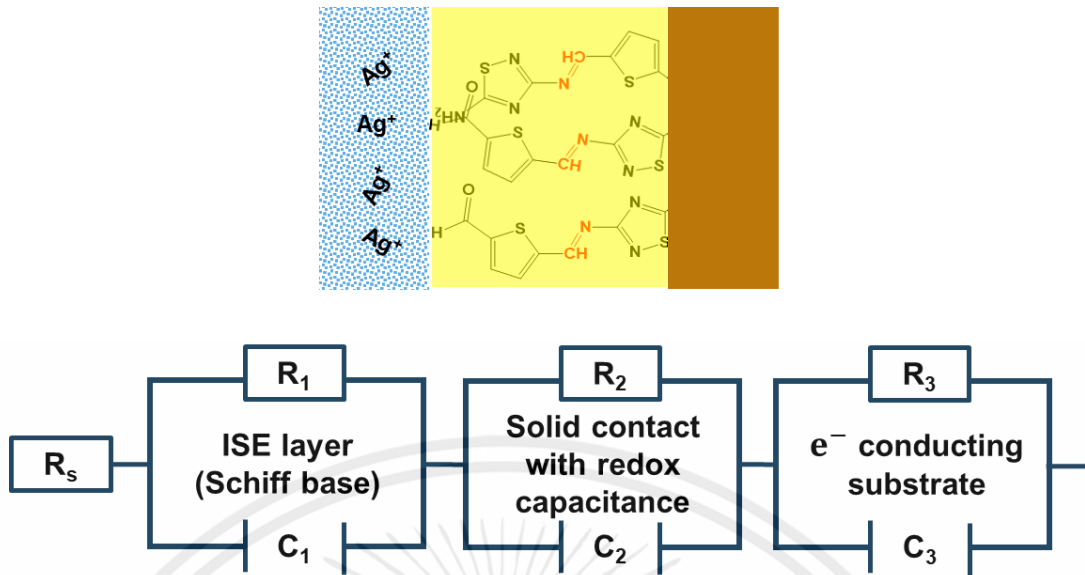


ภาพที่ 4.14 การวัดทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี (Electrochemical impedance spectroscopy, EIS) ของขั้วตัดแปลงแบบพรีนซ์เซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode) เมื่อทำการวัดไอออนของเงินที่ความเข้มข้นระหว่าง 0 โมลาร์ ถึง  $1 \times 10^{-7}$  โมลาร์

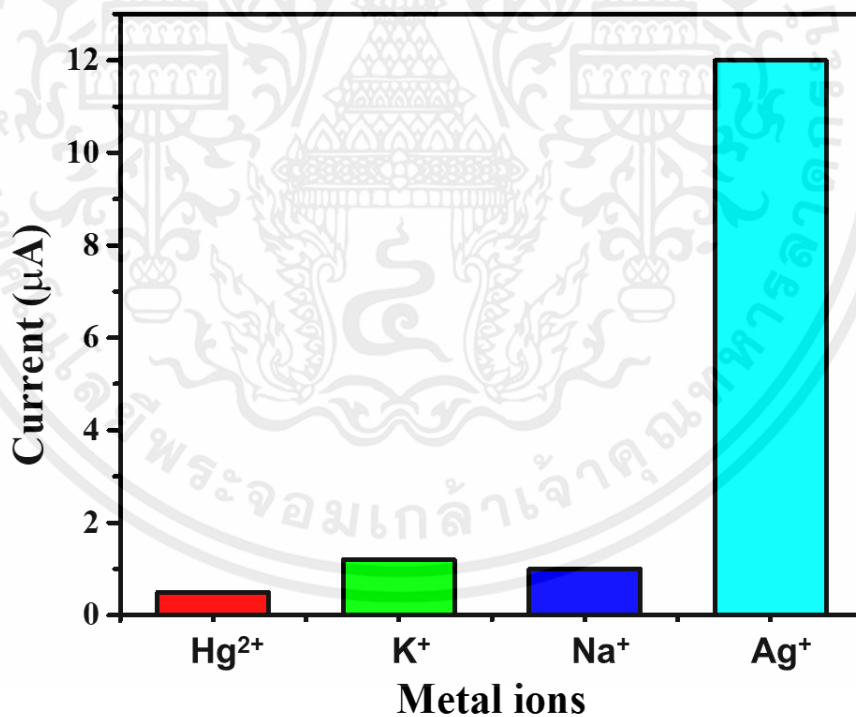
#### 4.4.6 การทดสอบผลกระทบของไอออนโลหะอื่นๆ (Interference) ต่อขั้วไฟฟ้าตัดแปลงแบบพรีนซ์เซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode)

การทดสอบผลกระทบของไอออนของโลหะอื่นๆ ทำโดยการวัดวัดไอออนของโลหะอื่นๆ เพิ่มขึ้นตั้งแต่ 0 ส่วนในล้านส่วน ถึง 10 ส่วนในล้านส่วน จากภาพที่ 4.16 พบว่าไอออนของโลหะที่มีผลกระทบต่อการวัดมากไปน้อยคือ ไอออนของโพแทสเซียม ( $K^+$ ) ไอออนของโซเดียม ( $Na^+$ ) และ ไอออนของปรอท ( $Hg^{2+}$ ) ตามลำดับ ( $K^+ > Na^+ > Hg^{2+}$ )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.15 แผนผังแสดงส่วนประกอบและกลไกการทำงานของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงที่ได้จากการวัดทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปี (Electrochemical impedance spectroscopy, EIS)



ภาพที่ 4.16 การทดสอบผลกระทบบของไอออนของโลหะอื่นๆ ทำโดยการวัดวัดไอออนของโลหะอื่นๆ ได้แก่ โพแทสเซียมไอออน ( $\text{K}^+$ ), โซเดียมไอออน ( $\text{Na}^+$ ), ไอออนของปรอท ( $\text{Hg}^{2+}$ ) และไอออนของโลหะเงิน ( $\text{Ag}^+$ ) ที่ความเข้มข้น 10 ส่วนในล้านส่วน

ตารางที่ 4.5 ปริมาณความเข้มข้นของไอออนอื่น ๆ ที่มีผลต่อการทำงานของขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรินท์เซอร์คิทบอร์ด (SB/PCB electrode)

ไอออนของโลหะ	ความเข้มข้นที่มีผลกระทบ (ส่วนในล้านส่วน)
โพแทสเซียมไอออน ( $K^+$ )	5
โซเดียมไอออน ( $Na^+$ )	7
เมอร์คิวรีไอออน ( $Hg^{2+}$ )	8



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

### สรุปผลการดำเนินงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยทั้งหมดที่ได้นำเสนอในวิทยานิพนธ์เล่มนี้ มีเนื้อหาสอดคล้องกับความมุ่งหมาย และวัตถุประสงค์ของการศึกษาที่ได้กำหนดไว้ในบทที่ 1 ซึ่งเป็นการศึกษาคุณสมบัติ ออกแบบ และสังเคราะห์โครงสร้างชิฟเบส รวมทั้งการวัดวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของชิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรสโกปี และแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรสโกปี ตามลำดับ และทำการประยุกต์ใช้งานในการตรวจวัดไอออนของโลหะเงิน โดยการนำชิฟเบสที่สร้างขึ้นทำการตรึงลงบนขั้วไฟฟ้าสองชนิดด้วยกัน คือขั้วไฟฟ้าพริ้นท์เซอร์คิตบอร์ด (printed circuit board gold electrode, PCB electrode) และ ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเพท (carbon paste electrode, CPE electrode) หลังจากทำการตรึงชิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าแล้ว ทำการวัดวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าตัดแปลงด้วย กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ทำงานควบคู่กับเอเนอร์จีดีสเพอร์ซีฟเอ็กซ์เรย์สเปกโทรเมทรี เพื่อทำการตรวจสอบการยึดเกาะของชิฟเบสบนขั้วไฟฟ้าตัดแปลง หลังจากนั้นนำขั้วไฟฟ้าตัดแปลงไปทำการวัดไอออนของโลหะเงินด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี แอมเปอร์โรเมทรี และอิเล็กโทรเคมีคอล อิมพีแดนซ์สเปกโทรเมทรี ซึ่งขั้วไฟฟ้าตัดแปลงที่สร้างขึ้นต้องมีคุณสมบัติดังนี้

1. มีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน
2. มีความไวในการตอบสนอง
3. สามารถตรวจวัดปริมาณไอออนของโลหะเงินความเข้มข้นต่ำได้
4. สามารถใช้งานซ้ำได้
5. มีความรวดเร็วในการใช้งาน
6. มีความเสถียรในการสร้าง และการตรวจวัด
7. มีระยะเวลาการเก็บรักษาขั้วที่นาน

ซึ่งจากงานวิจัยสามารถสรุปผลการดำเนินงานได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 5.1 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย

### 5.1.1 การสังเคราะห์ซิฟเบสและการวัดวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของซิฟเบส

โครงสร้างซิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้น เป็นโครงสร้างที่เกิดจากการรวมตัวระหว่าง 2,5-ไทโอฟีนไดคาร์บอกซาลแอลดีไฮด์ และ 1,2,4-ไทไดอะโซล-3,5-ไดเอมีน ซึ่งสังเคราะห์จากปฏิกิริยาควบแน่นแบบรีฟลักซ์ในตัวทำละลายเอทานอลที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จากการทดสอบสัณฐานวิทยาพบว่า

1. ทดสอบด้วยอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์เป็นสารประกอบซิฟเบส ซึ่งแสดงให้เห็นโครงสร้างกลุ่มอะโซมีนีน ( $-HC=N-$ ) ซึ่งอยู่ในหมู่เซคันดารีอิมิน ที่ตำแหน่งเลขคลื่น  $1653 \text{ cm}^{-1}$
2. จากการทดสอบด้วยนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรสโกปี พบเคมีคอล ชิฟ (chemical shift) ที่ตำแหน่ง 8.18 ส่วนในล้านส่วน ซึ่งเกิดจากโปรตอนของเซคันดารีอิมินของซิฟเบสโมเลกุล
3. จากการทดสอบด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรสโกปี พบว่าซิฟเบสโมเลกุลที่สังเคราะห์ได้มีมวลประมาณ 255 กรัมต่อโมล และมีสูตรโครงสร้างเป็น  $C_8H_6ON_4S_2$

### 5.1.2 การทดสอบคุณสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของซิฟเบสกับไอออนของโลหะหนัก และความจำเพาะเจาะจงของซิฟเบสต่อไอออนของโลหะเงิน

ผลจากการทดสอบหาปริมาณไอออนของโลหะหนักในสารละลายโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีพบว่า

1. ซิฟเบสที่สังเคราะห์ขึ้นมีความจำเพาะเจาะจงต่อไอออนของโลหะเงิน เนื่องจากพบสัญญาณของกระแสแอนอดิก ซึ่งไม่พบในการตรวจวัดในไอออนของโลหะชนิดอื่น
2. อัตราส่วนในการเกิดอันตรกิริยาระหว่างซิฟเบสต่อไอออนของโลหะเงิน เป็น 1:1

### 5.1.3 การตรึงซิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าพรีนทีเซอร์คิทบอร์ด (PCB electrode) และขั้วคาร์บอนเพท (CPE electrode)

หลังจากทำการตรึงซิฟเบสลงบนขั้วไฟฟ้าแล้ว ทำการวัดวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าที่ดัดแปลงด้วย กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่ทำงานควบคู่กับเอเนอร์จีดีสเพอร์ซีฟอิเล็กซเรย์สเปกโทรเมทรี เพื่อทำการตรวจสอบการยึดเกาะของซิฟเบสบนขั้วไฟฟ้าที่ดัดแปลงทั้งสอง พบว่าซิฟเบสสามารถยึดเกาะบนขั้วไฟฟ้าที่ดัดแปลงได้ หลังจากนั้น

เอกสารนี้เป็นนำขั้วไฟฟ้าที่ดัดแปลงนี้ไปทำการวัดปริมาณของไอออนของโลหะเงินต่อไป หวังนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.1.4 การตรวจวัดปริมาณไอออนของโลหะเงินโดยใช้ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบพรีนทีเซอร์คิ  
ทบอร์ด (SB/PCB electrode) และขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบคาร์บอนเพท (SB/CPE electrode)  
ด้วยเทคนิคทางไฟฟ้าเคมี

1. ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบ SB/PCB สามารถตรวจวัดความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินระหว่าง  $5 \times 10^{-9}$  โมลาร์ ถึง  $1 \times 10^{-5}$  โมลาร์ โดยมีค่าความไวในการตอบสนองเท่ากับ  $2.51 \times 10^8$  ไมโครแอมแปร์ต่อโมลาร์ และความเข้มข้นไอออนของโลหะเงินต่ำสุดที่ตรวจวัดได้เท่ากับ  $5.33 \times 10^{-9}$  โมลาร์
2. ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบ SB/CPE สามารถตรวจวัดความเข้มข้นของไอออนของโลหะเงินระหว่าง  $2 \times 10^{-8}$  โมลาร์ ถึง  $1 \times 10^{-5}$  โมลาร์ มีค่าความไวในการตอบสนองเท่ากับ  $1.88 \times 10^8$  ไมโครแอมแปร์ต่อโมลาร์ และความเข้มข้นไอออนของโลหะเงินต่ำสุดที่ตรวจวัดได้เท่ากับ  $1.99 \times 10^{-8}$  โมลาร์
3. ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบ SB/PCB มีความไวในการตอบสนองที่ไวกว่า และสามารถตรวจวัดสารละลายไอออนของโลหะเงินที่ความเข้มข้นต่ำได้ต่ำกว่าขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบ SB/CPE จึงเลือกนำมาศึกษาความเสถียรภาพ การใช้งานซ้ำ และระยะเวลาการเก็บรักษา
4. เมื่อทดสอบความเสถียรภาพในสร้างซ้ำ พบว่าขั้วไฟฟ้าดัดแปลง SB/PCB ที่ทำการตรึงซีฟเบสด้วยเทคนิคสปินโคททุกขั้วมีประสิทธิภาพการทำงานที่ใกล้เคียงกัน
5. ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบ SB/PCB สามารถใช้ตรวจวัดไอออนของโลหะเงินซ้ำได้ 4 ครั้ง
6. ขั้วไฟฟ้าดัดแปลงแบบ SB/PCB ที่สร้างขึ้นมีระยะเวลาในการเก็บรักษาได้ 4 เดือน โดยหลีกเลี่ยงความชื้น และเก็บที่อุณหภูมิห้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 5.2 ข้อเสนอแนะและแนวทางในการศึกษาต่อ

1. เพื่อยืดระยะเวลาในการเก็บรักษาข้าวไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นให้ใช้งานได้ยาวนานยิ่งขึ้น ควรเก็บรักษาในตู้ดูดความชื้น หรือในภาชนะที่ปราศจากความชื้น และหลีกเลี่ยงแสงแดด
2. ข้าวไฟฟ้าดัดแปลงที่สร้างขึ้นสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้จริงในอุปกรณ์ตรวจรู้ทางเคมีแบบพกพาสำหรับตรวจวัดไอออนของโลหะเงินในรูปของสารละลาย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

- [1] Duruibe, J.O., Ogwuegbu, M. O. C., et al., "Heavy metal pollution and human biotoxic effects", *Journal of Physical Sciences* 2(5), pp 112-118(2007).
- [2] Hassan H. Hammud, Shawky El Shazly, et al., "Thiophene aldehydediamino uracil Schiff base: A novel fluorescent probe for detection and quantification of cupric, silver and ferric ions", *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 150, pp 94-103(2015).
- [3] Kang, H., Lin, L., Rong, M. and Chen, X., "A cross-reactive sensor array for the fluorescence qualitative analysis of heavy metal ions", *Talanta* 129, pp 296-302(2014).
- [4] Wen-Jing, S., Xue-Wei, W., et al., "Electrochemical Sensing System for Determination of Heavy Metals in Seawater", *Chinese Journal of Analytical Chemistry* 40(5), 670-674(2012).
- [5] Jia, Y. and Li, J., "Molecular Assembly of Schiff Base Interactions: Construction and Application", *Chemical Reviews* 115, pp 1597-1621(2015).
- [6] Faridbod, F., Reza, M., et al., "Schiff's Bases and Crown Ethers as Supramolecular Sensing Materials in the Construction of Potentiometric Membrane Sensors." *Sensors* 8, pp 1645-1703.(2008)
- [7] Lekha, L., Kanmani Raja, K., et al., "Schiff base complexes of rare earth metal ions: Synthesis, characterization and catalytic activity for the oxidation of aniline and substituted anilines", *Journal of Organometallic Chemistry* 753, pp 72-80(2014).
- [8] Shakir, M., Abbasi, A., et al., "Synthesis, characterization and cytotoxicity of rare earth metal ion complexes of N,N'-bis-(2-thiophenecarboxaldimine)-3-3'-diaminobenzidine, Schiff base ligand", *Journal of Molecular Structure* 1102, pp 108-116(2015).
- [9] Feng, X., Zhang, H., et al., "A novel strategy for multiplexed immunoassay of tumor markers based on electrochemiluminescence coupled with cyclic voltammetry using graphene-polymer nanotags", *Electrochimica Acta* 170, pp 292-299(2015).
- [10] M. Abu-Dief, A and M.A.Mohamed, I., "A review on versatile applications of transition metal complexes incorporating Schiff bases", *Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences* 4(2), pp 119-133(2015).

- [11] A.El-Sherif, A and M.A.Eldebss, T., "Synthesis, spectral characterization, solution equilibria, in vitro antibacterial and cytotoxic activities of Cu(II), Ni(II), Mn(II), Co(II) and Zn(II) complexes with Schiff base derived from 5-bromosalicylaldehyde and 2-aminomethylthiophene", *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 79(5), pp 1803-1814(2011).
- [12] G.Mohamed, G., Omar, M.M., et al., "Preparation, characterization and biological activity of novel metal-NNNN donor Schiff base complexes", *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 75(2), pp 678-685(2010).
- [13] G.Mohamed, G., Zayed, M.A., et al., "Metal complexes of a novel Schiff base derived from sulphametrole and varelaldehyde. Synthesis, spectral, thermal characterization and biological activity", *Journal of Molecular Structure* 697(1-3), pp 62-71(2010).
- [14] Tang, X., Xiong, B., et al., "Development of pore interconnectivity /morphology in porous silica films investigated by cyclic voltammetry and slow positron annihilation spectroscopy", *Electrochimica Acta* 168, pp 365-369(2015).
- [15] Casadesus, R., Moreno and Lluch, J. M., "Theoretical study of the photoinduced intramolecular proton transfer and rotational processes in 2-(2'hydroxyphenyl)-4-methyloxazole in gas phase and embedded in  $\beta$ cyclodextrin" *Journal of Photovhemistry and Photobiology A: Chemistry* 173, pp 365-374(2005).
- [16] Farodbod, F., Ganjali, M. R., et al., "Developments in the Field of Conducting and Non-conducting Polymer Based Potentiometric Membrane Sensors for Ions Over the Past Decade", *Sensors* 8, pp 2331-2412(2018).
- [17] Forzani, E. S., Zhang, H., et al., "Detection of Heavy Metal Ions in Drinking Water Using a High-Resolution Differential Surface Plasmon Resonance Sensor" *Environ. Sci. Technol* 39, pp 1257-1262(2005).
- [18] Fu, Q., Tang, Y. Shi, C., et al., "A novel fluorescence-quenching immunochromatographic sensor for detection of the heavy metal chromium" *Biosensors and Bioelectronics* 49, pp 399-402(2013).
- [19] Jeong, U. and Kim, Y., "Colorimetric detection of heavy metal ions using aminosilane", *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 31, pp 393-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่... ไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [20] Jullian, C., Fenandez-Sandoval, S., et al., “Supramolecular assemblies of phenyl-pyridyl-triazolopyridine and  $\beta$ -cyclodextrin as sensor of divalent cations in aqueous solution”, *Carbohydrate Polymers* 121, pp 295-301(2015).
- [21] Meng Li, Hao Zhou, et al., “Ion-selective gold-thiol film on integrated screen-printed electrodes for analysis of Cu (II) ions”, *Analyst* 139, pp 643-648(2014).
- [22] PaZik, A., and Skwierawska, A. , “Synthesis and application of tetrazole di-and triamide derivatives in ion-selective membrane electrodes”, *Sensors and Actuators B* 196, pp 370-380(2014).
- [23] Prabhu, S., Saravanamoorthy, S., et al., “Colorimetric and fluorescent sensing of multi metal ions and anions by salicyladimine based receptors”, *Journal of Luminescence* 132, pp 979-986(2012).
- [24] Prathish, K. P., James, D., et al. , “Dual optoelectronic visual detection and quantification of spectroscopically silent heavy metal toxins: A multimeasurand sensing strategy based on Rhodamine 6G as chromo or fluoro ionophore” *Analytica Chimica Acta* 647, pp 84-49(2009).
- [25] Reay, R. J., Flannery, A. F., et al. , “Microfabricated electrochemical analysis system for heavy metal detection”, *Sensors and Actuators B* 34, pp 450-455(1996).
- [26] Sidir, Y. G., Sidir, I., et al., “Solvatochromism and electronic structure of some symmetric Schiff base derivatives”, *Journal of Molecular Liquids* 204, pp 33-38(2015).
- [27] Sikovec, M., Novic, M. and Franko, M. , “Application of thermal lens spectrometric detection to the determination of heavy metals by ion chromatography”, *Journal of Chromatography A*, 739, pp 111-117(1996).
- [28] Ting, S. L., Ee, S. J., et al., “Graphene quantum dots functionalized gold nanoparticles for sensitive electrochemical detection of heavy metal ions”, *Electrochimica Acta* 172, pp 7-11(2015).
- [29] Verma, R. and Gupta, B. D. , “Detection of heavy metal ions in contaminated water by surface plasmon resonance based optical fibre sensor using conducting polymer and chitosan”, *Food Chemistry* 166, pp 568-575(2015).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	ปิยวรรณ ลีพงษ์
วันเดือนปีเกิด	5 พฤษภาคม 2537
ที่อยู่	31 หมู่ 5 ตำบลโคกเคียน อำเภอตะกั่วป่า จังหวัดพังงา
ประวัติการศึกษา	- ระดับมัธยมศึกษา โรงเรียนตะกั่วป่า “เสนาอนุกุล” จังหวัดพังงา - ระดับปริญญาตรี วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมวัสดุ นาโน วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

### ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์

- [1] P.Leepheng, S. Suramitr and D.Phromyothin, “Schiff base modified on CPE electrode and PCB gold electrode for selective determination of silver ion”, Journal of Physics: Conf.Series 901, 012080(2017).
- [2] P.Leepheng, S.Suramitr and D.Phromyothin, “The Selective Electrochemical Determination of Casein Based on Magnetic Molecularly Imprinted Nanoparticles” Integrated Ferroelectrics (Accepted).
- [3] N.Pansailom, et.al., “Surface modification: PEG / Dextran encapsulation of SPIONs”, materialstoday proceeding 4(5), pp 6306-6310(2017).
- [4] K.Chattrairat, P.Leepheng, et.al., “A theoretical study of small schiff base complexes with heavy metal”, e-proceeding, ANSCSE21(2017),
- [5] P.Leepheng, S. Suramitr and D.Phromyothin, “Design and synthesis of Schiff base heavy metal”, (STEMa: Proceedings, 2016.)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### การเข้าร่วมงานประชุมวิชาการ

- [1] Siam Physics Congress 2015 (SPC2015), 20-22 May 2015 at Sofitel Krabi Phokeethra Golf and Spa Resot, Krabi, Thailand
- [2] International Conference on Science and Technology of Emerging Materials (STEMa2016), 27-29 July 2016 at Holliday Inn, Pattaya, Chonburi, Thailand
- [3] Pure and Applied Chemistry International Conference 2017 (PACCON2017), 2-3 February 2017 at Centra Government Complex Hotel & Convention Centre Chaeng Watthana, Bangkok, Thailand
- [4] Siam Physics Congress 2017 (SPC2017), 24-26 May 2017 at Marriott Hotel, Rayong, Thailand
- [5] Nano Korea 2017, 12-14 July 2017 at KINTEX, Ilsan, Korea
- [6] International Conference on Science and Technology of Emerging Materials (STEMa2018), 18-20 July 2018 at Holliday Inn, Pattaya, Chonburi, Thailand

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้