



การพัฒนาตัวตรวจวัดแบบใหม่โดยใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับการวิเคราะห์ไอออน

ทองคำ

DEVELOPMENT OF A NOVEL SENSOR USING SCREEN-PRINTED GRAPHENE
ELECTRODE FOR THE DETERMINATION OF GOLD IONS

ภิกษานันท์ ดุจดา

บัณฑิตวิทยาลัยมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

การพัฒนาตัวตรวจวัดแบบใหม่โดยใช้หัวใจไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับการวิเคราะห์
ไฮดรอนทองคำ



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
ปีการศึกษา 2561
ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

DEVELOPMENT OF A NOVEL SENSOR USING SCREEN-PRINTED
GRAPHENE ELECTRODE FOR THE DETERMINATION OF GOLD IONS



PHICHANAN DUCHDA

A Thesis Submitted in partial Fulfillment of Requirements
for MASTER OF SCIENCE (Chemistry)
Faculty of Science Srinakharinwirot University

2018

Copyright of Srinakharinwirot University

ปริญญานิพนธ์
เรื่อง
การพัฒนาตัวตรวจวัดแบบใหม่โดยใช้ชีวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ
ของ
ภิกษานันท์ ดุจดา

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ นายแพทย์ฉัตรชัย เอกปัญญาสกุล)

คณะกรรมการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์

..... ที่ปรึกษาหลัก ประธาน
(รองศาสตราจารย์ ดร.วีณา เสียงเพราะ) (ผู้ช่วยศาสตราจารย์อมรา อภิลักษณ์)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เกรียงศักดิ์ สงศรีโรจน์)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พรพิมล ประยงค์พันธ์)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พนารัตน์ อรุณรัตติยา
กร)

ชื่อเรื่อง	การพัฒนาตัวตรวจวัดแบบใหม่โดยใช้ขั้วไฟฟ้าพอลิเมอร์แกรฟีนสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ
ผู้วิจัย	ภิกขานันท์ ดุจดา
ปริญญา	วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต
ปีการศึกษา	2561
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ดร. วิธนา เสี่ยงเพราะ

การวิจัยครั้งนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ไอออนทองคำด้วยขั้วไฟฟ้าพอลิเมอร์แกรฟีนฐานกระดาษร่วมกับการใช้ฐานรองรับขั้วไฟฟ้าแบบสามมิติ และทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำ 2 ชนิดได้แก่ Au(I) และ Au(III) เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพสูงสุดในการวิเคราะห์ได้ทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อการวิเคราะห์ได้แก่ ความถี่ แอมพลิจูด ขั้นตอนการให้ศักย์ไฟฟ้า และอิทธิพลของสารรบกวนอื่น ๆ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมได้ช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(I) ระหว่าง 1 ถึง 200 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่า $r^2 = 0.9945$ มีค่าขีดจำกัดในการวิเคราะห์ (S/N=3) เท่ากับ 0.4973 มิลลิกรัมต่อลิตร และค่า %RSD (n=7) อยู่ในช่วง 2.74 ถึง 4.52% ตามลำดับ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม ได้ช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(III) พบช่วงความเข้มข้นที่สามารถตรวจวัดได้ระหว่าง 1 ถึง 500 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่า $r^2 = 0.9962$ ค่าขีดจำกัดในการวิเคราะห์ (S/N=3) เท่ากับ 0.3182 มิลลิกรัมต่อลิตร และค่า %RSD (n=7) อยู่ในช่วง 1.06 ถึง 5.10% นอกจากนั้นวิธีที่พัฒนาขึ้นยังมีความจำเพาะเจาะจงสูง ปราศจากการรบกวนของไอออนชนิดอื่น ๆ ที่สามารถพบได้ในตัวอย่างจริง จากนั้นนำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำทั้ง Au(I) และ Au(III) ในตัวอย่างจริงและทำการคำนวณหาค่าร้อยละการกลับคืน (%recovery) อยู่ในช่วง 91.97 – 110.77% และ 91.93 – 104.00% ตามลำดับ สุดท้ายได้ทำการเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-OES) การทดสอบความแตกต่างแบบจับคู่ (paired t-Test) สรุปได้ว่าค่าเฉลี่ยของการวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

คำสำคัญ : ไอออนทองคำ แกรฟีน สแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

Title	DEVELOPMENT OF A NOVEL SENSOR USING SCREEN-PRINTED GRAPHENE ELECTRODE FOR THE DETERMINATION OF GOLD IONS
Author	PHICHANAN DUCHDA
Degree	MASTER OF SCIENCE
Academic Year	2018
Thesis Advisor	Associate Professor Weena Siangproh

This research aimed to develop a new electrochemical sensor using paper-based screen-printed graphene electrode (SPGE) with a 3D printing platform for the determination of gold ions by square wave voltammetry. The utility of this device was demonstrated by determination of gold (I) ion; Au(I) and gold (III) ion; Au(III). The effects of basic experimental parameters on the performance of the SPGE electrode, such as pulse amplitude, square wave frequency and step potential were investigated to obtain the optimal operating conditions. Under optimal conditions, the determination of Au(I) ion showed a linearity from 1 mg L^{-1} to 200 mg L^{-1} with correlation coefficient of 0.9942. The detection limit ($S/N = 3$) was found to be 0.4973 mg L^{-1} and the relative standard deviations ($n=7$) were found between 2.74 and 4.52%. For Au(III), the analytical performance for determination was also studied. The linearity was obtained from 1 mg L^{-1} to 500 mg L^{-1} with a correlation coefficient of 0.9962. The detection limit ($S/N = 3$) was found to be 0.3182 mg L^{-1} and the relative standard deviations ($n=7$) were found between 1.06 and 5.10%. In addition, this developed device provided high selectivity toward the reduction of gold ions without suffering from interferences. The proposed method has been successfully applied for the determination of Au(I) and Au(III) in real samples. The percentage of recoveries of Au(I) and Au(III) were in the range of 91.97 – 110.77% and 91.93 – 104.00, respectively. Finally, the results obtained from this device were validated with the standard inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-OES). It was found that the results obtained were in good agreement according to the paired t-test at a confidence level of 95%.

Keyword : Novel sensor electrodes graphene square wave voltammetry (SWV)

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เพราะผู้วิจัยได้รับความกรุณาอย่างยิ่งจาก รองศาสตราจารย์ ดร.วีณา เสียงเพราะ ประธานกรรมการควบคุมปริญญานิพนธ์ ท่านได้เสียสละเวลาอันมีค่าเพื่อให้คำปรึกษาแนะนำในการดำเนินการวิจัยทุกขั้นตอน ตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ อย่างดียิ่ง อีกทั้งทำให้ผู้วิจัยได้รับประสบการณ์ในการทำงานวิจัย ได้ความรู้และเห็นคุณค่าของงานวิจัย และพร้อมทั้งเป็นแบบอย่างของอาจารย์ที่ทุ่มเทให้กับศิษย์ในงานด้านการวิจัยและพัฒนาอย่างไม่เหน็ดเหนื่อย ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้ง และขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอกราบขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.อรรพวงค์ ชัยลภากุล จากภาควิชาเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้การอนุเคราะห์ในการใช้ห้องปฏิบัติการและเครื่องมือในการทำวิจัยในครั้งนี้

ขอกราบขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อมรา อภิลักษณ์ จากภาควิชาเคมีคลินิก มหาวิทยาลัยมหิดล ที่ให้ความกรุณาเป็นประธานในการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์ครั้งนี้ด้วย

ขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้แก่ผู้วิจัยในการสำเร็จตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต ภาควิชาเคมี ซึ่งทำให้ผู้วิจัยได้รับความรู้อย่างเต็มเปี่ยม สามารถนำความรู้ไปใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุด

ขอขอบคุณพี่ ๆ เพื่อน ๆ น้อง ๆ วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต ภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่เป็นกำลังใจและคอยช่วยเหลือมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ คุณค่าและประโยชน์ของปริญญานิพนธ์ฉบับนี้ ขอมอบเป็นเครื่องบูชาพระคุณของบิดา มารดา ญาติ ตลอดจนบูรพคุณอาจารย์ทุกท่านที่อบรมสั่งสอน ชี้แนวทางปฏิบัติที่ดีและสนับสนุนในทุก ๆ ด้าน ทำให้ผู้วิจัยประสบผลสำเร็จในการศึกษาครั้งนี้

ภิกษานันท์ ดุจดา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง.....	ฐ
สารบัญรูปภาพ	ฑ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
ภูมิหลัง.....	1
ความมุ่งหมายของงานวิจัย	4
ความสำคัญของงานวิจัย.....	4
ขอบเขตของงานวิจัย.....	4
ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	5
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	7
1. ทองคำ (gold).....	7
2. การวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้า.....	9
2.1 หลักการทางเคมีไฟฟ้า.....	9
2.2 เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า	9
1. โฟเทนชิอเมตรี (potentiometry)	12
2. โวลแทมเมตรี (voltammetry).....	12
2.3 การเลือกใช้ขั้วไฟฟ้าใช้งาน	16
3. การศึกษาประสิทธิภาพการใช้ได้ของวิธี (analytical performances)	20

พารามิเตอร์ (parameter) ที่ใช้สำหรับ analytical performances	20
1. ความแม่นยำ (accuracy).....	20
2. ความเที่ยง (precision)	23
3. LOD และ LOQ (limit of detection and limit of quantitation)	24
4. ความสัมพันธ์เชิงเส้น (linearity)	24
5. ความจำเพาะ (selectivity or specificity).....	25
4. เอกสารที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย	25
4.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการหาปริมาณไอออนทองคำ.....	26
4.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการนำเกรฟีนไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์.....	30
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	35
1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	35
1.1 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย	35
1.2 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย.....	35
2. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	36
2.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าฟิมพ์สกรีนเกรฟีน	36
2.2 การเตรียมสารละลายไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เพื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี.....	38
1. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี.....	39
2. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี.....	39
3. ศึกษาพฤติกรรมและการเกิดปฏิกิริยาของไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เมื่อใช้ขั้วไฟฟ้าฟิมพ์สกรีนเกรฟีนร่วมโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี.....	39
2.3 การเตรียมสารละลายไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เพื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี.....	39

1. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	39
2. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	40
3. ศึกษาพฤติกรรมการเกิดปฏิกิริยาของไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เมื่อใช้ เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	40
2.4 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและสแควร์เวฟโ ลแทมเมตรีสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au (III)	40
1. เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้เทคนิคไซ คลิกโวลแทมเมตรี และสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	40
2. การเลือกใช้เทคนิคที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)	40
2.5 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพฐานรองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนระหว่างแผ่นใส และกระดาษ เมื่อใช้ในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิค สแควร์เวฟโวลแทมเมตรี.....	40
1. ขั้นตอนการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เมื่อใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีน แกรฟีนฐานกระดาษ	40
2. ขั้นตอนการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au (III)เมื่อใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีน แกรฟีนฐานแผ่นใส.....	41
3. เปรียบเทียบสัญญาณที่วัดได้ระหว่างการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐาน กระดาษ และแผ่นใส	41
2.6 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	41
1. frequency ช่วง 5 ถึง 25 เฮิร์ตซ์	41
2. amplitude ช่วง 10 ถึง 100 มิลลิโวลต์	41
3. step potential ช่วง 1 ถึง 10 มิลลิโวลต์	41
2.7 การตรวจสอบประสิทธิภาพการใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	41

1. ทดสอบหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น	41
2. ทดสอบหาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด และค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการหาปริมาณ	42
3. ความจำเพาะ	42
4. ความแม่นยำของวิธี และความเที่ยงของวิธี	42
2.8 การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ในตัวอย่างจริง	43
1. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) หรือ Au(III) ในตัวอย่างน้ำเสียจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ	43
2. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) หรือ Au(III) ในตัวอย่างน้ำจากสิ่งแวดล้อม	43
3. ศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์	44
2.9 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน	44
3. ออกแบบอุปกรณ์รองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน	44
3.1 ออกแบบอุปกรณ์รองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนโดยใช้โปรแกรม power point.....	45
3.2 ออกแบบสามมิติ และทำการพิมพ์อุปกรณ์สามมิติ	45
บทที่ 4 ผลการทดลอง	46
1. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	46
1.1 ศึกษาประสิทธิภาพของข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี	46
1.2 ศึกษาประสิทธิภาพของข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ (Au(I) และ Au(III)) โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	47
1.3 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและ สแควร์เวฟโวลแทมเมตรีสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)	49

1.4 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพฐานรองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนระหว่างอุปกรณ์ ฐานแผ่นใส และอุปกรณ์ฐานกระดาษ เมื่อใช้ในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	50
2. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐาน กระดาษโดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	51
2.1 การหาภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)	51
1. ความถี่ (frequency)	51
2. แอมพลิจูด (amplitude)	53
3. ขั้นตอนการให้ศักย์ไฟฟ้า (step potential)	56
2.2 การตรวจสอบการใช้ได้ของวิธี (method validation) สำหรับการวิเคราะห์ไอออน ทองคำ Au(I) และ Au(III)	59
1. ผลการทดสอบหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น	59
2. ผลการทดสอบหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) และค่าขีดจำกัด ต่ำสุดของการหาปริมาณ (LOQ)	61
3. ผลของการทดสอบความจำเพาะของวิธี	62
4. ผลของความแม่นยำในการวิเคราะห์ซ้ำ	63
5. ผลของการหาปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ในตัวอย่างจริง	64
6. ผลของการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน	66
บทที่ 5 สรุปผล อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ	69
การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(I)	69
การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(III)	70
บรรณานุกรม	71
ภาคผนวก	75
ประวัติผู้เขียน	82



สารบัญตาราง

หน้า

ตาราง 1 ระดับความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน.....	22
ตาราง 2 ระดับความแม่นยำของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน.....	23
ตาราง 3 แสดงการวิเคราะห์โลหะหนักชนิดต่าง ๆ ที่มีการนำเกรฟีนมาประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานและ/หรือใช้ในการปรับปรุงหรือดัดแปรผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานร่วมกับสารชนิดอื่น ๆ.....	31
ตาราง 4 แสดงการวิเคราะห์สารชีวโมเลกุล เมื่อนำเกรฟีนมาประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานและ/หรือใช้ในการปรับปรุงหรือดัดแปรผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานร่วมกับสารชนิดอื่น ๆ.....	33
ตาราง 5 แสดงภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)	58
ตาราง 6 แสดงกระแสไฟฟ้าที่ตรวจได้จากการวิเคราะห์ sample blank ที่เติมไม่เติมสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) (n=10)	62
ตาราง 7 แสดงอัตราส่วนความเข้มข้นของสารรบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III).....	63
ตาราง 8 แสดงค่า %RSD การวิเคราะห์ซ้ำของการหาปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ (n=7).....	64
ตาราง 9 แสดง %recovery และ %RSD ของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ในตัวอย่างจริง (n=3).....	65
ตาราง 10 แสดง %recovery และ %RSD ของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) ในตัวอย่างจริง (n=3).....	66
ตาราง 11 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน (n=3).	68

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
ภาพประกอบ 1 เซลล์เคมีไฟฟ้า.....	10
ภาพประกอบ 2 ขั้วไฟฟ้าช่วยแพลทินัม	11
ภาพประกอบ 3 สัญญาณกระตุ้นแบบลิเนียร์-สแกน (linear-scan).....	13
ภาพประกอบ 4 สัญญาณกระตุ้นแบบพัลส์ปกติ	14
ภาพประกอบ 5 สัญญาณกระตุ้นแบบดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์	15
ภาพประกอบ 6 สัญญาณกระตุ้นแบบสแควร์เวฟ	15
ภาพประกอบ 7 ตัวอย่างของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนบนกระดาษ	18
ภาพประกอบ 8 ความเชื่อมโยงเชิงโครงสร้างของอัญรูปต่าง ๆ ของคาร์บอนผ่านโครงสร้าง 2 มิติ ของแกรไฟีน	19
ภาพประกอบ 9 โครงสร้างของ Chelating resin YPA ₄	26
ภาพประกอบ 10 โครงสร้างของ DDTC (8,9,17,18-dibenzo-1,7-dioxa-10,13,16-triaza cyclooctadecane)	29
ภาพประกอบ 11 การสังเคราะห์ EHA โดยการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง humic acid(HA) และ ethylenediamine.....	30
ภาพประกอบ 12 ฐานกระดาษรองรับขั้วไฟฟ้า.....	36
ภาพประกอบ 13 ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรไฟีน.....	37
ภาพประกอบ 14 ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับระบบ ณ เวลาต่าง ๆ (ซ้าย) และ ผลที่ได้จากการ วิเคราะห์โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (ขวา)	38
ภาพประกอบ 15 แบบอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรไฟีน	45
ภาพประกอบ 16 ภาพถ่ายอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรไฟีน	45

ภาพประกอบ 17 แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ในสารละลาย 0.1 โมลาร์ HCl + 0.05 โมลาร์ HNO ₃ ภาวะทั้งหมดที่ใช้คือ scan rate เท่ากับ 100 มิลลิโวลต์	47
ภาพประกอบ 18 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ในสารละลาย 0.1 โมลาร์ HCl + 0.05 โมลาร์ HNO ₃ ภาวะทั้งหมดที่ใช้คือ frequency เท่ากับ 15 เฮิรตซ์ amplitude เท่ากับ 50 มิลลิโวลต์ และ step heigh เท่ากับ 5 มิลลิโวลต์.....	48
ภาพประกอบ 19 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าต่างชนิดกัน	49
ภาพประกอบ 20 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้ฐานรองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกร์ฟีนต่างชนิด	50
ภาพประกอบ 21 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ frequency ต่าง ๆ.....	51
ภาพประกอบ 22 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ frequency ต่าง ๆ	52
ภาพประกอบ 23 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ frequency ต่าง ๆ.....	52
ภาพประกอบ 24 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ frequency ต่าง ๆ.....	53
ภาพประกอบ 25 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ amplitude ต่าง ๆ	53
ภาพประกอบ 26 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ amplitude ต่าง ๆ.....	54
ภาพประกอบ 27 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ amplitude ต่าง ๆ	55

ภาพประกอบ 28 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ amplitude ต่าง ๆ.....	55
ภาพประกอบ 29 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ step potential ต่าง ๆ	56
ภาพประกอบ 30 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ step potential ต่าง ๆ	57
ภาพประกอบ 31 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ step potential ต่าง ๆ	57
ภาพประกอบ 32 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ step potential ต่าง ๆ	58
ภาพประกอบ 33 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ; a ถึง h คือ 1.0, 5.0, 10.0, 25.0, 50.0, 75.0, 100.0 และ 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ	59
ภาพประกอบ 34 กราฟเส้นตรงแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(I) กับกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้.....	60
ภาพประกอบ 35 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ; a ถึง j คือ 1.0, 5.0, 10.0, 25.0, 50.0, 75.0, 100.0, 200.0, 300.0 และ 500.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ	60
ภาพประกอบ 36 กราฟเส้นตรงแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(III) กับกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้.....	61

บทที่ 1

บทนำ

ภูมิหลัง

ปัจจุบันความเจริญก้าวหน้าทางเทคโนโลยีมีส่วนช่วยในการพัฒนาเศรษฐกิจของประเทศให้เจริญเติบโตสอดคล้องกับการเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วของจำนวนประชากร ส่งผลให้เกิดการพัฒนาทั้งทางด้านเกษตรกรรมและอุตสาหกรรม เพื่อตอบสนองความต้องการตามจำนวนประชากรที่เพิ่มมากขึ้น เมื่อจำนวนประชากรเพิ่มขึ้นย่อมมีความต้องการใช้ทรัพยากรเพิ่มมากขึ้น ด้วย ทรัพยากรที่ถูกนำมาใช้มีทั้งประโยชน์และโทษ ดังนั้นควรมีการวางแผนเพื่อควบคุมการใช้ และกำจัดทรัพยากรโดยเฉพาะอย่างยิ่งกับการใช้ทรัพยากรที่อาจก่อผลกระทบเชิงลบ เช่น ก่อให้เกิดมลพิษทางสิ่งแวดล้อมควรได้รับการพิจารณาใส่ใจมากเป็นพิเศษ เพราะหากไม่มีการจัดการที่เหมาะสมอาจทำให้เกิดปัญหามลพิษทางสิ่งแวดล้อมที่อาจส่งผลให้มีการปนเปื้อนในอาหารที่บริโภค ส่งผลต่อสุขภาพของประชาชนจึงควรให้ความสำคัญกับการปนเปื้อนของสารพิษเหล่านี้ นอกจากนี้แล้วทรัพยากรบางชนิดมีปริมาณจำกัดและ/หรือมีมูลค่าสูง ดังนั้นกระบวนการนำทรัพยากรกลับมาใช้ใหม่จึงเป็นทางเลือกของการใช้ทรัพยากรได้อย่างคุ้มค่า และยังช่วยลดปัญหาทางด้านเศรษฐกิจ และสิ่งแวดล้อมอีกด้วย

จำนวนประชากรที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วทำให้อัตราการใช้สารเคมี โลหะ รวมถึงโลหะหนักบางชนิดเพิ่มมากขึ้น ทั้งในผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม การเกษตร และในชีวิตประจำวัน ก่อให้เกิดปัญหาการปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมและห่วงโซ่อาหารหากไม่ได้รับการกำจัดอย่างถูกวิธีอาจทำให้เกิดอันตรายเนื่องจากโลหะหนักบางชนิดส่งผลกระทบต่อมนุษย์ สัตว์ และคุณภาพสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้โลหะหนักบางชนิดมีมูลค่าทางเศรษฐกิจและหาได้ยาก ดังนั้นกระบวนการนำกลับมาใช้ใหม่จึงเป็นอีกหนึ่งทางเลือกของการลดต้นทุนการผลิต อีกทั้งยังลดปัญหามลพิษทางสิ่งแวดล้อม การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักตกค้างหรือเพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของกระบวนการนำกลับมาใช้ใหม่จึงมีความสำคัญยิ่งเพื่อรองรับผลที่เกิดจากการใช้ทรัพยากรที่มีโลหะหนักต่าง ๆ ปนเปื้อน

ทองคำ (gold) เป็นหนึ่งในธาตุโลหะที่สำคัญที่พบในระดับต่ำบนโลก จึงทำให้ทองคำมีมูลค่าสูงทางเศรษฐกิจ นอกจากนั้นแล้วทองคำยังมีความสำคัญทั้งในด้านอุตสาหกรรม ทางการแพทย์ และสิ่งแวดล้อม ทองคำเป็นโลหะเพียงชนิดเดียวที่ใช้เป็นสื่อกลางในการซื้อขายแลกเปลี่ยนสินค้า และทองคำยังถูกใช้เป็นเงินตราที่มีมูลค่าสูงสุด อีกทั้งมีการนำทองคำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่าง ๆ โดยในอดีตนั้นนิยมนำทองคำไปใช้เป็นเครื่องตกแต่งในพิธีกรรมทาง

ศาสนาเพื่อเป็นสัญลักษณ์ของความเป็นอำนาจ ความรุ่งเรือง และใช้เป็นเครื่องประดับ ตลอดจนปัจจุบันจะเห็นว่าทองคำได้เข้ามามีบทบาทกับชีวิตของมนุษย์มากขึ้นตามความก้าวหน้าของเทคโนโลยี ซึ่งมีการนำทองคำไปประยุกต์ใช้ในใช้ด้านต่าง ๆ เพิ่มมากขึ้น เช่น ด้านเครื่องประดับ ด้านทันตกรรม (dentistry) ด้านอิเล็กทรอนิกส์ (electronics) และด้านอวกาศ (aerospace) เป็นต้น และอาจกล่าวได้ว่าทองคำมีส่วนสำคัญต่อการพัฒนาเทคโนโลยีอุตสาหกรรม และเศรษฐกิจต่อไปในอนาคต แต่เหนือสิ่งอื่นใดจากที่กล่าวมาทองคำได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายในฐานะเครื่องประดับดังจะเห็นได้ในปัจจุบันที่มีการจำหน่ายทองคำในรูปแบบของทองคำรูปพรรณต่าง ๆ เช่น กำไล สร้อย แหวน ต่างหู เป็นต้น นอกจากนั้นยังเก็บออมไว้เพื่อเก็งกำไร หรือแม้แต่การนำทองคำไปใช้เป็นของขวัญหรือรางวัลในโอกาสต่าง ๆ

จากที่กล่าวมาข้างต้นจะเห็นได้ว่าการนำทองคำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ โดยเฉพาะในกลุ่มของเครื่องประดับหลากหลายชนิดที่มีการนำเอาทองคำเข้าไปเป็นส่วนหนึ่งในกระบวนการผลิต ในระหว่างขั้นตอนการผลิตอาจมีทองคำตกค้างภายในกระบวนการจึงจำเป็นต้องมีวิธีการวิเคราะห์ทองคำที่มีประสิทธิภาพ ทองคำที่ตกค้างในระบบจะอยู่ในรูปแบบไอออนทองคำ (gold(III) ions, Au(III); gold(I) ions, Au(I)) โดยวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำเพื่อจุดประสงค์ความปลอดภัยทางสิ่งแวดล้อม หรือการตรวจสอบประสิทธิภาพของกระบวนการนำทองคำกลับมาใช้และควบคุมคุณภาพน้ำยาชุบทองคำนั้นต้องใช้วิธีการวิเคราะห์ที่มีความไว และความจำเพาะสูง เช่น วิธีการทางสเปกโทรสโกปี (spectroscopy) (Cubuk, Kahraman, Yetimoglu, & Kenan, 2014) โดยทั่วไปจะนิยมใช้ เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (atomic absorption spectroscopy, AAS) (Krystyna, 2005) เทคนิคอินดักทีฟคัปเปลด์พลาสมาอะตอมมิกอิมิซชันสเปกโทรสโกปี (inductively coupled plasma-atomic emission spectroscopy, ICP- AES)(Wu, Jiang, Hu, & Duan, 2004) เทคนิคอินดักทีฟคัปเปลด์พลาสมาออปติคัลอิมิซชันสเปกโทรสโกปี (inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy, ICP-OES) (Rahman et al., 2013) เป็นต้น อย่างไรก็ตามวิธีเหล่านี้ล้วนมีประสิทธิภาพและความแม่นยำสูง แต่วิธีเหล่านั้นยังมีข้อจำกัดคือ มีขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างที่ซับซ้อนบางครั้งอาจทำให้ตัวอย่างถูกทำลาย ใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน เครื่องมือมีราคาแพง ต้องใช้ผู้เชี่ยวชาญในการตรวจวิเคราะห์และยังต้องทำการวิเคราะห์ภายในห้องปฏิบัติการ จึงเป็นข้อจำกัดสำหรับการวิเคราะห์ภายนอกห้องปฏิบัติการที่ซึ่งมีทรัพยากรอย่างจำกัด เช่น ภายในโรงงานอุตสาหกรรมขนาดเล็ก หรือกลุ่มผู้ประกอบการอุตสาหกรรมขนาดเล็ก จากเหตุผลดังกล่าวจึงนำมาซึ่งการพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์ไอออนทองคำที่ตกค้างจากกระบวนการผลิตใน

สิ่งแวดล้อม ตรวจสอบประสิทธิภาพของกระบวนการนำกลับมาใช้ใหม่ และตรวจสอบคุณภาพของ น้ำยาชุบทองคำสำหรับควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ เพื่อเป็นวิธีวิเคราะห์ทางเลือกใหม่สำหรับการใช้งานในบริเวณที่ขาดแคลนหรือมีข้อจำกัดทางการตรวจวัด อีกทั้งยังเป็นการลดต้นทุนการผลิต ตลอดจนการใช้ทรัพยากรอย่างคุ้มค่า

การใช้วิธีการทางเคมีไฟฟ้าเป็นอีกหนึ่งทางเลือกสำหรับการวิเคราะห์ในกลุ่มของโลหะหนักที่ได้รับความนิยมเนื่องจากสามารถนำมาพัฒนาเพื่อแก้ไขข้อจำกัดของวิธีการวิเคราะห์แบบมาตรฐาน เช่น วิธีการทางสเปกโทรสโกปี เนื่องจากวิธีการทางเคมีไฟฟ้ามีลักษณะเด่นคือ ใช้งานง่าย สะดวก วิเคราะห์ผลได้รวดเร็ว อีกทั้งยังมีสภาพไวในการตรวจวัดและความจำเพาะสูง และยังสามารถพัฒนาเพื่อการวิเคราะห์ภายนอกห้องปฏิบัติการแม้ในบริเวณที่มีทรัพยากรอย่างจำกัดได้ วิธีการตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้ามีอยู่ด้วยกันหลายเทคนิค แต่ละเทคนิคจะมีลักษณะการใช้งานและสภาพไวที่แตกต่างกันไป สำหรับการวิเคราะห์ในกลุ่มของโลหะเทคนิคที่ได้รับความนิยมได้แก่ เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี (square wave voltammetry, SWV) เพราะเป็นเทคนิคที่ให้สภาพไวสูงสำหรับการวิเคราะห์สารที่ระดับความเข้มข้นต่ำ ๆ การวิเคราะห์ทำได้โดยการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของสารตัวอย่างที่สนใจภายในเซลล์เคมีไฟฟ้า (electrochemical cell) ที่ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าสามขั้ว ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าใช้งาน (working electrode, WE) ขั้วไฟฟ้าช่วย (counter electrode, CE) และขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode, RE) โดยขั้วไฟฟ้าทั้งสามขั้วอยู่ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) และให้ศักย์ไฟฟ้า (potential) คงที่เข้าไปภายในวงจรของเซลล์เคมีไฟฟ้าแล้ววัดกระแส (current) ที่เกิดขึ้น โดยกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจะแปรผันตรงกับปริมาณสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ โดยทั่วไปการตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้าจะทำการวิเคราะห์โดยการจุ่มขั้วไฟฟ้าทั้งสามชนิดลงในบีกเกอร์ที่มีสารที่สนใจอยู่ ทำให้มีการใช้สารละลายปริมาณมาก และก่อให้เกิดของเสียจากการวิเคราะห์เพิ่มมากขึ้น ด้วยเหตุนี้ในปัจจุบันจึงมีการพัฒนาขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน (screen-printed electrode) ขึ้นมาเพื่อใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารที่สนใจ โดยขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนนี้จะมีลักษณะคล้ายกับขั้วไฟฟ้าแบบทั่วไปที่ประกอบด้วยสามขั้วไฟฟ้าแล้วใช้เทคนิคการพิมพ์สกรีนบนอุปกรณ์รองรับเช่น กระดาษ เซรามิก แผ่นใส หรือแผ่นโพลีเมอร์ เป็นต้น ซึ่งเทคนิคการพิมพ์สกรีนสามารถผลิตขั้วไฟฟ้าได้ที่ละมาก ๆ พร้อม ๆ กัน โดยทั่วไปขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนจะถูกออกแบบให้มีขนาดเล็ก เพื่อให้ใช้งานง่าย ราคาถูก สารเคมีที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์มีปริมาณที่ลดลง สามารถใช้แล้วทิ้งได้ทำให้ลดการปนเปื้อนของสารได้

จากข้อดีของวิธีการทางเคมีไฟฟ้าที่กล่าวมาข้างต้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์ไอออนทองคำในตัวอย่างทางอุตสาหกรรมเครื่องประดับและ/หรือทาง

สิ่งแวดล้อม ด้วยวิธีที่ทำได้ง่าย สะดวก รวดเร็ว สามารถวิเคราะห์ภายนอกห้องปฏิบัติการ และให้ผลที่น่าเชื่อถือ โดยใช้วิธีการทางเคมีไฟฟ้าและเลือกใช้ เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ร่วมกับการใช้ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน สำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำเพื่อเป็นการนำเสนอวิธีการวิเคราะห์ทางเลือกใหม่ที่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ ภายนอกห้องปฏิบัติการ และประยุกต์ใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นโดยมุ่งเน้นสำหรับการนำไปใช้ในกลุ่มโรงงานอุตสาหกรรมเครื่องประดับ เพื่อควบคุมคุณภาพของการชุบทองคำ และตรวจสอบปริมาณทองคำในกระบวนการคืนกลับของทองคำในน้ำล้างก่อนปล่อยทิ้งออกไปสู่สิ่งแวดล้อม

ความมุ่งหมายของงานวิจัย

ในการวิจัยครั้งนี้ผู้วิจัยได้ตั้งความมุ่งหมายไว้ดังนี้

1. เพื่อพัฒนาตัวตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้าแบบใหม่สำหรับการตรวจวิเคราะห์ไอออนทองคำอย่างมีความจำเพาะเจาะจง
2. เพื่อพัฒนาวิธีการตรวจวัดปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่างน้ำชุบทองคำ หรือตัวอย่างน้ำเสียจากอุตสาหกรรม หรือตัวอย่างน้ำจากกระบวนการคืนกลับ หรือจากสิ่งแวดล้อม โดยใช้ตัวตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นและสามารถทำการวิเคราะห์ภายนอกห้องปฏิบัติการได้

ความสำคัญของงานวิจัย

1. ทำให้ได้วิธีการวิเคราะห์ทางเลือกใหม่ สำหรับการประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ
2. ทำให้ได้วิธีการวิเคราะห์แบบใหม่สำหรับการประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างเช่น ตัวอย่างน้ำชุบทองคำ ตัวอย่างของเสียจากกระบวนการคืนกลับทองคำ ตัวอย่างน้ำทิ้งจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ น้ำจากสิ่งแวดล้อม

ขอบเขตของงานวิจัย

1. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

- 1.1 ความถี่ (frequency)
- 1.2 ขั้นตอนการเพิ่มศักย์ไฟฟ้า (step potential)
- 1.3 แอมพลิจูด (amplitude)

1.4 ความจำเพาะในการวิเคราะห์ด้วยขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ประดิษฐ์บนฐานกระดาษด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

2. ออกแบบอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ใช้ในการตรวจวัด

3. ศึกษาความแม่นยำ (accuracy) ความเที่ยง (precision) และขีดจำกัดการตรวจวัดของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้น

4. ศึกษาผลของสารรบกวนจากไอออนอื่น ๆ เช่น Ag(I) , Ni(II) , Cu(II) , Zn(II) , Fe(III) ต่อการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำด้วยขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นโดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

5. ศึกษาประสิทธิภาพการใช้ได้ของวิธี (analytical performances) โดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับวิธีมาตรฐาน ICP-OES

6. ประยุกต์ใช้วิธีการวิเคราะห์ไอออนทองคำด้วยขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี กับตัวอย่างต่าง ๆ เช่น ตัวอย่างน้ำซุบทองคำ ตัวอย่างของเสียจากกระบวนการคืนกลับทองคำ ตัวอย่างน้ำทิ้งจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ ตัวอย่างน้ำเสียจากสิ่งแวดล้อม

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1. ค้นคว้าเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำโดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ได้แก่

2.1 สภาวะที่เหมาะสมของพารามิเตอร์ต่าง ๆ ในเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี เช่น frequency (5 ถึง 25 เฮิรตซ์) amplitude (10 ถึง 100 มิลลิโวลต์) step potential (1 ถึง 10 มิลลิโวลต์) เป็นต้น

3. ออกแบบอุปกรณ์รองรับ (3D-screen printed) ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ใช้ในการตรวจวัด

4. ศึกษาประสิทธิภาพการใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ไอออนทองคำด้วยขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ได้แก่

4.1 การสร้างกราฟมาตรฐานและหาช่วงความสัมพันธ์เส้นตรง (linear range)

4.2 การหาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (limit of detection, LOD) และการหาขีดจำกัดต่ำสุดของการหาปริมาณ (limit of quantitation, LOQ)

4.3 การหาค่าความเที่ยง (%relative standard deviation, %RSD)

4.4 การหาค่าร้อยละการคืนกลับ (%recovery)

4.5 ผลของตัวรบกวน (interference) ที่ส่งผลต่อการตรวจวัด

5. นำวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์กับตัวอย่างจริง เช่น ตัวอย่างน้ำซุบทองคำ ตัวอย่างของเสียจากระบบการคืนกลับทองคำ และ ตัวอย่างน้ำทิ้งจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ เป็นต้น

6. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล เขียนวิทยานิพนธ์ และต้นฉบับเพื่อเตรียมสำหรับการตีพิมพ์



บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในงานวิจัยครั้งนี้เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ไอออนทองคำด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้า ผู้วิจัยได้ศึกษาค้นคว้าเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องและนำเสนอตามหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

1. ไอออนทองคำ
2. การวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้า
3. การศึกษาประสิทธิภาพการใช้ได้ของวิธี
4. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. ทองคำ (gold)

ทองคำ คือ หนึ่งในธาตุเคมีสัญลักษณ์คือ “Au” มีเลขออกซิเดชัน 3 ค่า คือ 0 +1 และ +3 มีเลขอะตอม 79 มวลอะตอม 196.97 กรัมต่อโมล (g/mol) จุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1064.18 องศาเซลเซียส ($^{\circ}\text{C}$) จุดเดือดที่ 2856 $^{\circ}\text{C}$ ค่าความถ่วงจำเพาะเท่ากับ 19.3 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (kg/cm^3) (วิกิพีเดีย, 2560)

ทองคำเป็นธาตุโลหะชนิดหนึ่งที่ถูกค้นพบครั้งแรกทางแถบเอเชียตะวันตกในประเทศอียิปต์ซึ่งเป็นประเทศที่มีสิ่งของเครื่องทองปรากฏให้เห็นตั้งแต่ประมาณ 4000 ปีก่อนคริสต์ศักราช ทองคำมีคุณสมบัติที่โดดเด่นมากมาย เช่น เหนียว (ductility) ความสามารถในการขึ้นรูป (malleability) คือจะยืดขยาย (extend) เมื่อถูกตีหรือรีดในทุกทิศทาง มีสมบัติในการนำความร้อนและนำไฟฟ้าได้ (thermal and electrical conductivity) ทนต่อการกัดกร่อน (resistance to corrosion) สามารถสะท้อนแสงได้ดี (high reflectivity) จากคุณสมบัติดังกล่าวประกอบกับลักษณะภายนอกที่เป็นประกายจึงทำให้ทองคำเป็นธาตุที่ได้รับความนิยมและถูกนำมาใช้ประโยชน์มากมายตั้งแต่ยุคโบราณ เนื่องจากทองคำเป็นสัญลักษณ์ที่แสดงถึงการมีอำนาจ เช่น ความสว่างไสว ความรุ่งเรือง จึงมักมีการนำมาใช้เป็นเครื่องประดับ เครื่องแต่งกาย และใช้ในการประกอบพิธีกรรมต่าง ๆ นอกจากนั้นแล้วทองคำยังสามารถใช้เป็นเงินตราแลกเปลี่ยนที่มีมูลค่าสูง ทำให้ทองคำกลายเป็นสินค้าทางเศรษฐกิจและเป็นที่ต้องการ (สมาคมค้าทอง)

ในปัจจุบันทองคำยังถูกนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ อย่างมากมายได้แก่ ด้านเครื่องประดับ เช่น สร้อยคอ กำไลข้อมือ แหวน ต่างหู ด้านทันตกรรม เช่น การนำโลหะผสมของทองคำมาใช้ในการอุดฟัน เคลือบฟัน การใช้ทองคำเพื่อครอบฟัน (crown) เชื่อมฟัน (bridge) และทันตกรรมอื่น ๆ ด้านอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เช่น เป็นวัสดุที่ใช้เป็นหน้าสัมผัส (contact)

ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่าง ๆ เช่น เครื่องคิดเลข ที่วี คอมพิวเตอร์ โทรศัพท์มือถือ และอื่น ๆ เนื่องจากทองคำมีค่าการนำไฟฟ้าสูงและทนต่อการกัดกร่อนทำให้อุปกรณ์ดังกล่าวมีประสิทธิภาพและมีอายุการใช้งานนานขึ้น นอกจากนั้นแล้วทองคำยังเป็นหลักประกันความมั่นคงทางการเงิน การคลัง ทองคำถูกเก็บสำรองไว้เป็นทุนสำรองเงินตราระหว่างประเทศ เพราะทองคำมีความมั่นคงในมูลค่า ไม่ผันผวนมารวมไปถึงการนำไปยังใช้ประโยชน์ในงานหัตถกรรม งานสถาปัตยกรรม และเป็นการลงทุนหรือสะสมทรัพย์สินเป็นอย่างดีหนึ่ง (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล, 2543)

นอกจากนั้นแล้วทองคำเป็นโลหะที่มีคุณสมบัติที่โดดเด่นที่ได้รับความสนใจในทางเคมีทางการแพทย์ รวมไปถึงทางชีววิทยา (Wang et al., 2016) เนื่องจากทองคำแสดงคุณสมบัติการเป็นตัวเร่งที่ดีในปฏิกิริยาทางเคมีบางชนิด (Hashmi & Rudolph, 2008) และมีบทบาทที่สำคัญทางด้านสิ่งแวดล้อม นอกจากนั้นแล้วทองคำยังมีคุณสมบัติในการต้านการอักเสบรวมถึงทองคำถูกนำมาประยุกต์ใช้เป็นยาช่วยในการรักษาโรคบางชนิด เช่น ไซซ็อกเสบ หอบหืด วัณโรค มาลาเรีย และ มะเร็ง เป็นต้น (Wang et al., 2016) แต่อย่างไรก็ตามแม้ทองคำจะแสดงถึงคุณสมบัติในการเป็นยารักษาโรคที่ดีแต่หากได้รับในปริมาณที่มากเกินไปจนเกินกำหนดจะทำให้เกิดการสะสมและเกิดพิษ หากเข้าสู่ร่างกายในปริมาณที่มากเกินไปจนเกินกำหนดจะส่งผลกระทบต่อสุขภาพ โดยไปรบกวนการทำงานของตับ ไต แล้วยังส่งผลกระทบต่อการทำงานของระบบประสาท (Zhang, Zhou, Yoon, & Kim, 2011) หรือหากเกิดการสะสมในระบบนิเวศน์ไอออนทองคำสามารถเกิดปฏิกิริยากับสารชีวโมเลกุลบางชนิดทำให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมได้ (Goodman, McCusker, Yilmaz, & Rotello, 2004)

ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ ที่มีการนำทองคำมาประยุกต์ใช้ในกระบวนการผลิตเมื่อเสร็จสิ้นการผลิตแล้วอาจมีการตกค้างของทองคำเกิดขึ้นภายในอุตสาหกรรมนั้น ๆ หากไม่ได้รับการจัดการอย่างถูกวิธีอาจทำให้ทองคำเปลี่ยนรูปไปอยู่ในรูปของสารประกอบเกลือ เช่น เกลือคลอไรด์ เมื่อปลดปล่อยสู่สิ่งแวดล้อมจะทำให้เกิดการสะสมแล้วทำให้เกิดอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตต่าง ๆ นอกจากนั้นทองคำเป็นหนึ่งในโลหะที่มีมูลค่าสูงทางเศรษฐกิจ ดังนั้นกระบวนการการตรวจสอบและควบคุมคุณภาพของทองคำ รวมไปถึงการกู้คืนกลับทองคำที่ตกค้างในกระบวนการต่าง ๆ ของขั้นตอนการผลิตภายในอุตสาหกรรมก่อนปล่อยทิ้งของเหลือต่าง ๆ ออกสู่สิ่งแวดล้อมจึงจำเป็นอย่างยิ่ง เพื่อเป็นการลดต้นทุนการผลิตของผู้ประกอบการ และใช้ทรัพยากรได้อย่างคุ้มค่า อีกทั้งยังเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและเพื่อสุขอนามัยที่ดีของมนุษยชาติ กระบวนการกู้คืนกลับของทองคำนั้นมีขั้นตอนที่ซับซ้อนและหลากหลายแตกต่างกันไปตามอุตสาหกรรมแต่ละประเภท

ขั้นตอนการกู้คืนกลับของค่าน้ำจำเป็นจะต้องมีวิธีการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แม่นยำ เพื่อเป็นการประเมินถึงปริมาณที่หลงเหลืออยู่ของทองคำในกระบวนการผลิต จำเป็นจะต้องพัฒนาวิธีในการวิเคราะห์ให้เหมาะสมและมีประสิทธิภาพมากที่สุดทั้งการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (quality analysis) และ การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (quantity analysis) จากการทบทวนวรรณกรรมที่ผ่านมาพบว่าวิธีที่นิยมใช้ทั่วไปในการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำคือ วิธีการทางสเปกโทรสโกปี รวมไปถึงวิธีการทางเคมีไฟฟ้า เนื่องจากทั้งสองวิธีมีความแม่นยำ ถูกต้องและ มีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ ทำให้ถูกนำมาวิจัยและพัฒนาเพื่อให้สามารถใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำอย่างต่อเนื่องตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบัน

2. การวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้า

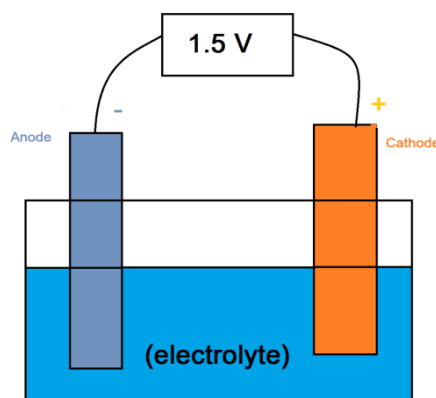
2.1 หลักการทางเคมีไฟฟ้า

เคมีไฟฟ้าเป็นหนึ่งในศาสตร์ของวิชาเคมีที่เกี่ยวข้องกับความสัมพันธ์ระหว่างไฟฟ้ากับการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ซึ่งศึกษาการส่งผ่านประจุไฟฟ้า (charge transfer) ระหว่างสารละลายกับผิวหน้าขั้วไฟฟ้า หลักการดังกล่าวนี้สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในทางเคมี โดยใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณของสารที่สนใจได้ คือการวัดคุณสมบัติทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นเช่น กระแส ศักย์ไฟฟ้า และความต้านทาน (resistance) ซึ่งมีความสัมพันธ์โดยตรงกับการเปลี่ยนแปลงทางเคมีภายในเซลล์เคมีไฟฟ้า ค่าทางไฟฟ้าที่วัดได้แปรผันโดยตรงกับปริมาณของสารที่ต้องการตรวจวิเคราะห์

2.2 เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า

ปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox) หรือ รีดักชัน (reduction) ออกซิเดชัน (oxidation) เป็นพื้นฐานของเคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนี้เกิดจากการถ่ายโอนอิเล็กตรอนจากสารสปีชีส์หนึ่ง (species) ไปยังสารอีกสปีชีส์หนึ่งสามารถนำไปใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณได้ โดยใช้คุณสมบัติทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยารีดอกซ์ภายในเซลล์เคมีไฟฟ้า ค่าทางไฟฟ้าที่วัดได้มีความสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณของสารที่สนใจวิเคราะห์

เซลล์เคมีไฟฟ้าประกอบด้วยสามองค์ประกอบหลักที่สำคัญ ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าอย่างน้อยสองขั้วจมอยู่ในสารละลายที่มีเกลืออิเล็กโทรไลต์ละลายอยู่เพื่อใช้ในการนำไฟฟ้าของสารละลาย ส่วนที่สาม คือ อุปกรณ์ทางเคมีไฟฟ้าทำหน้าที่รับสัญญาณของปริมาณทางเคมีไฟฟ้า



ภาพประกอบ 1 เซลล์เคมีไฟฟ้า

ที่มา : (Patchara, 2016)

2.2.1 เซลล์เคมีไฟฟ้าแบ่งได้ 2 ชนิด คือ

1. เซลล์กัลวานิก (galvanic cell) คือ เซลล์เคมีไฟฟ้าชนิดหนึ่งที่สามารถเปลี่ยนพลังงานเคมีให้เป็นพลังงานไฟฟ้า โดยที่ปฏิกิริยาเคมีนั้นสามารถเกิดขึ้นได้เองภายในเซลล์แล้ววัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้น เนื่องจากค่าทางไฟฟ้าของเซลล์กัลวานิกจะขึ้นกับความว่องไวในการเคลื่อนที่ของไอออนต่อขั้วไฟฟ้าที่อยู่ในสารละลายที่ต่างชนิดกัน ดังนั้นจึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์สารที่สนใจได้โดยการเปรียบเทียบค่าไฟฟ้าของเซลล์กัลวานิกที่วัดได้ ขั้วไฟฟ้าของเซลล์เคมีไฟฟ้าประกอบด้วย 2 ขั้ว ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าชี้บอก (indicator electrode) หรือ ขั้วไฟฟ้าใช้งาน ส่วนอีกหนึ่งขั้วถูกนำมาใช้จะไม่ขึ้นกับความเข้มข้นของไอออนในสารละลายและให้ค่าทางไฟฟ้าคงที่เรียกว่า ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ค่าทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นภายในเซลล์เคมีไฟฟ้าที่วัดได้นั้นจะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับค่าทางไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานหรือความเข้มข้นของไอออนในสารละลายที่ทำการวิเคราะห์

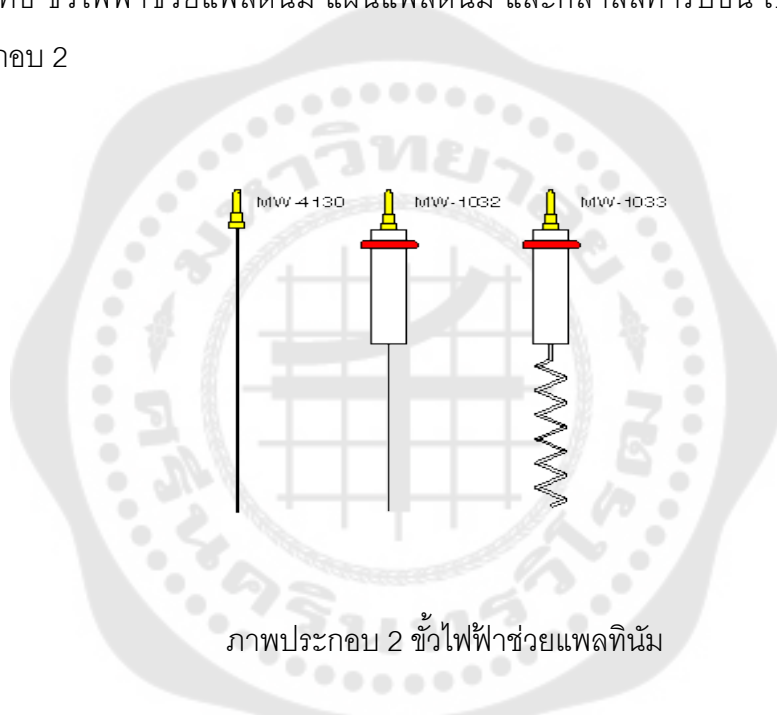
2. เซลล์อิเล็กโทรไลต์ (electrolyte cell) คือ เซลล์เคมีไฟฟ้า ที่จะต้องให้ศักย์ไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้าจากภายนอกเข้าไปภายในเซลล์เคมีไฟฟ้าเพื่อเร่งให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมี ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 3 ชนิดได้แก่ (ซึ่งในงานวิจัยนี้เลือกใช้เซลล์อิเล็กโทรไลต์ในการศึกษา)

2.1 ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode, RE) เป็นขั้วไฟฟ้าที่จะต้องมีความศักย์ไฟฟ้าคงที่เพราะเป็นขั้วที่ใช้เทียบศักย์ไฟฟ้ากับขั้วไฟฟ้าใช้งาน จะต้องไม่เกิดปฏิกิริยากับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ภายในระบบ และไม่ขึ้นกับการเปลี่ยนแปลงกระแสไฟฟ้าภายในวงจร

นั้น ๆ ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่นิยมใช้คือ ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงไฮโดรเจนมาตรฐาน (standard hydrogen electrode, SHE) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงคาโลเมลชนิดอิ่มตัว (saturated calomel electrode, SCE) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (silver-silver chloride electrode, Ag/AgCl) เป็นต้น

2.2 ขั้วไฟฟ้าใช้ช่วย (auxiliary electrode, AE or counter electrode, CE)

จะต้องมีคุณสมบัติในการเหนี่ยวนำไฟฟ้าได้ดี และทำหน้าที่ให้ระบบเซลล์เคมีไฟฟ้าครบวงจรทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาทางเคมีกับสารละลายที่สนใจได้ และขั้วไฟฟ้าช่วยนี้จะต้องไม่มีคุณสมบัติในการทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงใด ๆ ที่ส่งผลต่อการวัดค่าศักย์ไฟฟ้าภายในวงจรนั้น ๆ ขั้วไฟฟ้าช่วยที่นิยมใช้คือ ขั้วไฟฟ้าช่วยแพลตินัม แผ่นแพลตินัม และกลาสสิคาร์บอน เป็นต้น ดังแสดงในภาพประกอบ 2



ภาพประกอบ 2 ขั้วไฟฟ้าช่วยแพลตินัม

ที่มา : (ศักดิ์ศรี สุภาพร, สนิธิ พลชัยยา, กุลธิดา นุกุลธรรม, กานต์ตะวัน วุฒิเสลา, & สถาบันการเรียนรู้และพัฒนาระบบการเรียนรู้มหาวิทยาลัยมหิดล)

2.3 ขั้วไฟฟ้าใช้งาน (working electrode, WE) เป็นขั้วไฟฟ้าที่สำคัญสำหรับ

การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า ทำหน้าที่ในการติดตามกระแสที่เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงภายในเซลล์เคมีไฟฟ้า ขั้วไฟฟ้าใช้งานประกอบด้วยสองส่วนคือ ส่วนที่นำไฟฟ้า และส่วนที่เป็นฉนวน ซึ่งขั้วไฟฟ้าใช้งานมักนิยมทำจากพวกโลหะเฉื่อย เช่น แพลตินัม ทอง กลาสสิคาร์บอน และ โปรท เป็นต้น และในปัจจุบันมีการผลิตวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าใช้งานที่หลากหลายเพื่อให้เหมาะต่อการใช้งานในการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันออกไป

เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า แบ่งออกเป็น 2 เทคนิคหลัก

1. โปเทนชิอเมตรี (potentiometry)

โปเทนชิอเมตรี เป็นหนึ่งในเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้เองแบบต่อเนื่องที่บริเวณผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า แล้วทำการวัดค่าศักย์ไฟฟ้าของเซลล์เคมีไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีปฏิกิริยาของสารตัวอย่างเกิดขึ้น ลักษณะดังกล่าวอาจเรียกได้ว่าเป็นการใช้เซลล์เคมีไฟฟ้าแบบกัลวานิกเนื่องจากไม่มีพลังงานภายนอกเข้ามาเกี่ยวข้อง พลังงานไฟฟ้าที่เกิดจากปฏิกิริยาทางเคมีนี้จึงทำให้วัดค่าสัญญาณทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นได้ ซึ่งค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้จะแปรผันตรงกับความเข้มข้นของสารละลายที่สนใจ (Allen & Larry, 2001)

2. โวลแทมเมตรี (voltammetry)

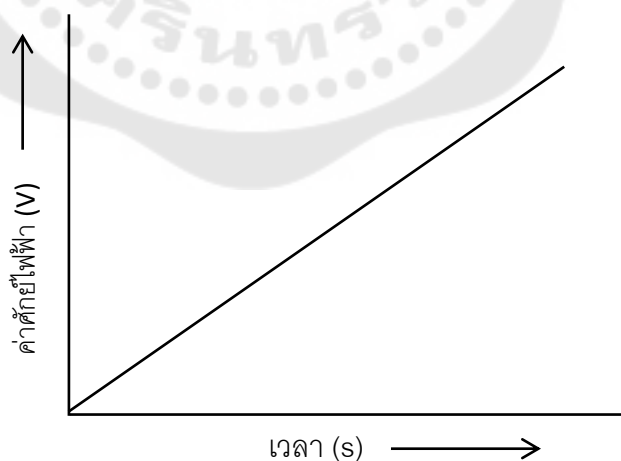
โวลแทมเมตรี เป็นเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่ทำการวิเคราะห์สารที่สนใจโดยอาศัยแหล่งของพลังงานจากภายนอกเพื่อให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่เข้าไปในวงจร และทำให้ปฏิกิริยาเคมีภายในเซลล์เคมีไฟฟ้าสามารถดำเนินขึ้นได้ ซึ่งลักษณะดังกล่าวนี้เป็นการใช้เซลล์เคมีไฟฟ้าแบบเซลล์อิเล็กโทรไลต์ โดยที่การไหลของกระแสที่เกิดขึ้นจะอยู่ภายใต้สภาวะโพลาริเซชันที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้า ค่ากระแสที่วิเคราะห์ได้จะเกิดจากการวัดกระแส ณ ศักย์ไฟฟ้าต่าง ๆ ที่ให้แก่วงจรนั้น ๆ (Allen & Larry, 2001)

โวลแทมเมตรี (voltammetry) คือ กลุ่มของวิธีการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าที่วิเคราะห์ข้อมูลจากความสัมพันธ์ของการวัดกระแส ณ ศักย์ไฟฟ้าต่าง ๆ ที่ให้กับวงจรภายใต้สภาวะโพลาริเซชันที่เกิดขึ้นบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าใช้งาน ขั้วไฟฟ้าใช้งานที่ใช้จะต้องมีขนาดเล็กมากโดยมีพื้นที่ผิวอยู่ในระดับตารางมิลลิเมตร และไม่มีการคนสารละลายเพื่อให้กระแสที่เกิดขึ้นแปรผันจากการเกิดโพลาริเซชันที่ขั้วไฟฟ้าใช้งานเท่านั้น เนื่องจากขั้วไฟฟ้าใช้งานที่มีขนาดเล็กมากนั้นในเทคนิคโวลแทมเมตรีจึงเรียกขั้วไฟฟ้าใช้งานนี้ว่า ขั้วไฟฟ้าใช้งานจุลภาค (microelectrode) และเทคนิคที่สำคัญสำหรับการวิเคราะห์โดยใช้โวลแทมเมตรี ประกอบด้วย

1. โครโนแอมเพอโรเมตรี (chronoamperometry)
2. เคอร์เรน-แซมเปิล โพลาริกราฟี (current-sample polarography)
3. พัลส์โวลแทมเมตรี (pulse voltammetry)
 - พัลส์ปกติ (normal pulse voltammetry)
 - ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (differential pulse)
 - สแควร์เวฟโวลแทมเมตรี (square wave Voltammetry)
 - สเตนเคสโวลแทมเมตรี (staircase voltammetry)
4. เอซี โพลาริกราฟี (acpolarography)

5. ลิเนียร์สวீป โพลารอกราฟี (linear sweep polarography)
6. ไซคลิกโวลแทมเมตรี (cyclic voltammetry)
7. สทริปปิงโวลแทมเมตรี (stripping voltammetry)
 - แอโนดิก สทริปปิงโวลแทมเมตรี (anodic stripping voltammetry)
 - แคโทดิก สทริปปิงโวลแทมเมตรี (cathodic stripping voltammetry)
 - โพเทนทิโอเมตริก โวลแทมเมตรี (potentiometric stripping voltammetry)
 (โดยในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิค square-wave voltammetry) โดยจะนำเสนอดังนี้

2.1 พัลส์โวลแทมเมตรี (pulse voltammetry) เป็นหนึ่งในกลุ่มของเทคนิคโวลแทมเมตรีที่ถูกพัฒนาขึ้นมาเพื่อเพิ่มความสามารถในการวิเคราะห์สารที่มีความเข้มข้นในระดับต่ำ ๆ โดยการพัฒนาและปรับเปลี่ยนสัญญาณการกระตุ้นจากเดิมที่ใช้ระยะเวลาสั้น เครื่องมือที่ใช้วางซับซ้อน โดยเฉพาะอย่างยิ่งในส่วนของการจ่ายไฟฟ้าหยุดปรอท (จ่ายไฟฟ้าใช้งาน) ซึ่งจากเดิมสัญญาณจะถูกกระตุ้นแบบเป็นเส้นตรง หรือลิเนียร์สแกนคือ การให้ศักย์ไฟฟ้ากับวงจรเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนถึงที่สุดการวิเคราะห์ ถูกนำมาพัฒนาเป็นการกระตุ้นสัญญาณเป็นพัลส์ ให้กับวงจรเรียกว่า พัลส์โวลแทมเมตรี และมุ่งเน้นไปกับการพัฒนาและควบคุมการกำหนดหยุดปรอทของจ่ายไฟฟ้าใช้งานให้สอดคล้องกับการพัฒนาของเทคโนโลยี และเป็นการเริ่มต้นพัฒนาเทคนิคโพลารอกราฟีแบบดั้งเดิมเป็นพัลส์โพลารอกราฟี (Joseph, 2000)

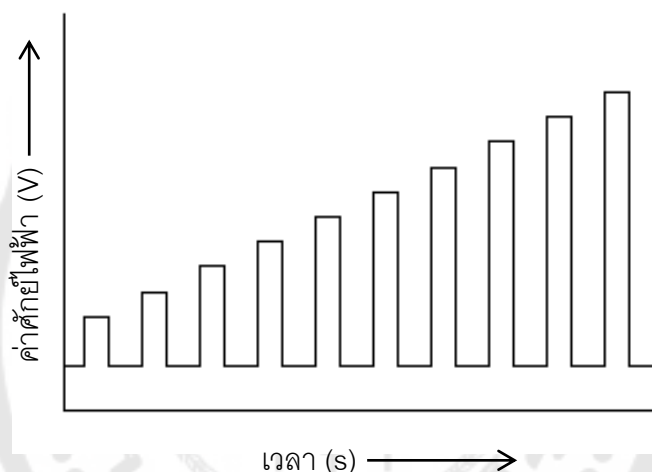


ภาพประกอบ 3 สัญญาณกระตุ้นแบบลิเนียร์-สแกน (linear-scan)

ที่มา : (Wikipedia, 2018b)

การกระตุ้นสัญญาณเป็นพัลส์ ๆ กับวงจรเรียกว่า พัลส์โวลแทจเมตรี สามารถทำได้ 3 ลักษณะคือ พัลส์ปกติ ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ และ สแควร์เวฟ

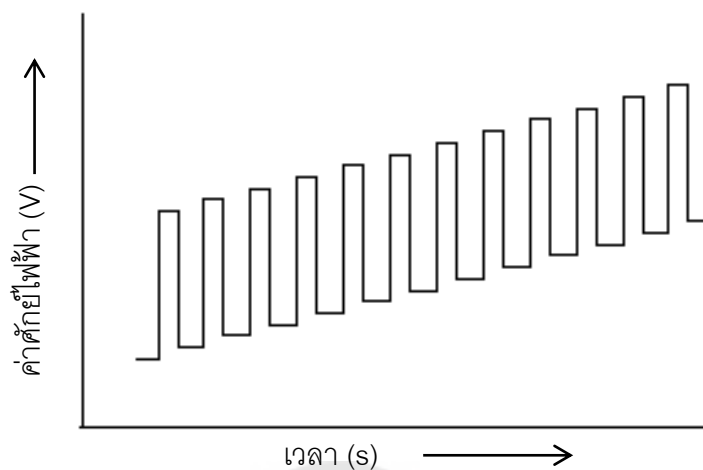
2.1.1 พัลส์ปกติ (normal pulse) เป็นสัญญาณการกระตุ้นแบบ การเพิ่มศักย์ไฟฟ้าให้กับวงจรไฟฟ้าในระยะเวลาสั้น ๆ 40 ถึง 60 มิลลิวินาทีโดยประมาณ ต่อทุก ๆ 1 หยดของปรอท โดยศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้จะมีลักษณะเป็นเส้นตรงเทียบกับเวลาในการวิเคราะห์ กระแสของปรอทจะวัดจากครึ่งหลังของทุกช่วงศักย์ไฟฟ้า 20 ถึง 30 มิลลิวินาทีของพัลส์ ช่วงก่อนที่หยดปรอทใกล้จะหลุดออกจากปลายหลอดแก้ว (Joseph, 2000)



ภาพประกอบ 4 สัญญาณกระตุ้นแบบ พัลส์ปกติ

ที่มา : (Joseph, 2000)

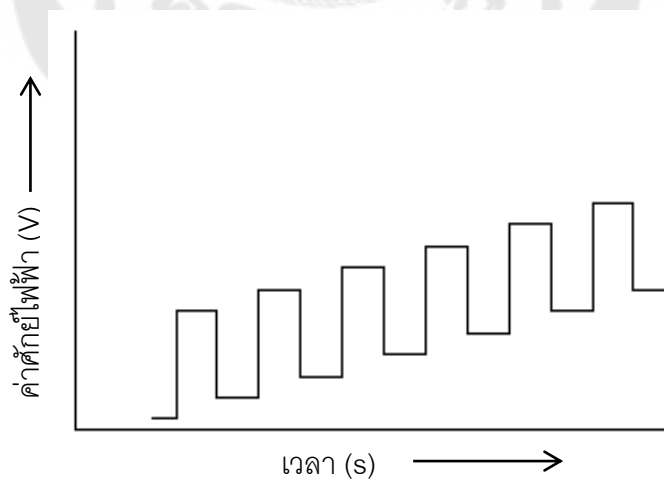
2.1.2 ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (differential pulse) มีลักษณะของการสัญญาณการกระตุ้นคือ การเพิ่มศักย์ไฟฟ้าคงที่ให้กับวงจรในลักษณะพัลส์และชั่วไฟฟ้าหยดปรอททำหน้าที่รับศักย์ไฟฟ้าแบบลิเนียร์สแกน ลักษณะฐานของแต่ละพัลส์ที่ได้รับการกระตุ้นจะเพิ่มขึ้นแบบเป็นเส้นตรง การเพิ่มศักย์ไฟฟ้าคงที่อยู่ระหว่าง 20 ถึง 100 มิลลิโวลต์ ให้กับวงจรในระยะเวลาสั้นๆ เพียง 60 มิลลิวินาทีโดยประมาณ กระแสไฟฟ้าในการวิเคราะห์จะถูกวัด 2 ครั้งต่อ 1 หยดปรอท ก่อนที่หยดของปรอทจะหลุดออกจากปลายของหลอดแก้วเล็ก โดยวัดครั้งแรกที่ 20 มิลลิโวลต์ ก่อนจะให้ศักย์ไฟฟ้าเพิ่มในแต่ละ และวัดครั้งที่ 2 ที่ 40 มิลลิโวลต์ ก่อนจะสิ้นสุดในแต่ละพัลส์โดยสามารถคำนวณค่าผลต่างของกระแสได้จาก ($\Delta i = i_2 - i_1$) (Joseph, 2000)



ภาพประกอบ 5 สัญญาณกระตุ้นแบบดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์

ที่มา : (Joseph, 2000)

2.1.3 สแควร์เวฟ (square wave) สัญญาณการกระตุ้นของสแควร์เวฟคือการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าให้กับวงจรแบบช่วงสั้น ๆ ที่แตกต่างจากที่กล่าวมาก่อนหน้านี้ คือ เพียงการหยุดของโปรอท 1 หยุด ที่ทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน สามารถวิเคราะห์สารได้เสร็จสิ้น นั่นแสดงว่าการกระตุ้นแบบสแควร์เวฟ ทำให้วิเคราะห์สารตัวอย่างโดยใช้ระยะเวลาเพียงไม่กี่วินาทีเท่านั้น



ภาพประกอบ 6 สัญญาณกระตุ้นแบบสแควร์เวฟ

ที่มา : (Joseph, 2000)

ปรอท 1 หยด ใช้เวลาในการหยดประมาณ 5 วินาที วงจรจะถูกกระตุ้น สัญญาณแบบพร้อม ๆ กัน และในช่วงหลังของการหยดของหยดปรอท ศักย์ไฟฟ้าจะถูกเพิ่มให้กับ วงจร ครึ่งละ 10 มิลลิโวลต์ ในทุก ๆ 5 มิลลิวินาที จากกราฟจะเห็นว่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้นี้มีลักษณะ เป็นแบบขั้นบันได (staircase) และจะให้สัญญาณการกระตุ้นแบบสแควร์เวฟกับวงจรที่มีความถี่ ช่วงระหว่าง 100 ถึง 1000 เฮิรตซ์ ด้วยศักย์ไฟฟ้าขนาด 50 มิลลิโวลต์ ในระยะเวลา 5 มิลลิวินาที โดยจะเท่ากับหนึ่งขั้นบันได ศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากการกระตุ้นแบบสแควร์เวฟจะอยู่บนพัลส์สูงสุดของแต่ละขั้นบันได ทำให้ผลลัพธ์ของพัลส์ที่เป็นสแควร์เวฟมีลักษณะขั้นขึ้นตามขั้นของบันได ศักย์ไฟฟ้านั้น ๆ กระแสของวงจรมีค่า 2 ครั้งต่อ 1 สแควร์เวฟ คือที่จุดสิ้นสุดของเวฟพัลส์ และจุดก่อนที่จะเกิดพัลส์ของเวฟใหม่ ผลต่างของกระแสที่วัดได้จะถูกคิดเป็นค่าเฉลี่ยให้กับแต่ละพัลส์โดยที่ค่ากระแสที่วัดได้เกิดขึ้นในระยะเวลาเพียงเสี้ยวอายุของปรอท (Joseph, 2000)

จากที่กล่าวมาข้างต้นจะพบว่าสัญญาณการกระตุ้นทั้งสามแบบเหมาะ สำหรับการใช้ขั้วไฟฟ้าหยดปรอทที่เรียกว่า dropping mercury electrode (DME) หรือการใช้ อุปกรณ์ควบคุมหยดปรอท static mercury electrode (SMDE) โดยเทคนิคนี้จะถูกเรียกว่า พัลส์ โพลาริกราฟีแต่เมื่อมีการนำเทคนิคนี้ไปประยุกต์ใช้กับขั้วไฟฟ้าใช้งานอื่น ๆ เช่น ขั้วไฟฟ้าใช้งาน โลหะ เช่น แพททินัม หรือขั้วไฟฟ้าชนิดอื่น ๆ เช่น ขั้วไฟฟ้าใช้งานแท่งคาร์บอน จะถูกเรียกว่า พัลส์ โวลแทมเมตรี

2.3 การเลือกใช้ขั้วไฟฟ้าใช้งาน

ขั้วไฟฟ้าเป็นหนึ่งในองค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องเซลล์เคมีไฟฟ้า และเป็นอุปกรณ์ที่สำคัญที่ทำหน้าที่เป็นตัวกลางในการถ่ายเทอิเล็กตรอนระหว่างผิวหน้าของขั้วไฟฟ้ากับ สารละลายอิเล็กโทรไลต์ ขั้วไฟฟ้าใช้งานที่ได้รับความนิยมและถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์ทาง เคมีไฟฟ้าได้แก่ ปรอท (Hg) แพททินัม (Pt) และคาร์บอน (C) โดยขั้วไฟฟ้าใช้งานที่ต่างกันนั้นเมื่อนำมาใช้งานจะให้กระแสหรือสัญญาณในการวิเคราะห์แตกต่างกัน เพราะฉะนั้นจึงจำเป็นต้อง เลือกขั้วไฟฟ้าใช้งานให้เหมาะสมกับสารที่ต้องการวิเคราะห์เพื่อให้สารสามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ ที่ขั้วไฟฟ้าใช้งานแล้วจึงจะสามารถวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าได้

1. ขั้วไฟฟ้าใช้งานแบบหยดปรอท (hanging mercury electrode) นิยมใช้ใน เทคนิคโวลแทมเมตรี เนื่องจากปรอทมีศักย์เกินตัว (overvoltage) ของการเกิดรีดักชันของ ไฮโดรเจนไอออนที่มีค่าสูง ปรอทที่มีค่าศักย์ไฟฟ้าเกินตัวทำให้สามารถวิเคราะห์สารชนิดต่าง ๆ เช่น โลหะ สังกะสี แคดเมียม รวมถึงสารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์ได้โดยไม่ถูกรบกวนจากค่า มาตรฐานศักย์ไฟฟ้าเกินตัวของไฮโดรเจน นอกจากนั้นแล้วหยดของปรอทแต่ละหยดทำหน้าที่เป็น

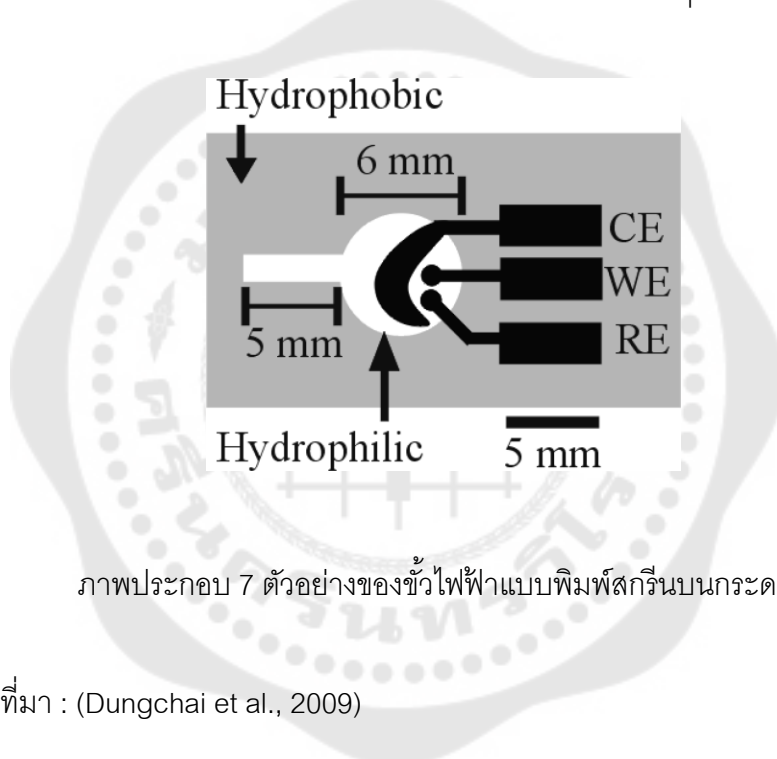
ขั้วไฟฟ้าใช้งานมีผิวขั้วใหม่อยู่ตลอดเวลาจึงลดการสะสมของสารบริเวณผิวหน้าของขั้วได้ และเนื่องจากหยดของปรอทที่มีขนาดเล็กทำให้สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีปริมาณน้อย ๆ ได้

การใช้ขั้วไฟฟ้าใช้งานหยดปรอทจะให้ผลดีสำหรับการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า แต่อย่างไรก็ตามข้อเสียของการใช้งานก็ยังมีอยู่เช่นกัน เนื่องจากการเกิดรีดักชันของออกซิเจนในช่วงศักย์ไฟฟ้าลบซึ่งมักจะเป็นศักย์ไฟฟ้าในการวิเคราะห์สารทั่วไปเป็นผลให้ออกซิเจนในสารละลายรบกวนการวิเคราะห์นั้น ๆ นอกจากนั้นแล้วปรอทที่มีความเป็นพิษสูง ผู้ใช้มีโอกาสได้รับอันตรายจากพิษของปรอทที่มากจากการใช้งานและการควบคุมจัดการ รวมไปถึงการกำจัดปรอทในรูปของเสีย หากมีการกำจัดที่ไม่ถูกวิธีจะทำให้เกิดการสะสมในสิ่งแวดล้อมนำมาซึ่งมลภาวะ และอันตรายต่อสุขภาพบางประเทศมีการกำหนดค่ามาตรฐานของปรอทในน้ำดื่มและ/หรือในสิ่งแวดล้อมเพื่อจำกัดการใช้งานและควบคุมการกำจัดที่ถูกต้อง (Tolessa, Tan, Yin, & Liu, 2018)

หลังจากนั้นได้มีการพัฒนาศึกษาและค้นคว้างานวิจัยเกี่ยวกับขั้วไฟฟ้าใช้งานที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและใช้งานง่าย และให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำกว่าเดิมอย่าง เช่น ขั้วไฟฟ้ากลาสคาร์บอน (grassy carbon, GC) ขั้วไฟฟ้าดัดแปรทางเคมี (chemical modified electrode) ขั้วไฟฟ้าโบรอนโดปไดมอนด์ (boron-doped diamond electrode, BDD) รวมไปถึงขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีน เป็นต้น เพื่อให้สามารถนำมาใช้งานแทนขั้วไฟฟ้าหยดปรอทในเทคนิคโวลแทมเมตรี โดยในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนในการวิเคราะห์สารที่สนใจซึ่งมีคุณสมบัติและลักษณะขั้วไฟฟ้าใช้งานดังนี้

2. ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีน (screen-printed electrode) ถูกพัฒนาขึ้นมาเพื่อให้สามารถใช้งานได้หลากหลาย รวมทั้งปรับปรุงผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานให้มีประสิทธิภาพและความจำเพาะในการวิเคราะห์สารที่สนใจได้แพร่หลายมากขึ้น โดยมีการนำเสนอการใช้ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนลงบนฐานรองรับกระดาษ (Dungchai, Chailapakul, & Henry, 2009) ที่สามารถประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างทางชีวภาพ (biomolecule) มีการพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเพื่อนำไปวิเคราะห์ตัวอย่างยาบางชนิด (Frag, Mohamed, & El-Sayed, 2011) และนอกเหนือจากนั้นยังมีการปรับปรุงผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าโดยใช้วัสดุต่าง ๆ เช่น โลหะขนาดนาโนเมตร (nanoparticles) พอลิเมอร์ (polymer) หรือสารคอมโพสิต (composite compound) เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการวิเคราะห์โลหะหนักบางชนิด เช่น สังกะสี (Zn) แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) (Rico, Olivares-Marin, & Gil, 2009) เนื่องจากการใช้ขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนสามารถผลิตขึ้นมาได้ง่าย สะดวกสำหรับการประยุกต์ใช้ในทางเคมีไฟฟ้า เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและยังเป็นอีกหนึ่งทางเลือกในการลดการใช้สารเคมีในปริมาณที่มาก ๆ ได้

ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนมีลักษณะคล้ายกับขั้วไฟฟ้าที่ใช้กันทั่วไปคือ ประกอบด้วย ขั้วไฟฟ้าสามขั้ว คือ ขั้วไฟฟ้าใช้งาน ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และขั้วไฟฟ้าช่วย และใช้เทคนิคการพิมพ์สกรีนลงบนวัสดุรองรับ เช่น กระดาษ พอลิเมอร์ แผ่นใส กระຈก และอะคริลิก ดังแสดงในภาพประกอบ 7 เป็นต้น ซึ่งการผลิตขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนนี้มักออกแบบให้มีขนาดเล็กเพื่อให้พกพาหรือเก็บรักษาได้อย่างสะดวก สามารถต่อเข้ากับอุปกรณ์ตรวจวัดได้เลย เมื่อใช้งานเสร็จจึ้นแล้วสามารถทิ้งได้เลย รวมไปถึงสามารถผลิตได้พร้อม ๆ กันทีละหลาย ๆ ขั้ว นอกจากนั้นแล้วข้อดีของการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนคือ ลดการปนเปื้อนของสารที่วิเคราะห์เนื่องจากสามารถทิ้งขั้วได้หลังจากการวิเคราะห์ สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีปริมาณน้อย ๆ ได้

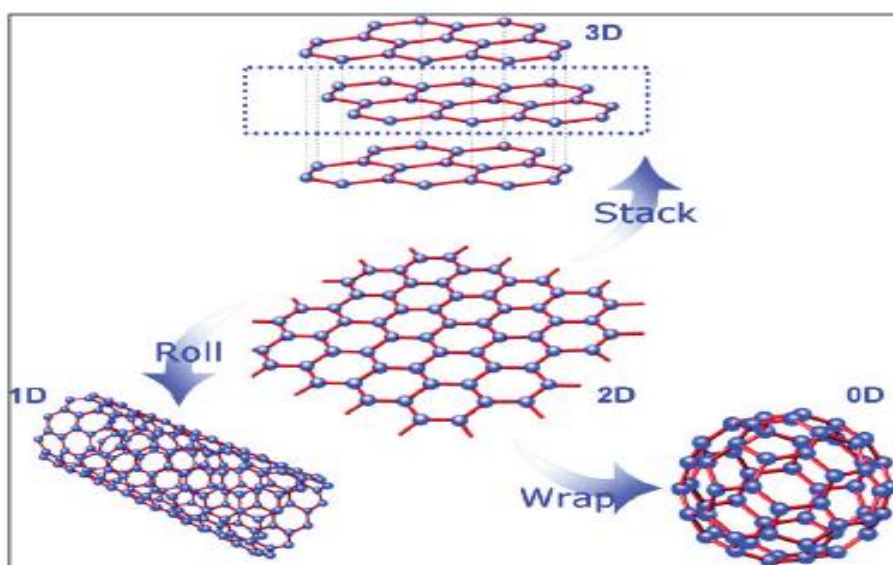


ภาพประกอบ 7 ตัวอย่างของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนบนกระดาษ

ที่มา : (Dungchai et al., 2009)

3. ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน (screen-printed graphene electrode) แกรฟีน (graphene) เป็นนวัตกรรมการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอะตอมเป็นโครงสร้างแบบวงหกเหลี่ยม ซึ่งประกอบด้วยอะตอมของคาร์บอนเพียง 1 ชั้น ที่จัดเรียงโครงสร้างแบบแลตทิซ (lattice) หรือลักษณะคล้ายรังผึ้งทำให้แกรฟีนมีคุณสมบัติที่แตกต่างจากคาร์บอนรูปอื่น ๆ แกรฟีนถูกค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ. 2004 โดยนักวิทยาศาสตร์สองท่านจากมหาวิทยาลัยแมนเชสเตอร์ (University of Manchester) สหราชอาณาจักรคือ อังเดร โกิม (Andre Geim) และ คอนสแตนติน โนวอสโลฟ (Konstantin Novoselov) ซึ่งการค้นพบดังกล่าวทำให้ทั้งสองท่านได้รับรางวัลโนเบลสาขาวิชาฟิสิกส์ในปี ค.ศ. 2010 ที่ผ่านมา (วิศณุสุวรรค์ ชาติอารยะวดี, 2013)

แกรฟีนเป็นหนึ่งในวัสดุที่ได้รับความนิยมในปัจจุบันเนื่องจากแกรฟีนมีคุณสมบัติที่โดดเด่นในหลาย ๆ ด้านประกอบไปด้วย วัสดุแกรฟีนเป็นหนึ่งในวัสดุที่มีความบางมาก แต่มีลักษณะของโครงสร้างที่แข็งแกร่ง สามารถบิดงอ ม้วน หรือพับได้ มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำทำให้แกรฟีนเป็นวัสดุนำไฟฟ้าได้ดี มีความสามารถในการนำความร้อนจำเพาะ (thermal conductivity) มีความสามารถในการเพิ่มการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนระหว่างขั้วไฟฟ้ากับสารละลาย หากนำวัสดุสองมิติของแกรฟีน มาต่อกันเป็นชั้น ๆ จะได้โครงสร้างใหม่เป็นโครงสร้างแบบสามมิติ คือ แกรไฟต์ (graphite) แต่ถ้านำไปม้วนแล้วได้ลักษณะเป็นทรงกระบอกจะได้วัสดุหนึ่งมิติที่เรียกว่า ท่อนาโนคาร์บอน (carbon nanotube) และหากนำไปห่อเป็นทรงกลมจะได้วัสดุศูนย์มิติที่มีชื่อว่า ฟูลเลอร์ีน (fullerenes) หรือที่เรียกว่า แบ็กกี้บอล (bucky ball) ดังแสดงในภาพประกอบ 8 (ศิริกาญจน์ วิเศษสุวรรณภูมิ & ห้องปฏิบัติการฟิสิกส์โพลิเมอร์ หน่วยวิจัยโพลิเมอร์, 2560)



ภาพประกอบ 8 ความเชื่อมโยงเชิงโครงสร้างของอีกรูปต่าง ๆ ของคาร์บอนผ่านโครงสร้าง 2 มิติของแกรฟีน

ที่มา : (ชญาณี บาตรโพธิ์ & สำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ, 2560)

นับตั้งแต่แกรฟีนถูกค้นพบมีการนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ มากมาย มีการวิจัยและพัฒนาเกี่ยวกับแกรฟีนอย่างแพร่หลายทั้งทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ เช่น เซลล์แสงอาทิตย์ (solar cell) อุปกรณ์บันทึกความจำ (memory devices) ทรานซิสเตอร์ (transistor) ตัวรับรู้ทางเคมีไฟฟ้า (electrochemical sensor) นอกจากนั้นแล้วยังมีการนำไปทำ อุปกรณ์ไฟฟ้าที่มีความแข็งแรงทนทานแต่น้ำหนักเบากว่าเดิม นำมาเป็นขั้วไฟฟ้าในแบตเตอรี่ ใช้ เป็นเกราะกันกระสุนแทนเคฟลาร์ (kevlar) หน้าจอแบบสัมผัสที่โค้งงอได้ และวัสดุนำส่งยาระดับ นาโนในทางการแพทย์ เป็นต้น (ศิริกาญจน์ วิเศษสุวรรณภูมิ & ห้องปฏิบัติการฟิสิกส์โพลิเมอร์ หน่วยวิจัยโพลิเมอร์, 2560)

จากคุณสมบัติที่โดดเด่นและข้อดีของแกรฟีนที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น ในงานวิจัย นี้จึงได้นำแกรฟีนมาประยุกต์ใช้เป็นส่วนหนึ่งของงานวิจัย โดยใช้เป็นหนึ่งในวัสดุของการวิเคราะห์ ทางเคมีไฟฟ้าคือ ตัวรับรู้ทางเคมีไฟฟ้า หรือเรียกว่า เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน เพื่อช่วยเพิ่มประสิทธิภาพ และความจำเพาะในการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่สนใจ

3. การศึกษาประสิทธิภาพการใช้ได้ของวิธี (analytical performances)

การศึกษาประสิทธิภาพการใช้ได้ของวิธี เป็นการยืนยันความถูกต้องและเชื่อถือได้ของ วิธีการวิเคราะห์ที่ผู้วิเคราะห์พัฒนาหรือดัดแปลงขึ้นมา เพื่อนำมาใช้วิเคราะห์ตัวอย่างใน ห้องปฏิบัติการ เพื่อให้ทราบถึงเงื่อนไขและข้อจำกัดในการวิเคราะห์

พารามิเตอร์ (parameter) ที่ใช้สำหรับ analytical performances

1. ความแม่นยำ (accuracy)

ความแม่นยำ หมายถึง ความสามารถของวิธีการวิเคราะห์ที่วัดได้ค่าใกล้เคียงกับค่าจริงมากที่สุด

1.1 การวิเคราะห์ CRM (certified reference material) อย่างน้อยซ้ำ 7 ซ้ำ (NATA. 1996) และนำมาคำนวณหาระดับความแม่นยำในรูปของความผิดพลาดสัมพัทธ์ (relative error) หรือความถูกต้องสัมพัทธ์ (relative accuracy) (วิลาวัลย์ พงษ์พิทักษ์, 2543)

$$\text{relative error} = \frac{\text{ค่าความผิดพลาด}}{\text{ค่าที่แท้จริง}} \times 100$$

$$\text{เมื่อความผิดพลาด (absolute error)} = \text{ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์} - \text{ค่าจริง}$$

$$\text{relative accuracy} = \frac{\text{ค่าที่วิเคราะห์ได้}}{\text{ค่าที่แท้จริง}} \times 100$$

เกณฑ์การยอมรับโดยทั่วไปของ relative error ไม่เกิน 10% relative accuracy อยู่ระหว่าง 90 ถึง 110% หรือ 98 ถึง 102% สำหรับการวิเคราะห์ทางเภสัชกรรมสำหรับค่า relative error ระดับความถูกต้องยังขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ ดังตาราง 1

การหาระดับความถูกต้องโดยการวิเคราะห์ certified reference material (CRM) นอกจากพิจารณาจากค่า relative error และ relative accuracy แล้วอาจใช้การเปรียบเทียบค่าที่วิเคราะห์ได้ (7 ซ้ำ) ของ CRM โดยใช้สถิติ t-test

การทดสอบ t- test ทำโดยการเปรียบเทียบค่า t จากการคำนวณ กับค่า t จากตาราง (critical y-value, t_c)

$$t \text{ จากการคำนวณ} = \frac{\bar{x} - \mu}{SD/\sqrt{n}}$$

$\bar{x}$ = ค่าเฉลี่ยของ CRM ที่วิเคราะห์

μ = ค่าแท้จริงของ CRM

SD = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

n = จำนวนครั้งที่ทำซ้ำ

t_c ดูได้จากตาราง t- distribution ซึ่งค่า t_c ขึ้นอยู่กับระดับความเชื่อมั่น และค่า Degree of freedom ($df = n-1$) ถ้าค่า t ที่ได้จากการคำนวณมากกว่า t_c แสดงว่าค่าที่แท้จริงของ CRM กับค่าที่วิเคราะห์ได้มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ แต่ถ้าค่า t ที่ได้จากการคำนวณมีค่าน้อยกว่าค่า t_c แสดงว่าค่าที่แท้จริงของ CRM กับค่าที่วิเคราะห์ได้ ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ (NATA, 1998)

ตาราง 1 ระดับความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ระดับความเข้มข้น	ระดับความถูกต้อง relative error		
	ปานกลาง	สูง	ต่ำ
trace analysis(ระดับ ppm)	1 – 10	0.1 – 1	10 – 35
ultra-trace analysis(ppb, ppt)	10 – 35	1 – 10	>35
มากกว่า ppm	0.1 – 1	0.01 – 0.1	1 – 10

ที่มา (วิลาวลัย พงษ์พิทักษ์, 2543)

1.2 ในกรณีที่ไม่สามารถหา CRM ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ได้สามารถหา estimated accuracy ได้โดย

1.2.1 การหาค่าร้อยละการคืนกลับ(% recovery) โดยใช้ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐาน (spike sample) ซึ่งจะมีข้อจำกัดว่า accuracy ที่ได้นั้นครอบคลุมเฉพาะขั้นตอนที่วิเคราะห์ spike sample เท่านั้น (กุลนารี สิริสาตี, 2542) การทำ recovery จะทำซ้ำ 3 ระดับความเข้มข้น (NATA, 1998)

$$\% \text{ recovery} = \frac{((\text{ปริมาณสารตัวอย่าง} + \text{ปริมาณสารที่เติม}) - \text{ปริมาณสารตัวอย่าง})}{\text{ปริมาณสารที่เติม}} \times 100$$

เกณฑ์การยอมรับของ % recovery ขึ้นกับวิธีการทดสอบตามมาตรฐานที่ระบุไว้ เช่น เกณฑ์การยอมรับได้สำหรับโลหะหนักในน้ำเท่ากับ 85 ถึง 115% recovery ถ้าไม่ระบุไว้ให้พิจารณาค่าที่ทำได้ทั้งหมดจำนวนมา แล้วตั้งเกณฑ์ขึ้นมาจากค่าที่ดีที่สุด แล้วพิสูจน์ด้วย CRM (วิลาวลัย พงษ์พิทักษ์, 2543)

1.2.2. การเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่จะนำมาใช้กับ reference method หรือวิธีอื่นที่สามารถจะสอบกลับไปยัง reference method โดยใช้วิธีการทางสถิติ ซึ่งการเลือกใช้วิธีการทางสถิตินั้นมีความสำคัญอย่างยิ่งที่ต้องเลือกวิธีที่เหมาะสมกับลักษณะของข้อมูล (กุลนารี สิริสาตี, 2542)

2. ความเที่ยง (precision)

ความเที่ยง หมายถึง ความเที่ยงของการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ กันหลาย ๆ ครั้ง ความแตกต่างของผลการวิเคราะห์ที่ได้จากการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ นี้มักจะแสดงเป็นค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation, SD) มีค่าสัมประสิทธิ์ความแปรปรวน (coefficient of variation, CV) ซึ่ง precision ของวิธีการวิเคราะห์ มี 2 ลักษณะคือ

1. repeatability หมายถึง ความเที่ยงที่เกิดจากการวิเคราะห์ซ้ำในสภาวะเดียวกัน โดยใช้วิธีเดียวกัน ในห้องปฏิบัติการเดียวกัน เครื่องมือชุดเดียวกัน และผู้วิเคราะห์คนเดียวกัน โดยปกติจะวิเคราะห์เสร็จพร้อม ๆ กัน ทำให้มีจุดอ่อนคือ repeatability จะครอบคลุมเพียงความคลาดเคลื่อนขั้นต่ำเท่านั้น ดังนั้นจึงให้หาค่า repeatability ในช่วงเวลาสั้น ๆ เช่น 2 ถึง 3 วันเป็นต้น

2. reproducibility หมายถึง ความเที่ยงที่เกิดจากการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ โดยใช้วิธีเดียวกัน ผู้วิเคราะห์ต่างกัน เครื่องมือคนละเครื่อง และทำในห้องปฏิบัติการคนละแห่ง มักจะวิเคราะห์ซ้ำโดยใช้ช่วงเวลายาวพอสมควร (กุลนารี สิริสาดี, 2542) ระดับของความเสี่ยงขึ้นกับความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ดังตาราง 2

ตาราง 2 ระดับความแม่นยำของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ระดับความเข้มข้น	ระดับความถูกต้อง relative error		
	ปานกลาง	สูง	ต่ำ
trace analysis (ระดับ ppm)	1 – 10	0.1 – 1	10 – 35
ultra-trace analysis (ppb, ppt)	10 – 35	1 – 10	>35
มากกว่า ppm	0.1 – 1	0.01 – 0.1	1 – 10

ที่มา : (วิลาวลัย พงษ์พิทักษ์, 2543)

การหาระดับความแม่นยำโดยหาค่า %RSD อาจจะหาจากการวิเคราะห์ CRM หรือการทำ % recovery

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

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

x_i = ค่าที่วัดได้แต่ละครั้ง

$\bar{x}$ = ค่าเฉลี่ยที่ได้

n = จำนวนครั้งที่ทำซ้ำ

3. LOD และ LOQ (limit of detection and limit of quantitation)

LOD หมายถึง ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่างที่สามารถตรวจวัดได้ และ LOQ หมายถึง ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่างที่สามารถหาปริมาณหรือรายงานผลได้โดยมี accuracy และ precision ยอมรับได้ (NATA, 1998)

LOD และ LOQ หาได้โดยการวัด blank ของตัวอย่าง (sample blank) อย่างน้อย 7 ซ้ำ และนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ยสัญญาณรบกวน (noise) ของ sample blank จากนั้นสัญญาณของ LOD (signal-to-noise) จะเป็น 3 ของสัญญาณรบกวน และสัญญาณของ LOQ (signal-to-noise) จะเป็น 10 ของสัญญาณรบกวน (Hearn, 1996)

$$LOD = 3 \text{ (signal-to-noise)}$$

$$LOQ = 10 \text{ (signal-to-noise)}$$

4. ความสัมพันธ์เชิงเส้น (linearity)

ความสัมพันธ์เชิงเส้น หมายถึง ความสามารถของวิธีการวิเคราะห์ที่ทำให้วิเคราะห์แล้วได้ผลการวิเคราะห์ที่เป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารที่วิเคราะห์ในช่วงความเข้มข้นของสารที่วัดตั้งแต่ความเข้มข้นต่ำสุดถึงความเข้มข้นสูงสุดที่วัดแล้วมี accuracy และ precision อยู่ในระดับที่ความถูกต้องยอมรับได้ตามที่กำหนด

linearity ทำได้โดยการวิเคราะห์ CRM หรือ sample blank ที่เติมสารมาตรฐาน ให้มีความเข้มข้นอย่างน้อยจำนวน 5 ระดับความเข้มข้นตั้งแต่น้อยไปจนมากที่สุด นำค่าที่วิเคราะห์ได้เทียบกับความเข้มข้น ทำซ้ำ 3 ครั้ง แต่ละระดับความเข้มข้น นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟ เส้นระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าความเข้มข้น และคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient, r) (NATA, 1998) เกณฑ์การยอมรับได้โดยทั่วไป ค่า r จะต้องมียุ่ระหว่าง 0.995 - 1.000

5. ความจำเพาะ (selectivity or specificity)

ความจำเพาะ หมายถึง ความสามารถของวิธีวิเคราะห์ที่จะวิเคราะห์เฉพาะสารที่ต้องการวิเคราะห์โดยสารชนิดอื่นนั้นเป็นเพียงส่วนประกอบหนึ่งในสารละลายนั้น ๆ วิธีการวิเคราะห์ใดที่มีความสามารถในการเลือกเฉพาะสารที่ต้องการจะวัด จะกล่าวได้ว่าวิธีวิเคราะห์นั้นมีความจำเพาะ (specific) การศึกษา specific ของวิธีการวิเคราะห์ทำได้โดยการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีหรือเติมสารรบกวนอื่น ตรวจสอบดูว่าสารรบกวนเหล่านั้นมีผลกระทบหรือไม่ และสารรบกวนเหล่านั้นทำให้การตรวจวัด หรือการหาปริมาณสารที่ต้องการผิดไป (มากขึ้น หรือน้อยลง) หรือไม่ (NATA, 1998)

4. เอกสารที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

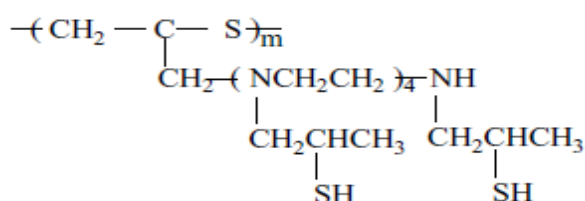
การตรวจวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณไอออนทองคำมีความสำคัญทั้งทางสิ่งแวดล้อมและอุตสาหกรรม ได้มีผู้ศึกษาและพัฒนาวิธีต่าง ๆ เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณของไอออนทองคำอย่างต่อเนื่อง วิธีการที่ได้รับความนิยมในการตรวจหาปริมาณไอออนทองคำคือ วิธีการทางสเปกโทรสโกปี โดยทั่วไปเทคนิคที่ใช้ได้แก่ เทคนิคฟลูออเรสเซนส์สเปกโทรสโกปี (fluorescence spectroscopy) (Wang et al., 2016) เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปี (Krystyna, 2005) เทคนิคอินดักทีฟคัปเปิลพลาสมาอะตอมมิกอิมิสชันสเปกโทรสโกปี (Wu et al., 2004) เทคนิคอินดักทีฟคัปเปิลพลาสมาออดิออลอิมิสชันสเปกโทรสโกปี (Rahman et al., 2013) เป็นต้น รวมไปถึงการนำวิธีการทางเคมีไฟฟ้ามาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำด้วย เช่น เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี (Apilux et al., 2010) เทคนิคแอนอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (Iva & Daniel, 1993) เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Chunming, Haoli, Yi, & Hulin, 1998) เป็นต้น เนื่องจากทั้งสองวิธีมีความแม่นยำ ถูกต้อง และมีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์สูง จึงทำให้ได้รับความนิยมและถูกนำศึกษาและใช้เป็นแนวทางในการพัฒนางานวิจัยสำหรับใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำอย่างต่อเนื่องตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบัน

4.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการหาปริมาณไอออนทองคำ

4.1.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการหาปริมาณไอออนทองคำโดยใช้วิธีการทางสเปกโทรสโกปีเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมในการวิเคราะห์โลหะหลากหลายชนิด เนื่องจากเป็นวิธีที่มีความไวและความจำเพาะสูง ไอออนทองคำเป็นหนึ่งในโลหะที่มีการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคดังกล่าวมาตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบันเห็นได้จากการทบทวนวรรณกรรมที่มีการนำเสนอของคณะผู้วิจัยที่ได้นำเสนองานวิจัยที่ผ่านมา ดังนี้

ในปี ค.ศ. 1988 Yong Soon Chung และ Ramon M. Barnes (Chung Soon & Ramon, 1988) ได้นำเสนองานวิจัยเกี่ยวกับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ (Au) แพททินัม (Pt) พาราเดียม (Pd) และ เงิน (Ag) โดยใช้เทคนิค ICP-AES ร่วมกับการเพิ่มความเข้มข้นและ/หรือกำจัดสารรบกวน(pre-treatment) โดยใช้ poly (dithiocarbamate) resin เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ทำให้มีขั้นตอนที่ซับซ้อน และใช้เวลาในการวิเคราะห์ที่นานมากขึ้น

ในปี ค.ศ. 2004 Yiwei Wu (Wu et al., 2004) และคณะ นำเสนองานวิจัยสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ (Au) พาราเดียม (Pd) และ แพททินัม (Pt) ในตัวอย่างทางสิ่งแวดล้อมและชีวภาพ โดยใช้เทคนิคอิเล็กโตรเทอมอล วาโพไรเซชัน อินดักทีฟคัปเปิลด์ พลาสมา ออฟติคอลอิมิชันสเปกโทรสโกปี (electrothermal vaporization-inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy, ETV-ICP-OES) ร่วมกับการใช้ chelating resin YPA₄ เพื่อช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง และให้ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ทองคำอยู่ที่ 70 พิโคกรัม แต่อย่างไรก็ตามในงานวิจัยนี้ยังมีข้อจำกัดคือการสังเคราะห์ chelating resin YPA₄ ที่ต้องใช้เวลาราว 72 ชั่วโมงในการสังเคราะห์



ภาพประกอบ 9 โครงสร้างของ Chelating resin YPA₄

ในปี ค.ศ. 2005 Krystyna Pyrzynska (Krystyna, 2005) ได้พัฒนาวิธีการวิเคราะห์ไอออนทองคำโดยใช้เทคนิคอะตอมมิคสเปกโทรเมตรี (atomic spectrometry) ในการวิเคราะห์ไอออนทองคำในตัวอย่างที่ต่างชนิดกัน และยังสามารถวิเคราะห์ได้ที่มีความเข้มข้นต่ำ ๆ แต่ในงานวิจัยนี้ยังมีข้อจำกัดคือมีขั้นตอนในการเตรียมที่ตัวอย่างที่ซับซ้อนในขั้นตอนการเพิ่มความ

เข้มข้นของตัวอย่าง และลดการรบกวนของสารรบกวนอื่น ๆ ที่พบได้ในตัวอย่าง เช่น การสกัดโดยใช้ตัวทำละลาย (solvent extraction) และการแลกเปลี่ยนไอออน (ion-exchange) เป็นต้น

ในปี ค.ศ. 2007 Hasan Basri Senturk (Senturk et al., 2007) และคณะ ได้พัฒนางานวิจัยในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ โดยทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของไอออนทองคำกับ diethyldithiocarbamate (Au(III)–diethyldithiocarbamate complex) ร่วมกับการใช้ตัวดูดซับ amberlite XAD-2000 resin ก่อนนำไปวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค เพรมอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมตรี (flame atomic absorption spectrometry, FAAS) ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์อยู่ที่ 16.6 $\mu\text{g/L}$ แต่ในงานวิจัยนี้จะต้องมีขั้นตอนของการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน และขั้นตอนในการแยก (separation) ไอออนทองคำก่อนนำไปวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค FAAS

ในปี ค.ศ. 2008 Mojtaba Shamsipur และ Majid Ramezani (Shamsipur & Ramezani, 2008) ได้นำเสนองานวิจัยสำหรับในการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่างที่ต่างชนิดกัน โดยใช้เทคนิคแกรไฟต์เฟอร์เนสอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมตรี (graphite furnace atomic absorption spectrometry, GF-AAS) ร่วมกับการใช้เทคนิคการสกัดระดับไมโครโดยอาศัยหลักการกระจายตัวระหว่างชั้นของ ๆ เหลวที่ใช้ตัวทำละลายสกัด (dispersive liquid-liquid microextraction) เพื่อเพิ่มความเข้มข้น และความจำเพาะในการตรวจวัดไอออนทองคำ โดยให้ช่วงความเข้มข้นในการวิเคราะห์อยู่ที่ 0.03 ถึง 0.5 ng/mL ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์อยู่ที่ 0.005 ng/mL งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ แต่อย่างไรก็ตามในงานวิจัยนี้จะต้องใช้ระยะเวลาในขั้นตอนของการสกัดเพิ่มขึ้น

ในปี ค.ศ. 2008 Pei Liang (Liang, Zhao, Ding, & Du, 2008) และคณะ ได้นำเสนองานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ไอออนทองคำโดยการนำเอาท่อนาโนคาร์บอนแบบหลายชั้น (multiwalled carbon nanotubes microcolumn, MWNTs) มาช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสกัดโดยใช้เป็นตัวดูดซับของแข็ง (solid phase extraction, SPE) เพื่อเพิ่มความเข้มข้นของตัวอย่างและลดการรบกวนจากสารอื่น ๆ ก่อนนำไปวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค FAAS ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์อยู่ที่ 0.15 $\mu\text{g/L}$

ในปี ค.ศ. 2010 Alaa S. Amin (Amin, 2010) นำเสนองานวิจัยสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ โดยนำไอออนทองคำมาทำปฏิกิริยากับ 2,3-dichloro-6-(3-carboxy-2-hydroxy-1-naphthylazo) quinoxaline (DCHNAQ) เพื่อให้เกิดเป็นสารละลายที่มีสีแล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคทางสเปกโทรเมตรีร่วมกับการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง (solid phase

extraction) เพื่อกำจัดสารรบกวนอื่น ๆ และเพิ่มความเข้มข้นก่อนนำไปวิเคราะห์ ให้ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ 6.1 ถึง 19.5 ng/mL

ในปี ค.ศ. 2013 Mohammed M.Rahman (Rahman et al., 2013) และคณะได้นำเสนองานวิจัยในการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ โดยใช้เทคนิค ICP-OES ร่วมกับการใช้ CuO microsheets เป็นตัวดูดซับไอออนทองคำ สำหรับการเพิ่มความจำเพาะในการตรวจวัดไอออนทองคำ ก่อนนำไปวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค ICP-OES แต่ในงานวิจัยนี้มีข้อจำกัดในขั้นตอนของการสังเคราะห์ CuO microsheets ที่ใช้เวลานาน และมีขั้นตอนในการสังเคราะห์ที่ซับซ้อน

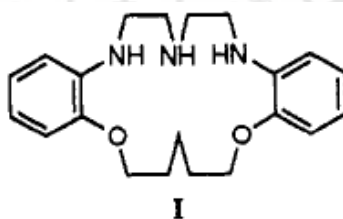
ในปี ค.ศ. 2014 Soner Cubuk (Cubuk et al., 2014) และคณะ นำเสนองานวิจัยในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ โดยใช้เทคนิคฟลูออเรสเซนสเปกโทรเมตรี (fluorescent spectrometry) ร่วมกับการสังเคราะห์ตัวตรวจวัด thiol-ene-based ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ และให้ช่วงความเข้มข้นในการวิเคราะห์อยู่ที่ 0.005 ถึง 0.05 mg/L นอกจากนั้นแล้วยังค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์อยู่ที่ 1.9 $\mu\text{g/L}$ ซึ่งถือว่าเป็นขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ไอออนทองคำโดยใช้เทคนิคฟลูออเรสเซนสเปกโทรเมตรี แต่อย่างไรก็ตามในงานวิจัยนี้จะต้องใช้เวลามากขึ้นในการสังเคราะห์ตัวตรวจวัดในการตรวจวัดไอออนทองคำเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุดในการวิเคราะห์

ในปี ค.ศ. 2016 Enze Wang (Wang et al., 2016) และคณะ เสนอการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำโดยใช้เทคนิคฟลูออเรสเซนสเปกโทรเมตรี โดยให้ไอออนทองคำทำปฏิกิริยากับ boron-di-pyrromethene (BODIPY) และเกิดการวาวแสงทำให้สามารถวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำได้ มีขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ 60 nM แม้ว่าการวิเคราะห์นี้จะใช้เวลาในการวิเคราะห์สั้น และทำได้ง่าย แต่พบว่าขั้นตอนในการสังเคราะห์ BODIPY มีขั้นตอนที่ซับซ้อนและใช้เวลานาน

ในปี ค.ศ. 2016 Mohammad Amjadi (Amjadi, Shokri, & Hallaj, 2016) และคณะ ได้พัฒนางานวิจัยในการตรวจวิเคราะห์ไอออนทองคำโดยใช้เทคนิคฟลูออเรสเซนสเปกโทรเมตรี ร่วมกับการใช้แกรฟีนควอนตัมดอท graphene quantum dots (GQDs) เป็นสารวาวแสงเมื่อมีไอออนทองคำเข้ามาในระบบไอออนทองคำจะทำหน้าที่เป็นตัวยับยั้ง(quenching) การวาวแสงของ GQDs ทำให้ค่าการวาวแสงลดลงซึ่งจะแปรผันตรงกับความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง ช่วงความเข้มข้นในการวิเคราะห์ไอออนทองคำอยู่ที่ 1.0 ถึง 80 μM นอกจากนั้นแล้วยังให้ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์อยู่ที่ 0.5 μM แม้ในงานวิจัยนี้จะทำได้ง่ายและใช้เวลาในการวิเคราะห์สั้น แต่อย่างไรก็ตามขั้นตอนของการสังเคราะห์ GQDs มีความซับซ้อนและใช้เวลานาน

4.1.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการหาปริมาณไอออนทองคำโดยใช้วิธีการทางเคมีไฟฟ้า เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมสำหรับการตรวจวิเคราะห์โลหะหนักเนื่องจากสามารถนำมาพัฒนาเพื่อแก้ไขข้อจำกัดของวิธีการวิเคราะห์แบบมาตรฐาน เช่น วิธีการทางสเปกโทรสโกปี เนื่องจากวิธีการทางเคมีไฟฟ้ามีลักษณะเด่นคือ ใช้งานง่าย สะดวก วิเคราะห์ผลได้รวดเร็ว อีกทั้งยังมีสภาพไวในการตรวจวัดและมีความจำเพาะสูง และยังสามารถวิเคราะห์ภายนอกห้องปฏิบัติการ แม้ในบริเวณที่มีทรัพยากรอย่างจำกัด มีการนำเสนองานวิจัยของคณะผู้วิจัยที่ผ่านมาดังนี้

ในปี ค.ศ. 1993 Iva Turyan และ Daniel Mandler (Iva & Daniel, 1993) ได้ตรวจวิเคราะห์ไอออนทองคำ โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่เรียกว่า แอนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี ร่วมกับการปรับปรุงผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานกลาสคาร์บอน โดยใช้ 8,9,17,18-dibenzo-1,7-dioxa-10,-13,16-triaza cyclooctadecane (DDTC) เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจวัดไอออนทองคำ ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์อยู่ที่ 4.2×10^{-10} M

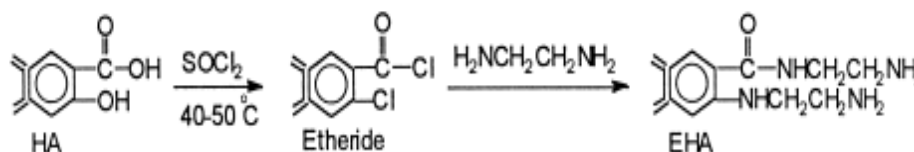


ภาพประกอบ 10 โครงสร้างของ DDTC (8,9,17,18-dibenzo-1,7-dioxa-10,13,16-triaza cyclooctadecane)

ในปี ค.ศ. 1997 Gabriel Alarnes-Varela และ Agustin Costa-Garcia (Gabriel & Agustin, 1997) ได้นำเสนองานวิจัยที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่เรียกว่า แอนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี โดยใช้ขั้วไฟฟ้าใช้งานคาร์บอนไฟเบอร์ ขนาดเล็กกว่าระดับไมครอน (carbon fiber ultramicroelectrodes) ที่ให้ความจำเพาะต่อการวิเคราะห์ไอออนทองคำ และให้ช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงกับค่าความเข้มข้นในวิเคราะห์ไอออนทองคำอยู่ระหว่าง 1.00×10^{-8} M ถึง 1.60×10^{-6} M นอกจากนั้นแล้วยังให้ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์อยู่ที่ 5.94×10^{-8} M

ในปี ค.ศ. 1998 Chunming Wang (Chunming et al., 1998) และคณะ ได้นำเสนองานวิจัยในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่เรียกว่า ไฮคลิกโวลแทมเมตรี และ ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ร่วมกับการปรับปรุงผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งาน

(carbon paste electrode) โดยใช้ ethylenediamine fixed humic acid (EHA) ซึ่งการสังเคราะห์ EHA โดยการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง humic acid (HA) และ ethylenediamine และให้ช่วงความเข้มข้นในการวิเคราะห์ไอออนทองคำอยู่ที่ 5.1×10^{-8} M ถึง 3.5×10^{-6} M นอกจากนั้นแล้วยังค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์อยู่ที่ 5×10^{-8} M



ภาพประกอบ 11 การสังเคราะห์ EHA โดยการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง humic acid(HA) และ ethylenediamine

ในปี ค.ศ. 2010 Amara Apilux (Apilux et al., 2010) และคณะ ได้พัฒนาวิธีการวิเคราะห์ไอออนทองคำ โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าร่วมกับการตรวจวัดเชิงสี (colorimetry) พบว่าสามารถตรวจวิเคราะห์ไอออนทองคำได้ขีดจำกัดต่ำสุดที่ 1 mg/L แม้ว่าในงานวิจัยนี้จะสามารถทำได้ง่าย สะดวก รวดเร็ว อีกทั้งยังสามารถวิเคราะห์ภายนอกห้องปฏิบัติการได้ แต่ในงานวิจัยนี้มีข้อจำกัดคือมีการรบกวนจากไอออนบางชนิด คือ ไอออนเหล็ก ทำให้มีการใช้การตรวจวัดทางสีร่วมด้วยเพื่อลดการรบกวนของไอออนเหล็ก จากข้อจำกัดดังกล่าวเป็นการเพิ่มความซับซ้อนในการวิเคราะห์

4.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการนำแกรฟีนไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์

แกรฟีน เป็นหนึ่งในวัสดุที่ได้รับความนิยมในการนำมาประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานในทางเคมีไฟฟ้าโดยใช้เป็นตัวตรวจวัด (sensors) ตัวตรวจวัดทางชีวภาพ (biosensors) โดยเริ่มใช้ตั้งแต่ปี ค.ศ. 2004 ในการวิเคราะห์สารต่าง ๆ ที่สนใจ และเป็นที่ยอมรับในกลุ่มของการวิเคราะห์โลหะหนัก (heavy metals) (Molina, Cases, & Moretto, 2016) สารชีวโมเลกุล (biomolecule) (Kuila et al., 2011) เนื่องจากแกรฟีนมีคุณสมบัติที่โดดเด่นได้แก่ สามารถบดอง ม้วน หรือพับได้ มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำทำให้แกรฟีนเป็นวัสดุทำไฟฟ้าได้ดี มีความสามารถในการนำความร้อนจำเพาะ มีความสามารถในการเพิ่มการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนระหว่างขั้วไฟฟ้ากับสารละลาย เป็นต้น โดยจะยกตัวอย่างการวิเคราะห์สารต่าง ๆ ที่มีการนำเอาแกรฟีนมาประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน และ/หรือใช้ในการปรับปรุงหรือดัดแปร (modified หรือ

functionalize) ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานร่วมกับสารชนิดอื่น ๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการวิเคราะห์นั้น ๆ ดังแสดงในตาราง 3 และ 4 ตามลำดับ

ตาราง 3 แสดงการวิเคราะห์โลหะหนักชนิดต่าง ๆ ที่มีการนำแกรฟีนมาประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานและ/หรือใช้ในการปรับปรุงหรือดัดแปรผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานร่วมกับสารชนิดอื่น ๆ

ขั้วไฟฟ้าใช้งาน	สารที่วิเคราะห์	ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ (LOD)	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้	ตัวอย่างในการวิเคราะห์	เอกสารอ้างอิง
AuNPs-RGO/GCE	As(III)	1.3 nM	1.3 – 2.67 nM	ตัวอย่างน้ำ	Li & et.al (2015)
AuNPs-RGO/GCE	Hg(II)	0.6 nM	1 – 150 nM	น้ำประปา	Ding. & et.al (2014)
AgNPs-GO/GCE	As(III)	0.24 nM	13.33 – 375.19 nM	ตัวอย่างน้ำใต้ดินและน้ำจากแม่น้ำ	Dar & et.al (2014)
nafion-L-leucine-GO/ Au	As(III)	6700 nM	6.7×10^4 – 6.67×10^5 nM	ตัวอย่างน้ำใต้ดินและน้ำจากแม่น้ำ	Kumar,Bhanjana. & et.al (2016)
Hg-nafion-RGO/GCE	Cd(II)	0.71 nM	8.9 – 62.3 nM	น้ำจากทะเลสาบ	Willemse & et.al (2011)
Hg-nanoG-nafion/GCE	Cd(II)	0.0311 nM	2.2 – 44.5 nM	น้ำประปา	Wu, Fu. & et.al (2014)

ตาราง 3 (ต่อ)

ขั้วไฟฟ้าใช้งาน	สารที่วิเคราะห์	ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ (LOD)	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้	ตัวอย่างในการวิเคราะห์	เอกสารอ้างอิง
GCE/GQDs/AuNPs-nafion	Hg(II)	0.02 nM 0.05 nM	0.02 – 1.5 nM	-	Ting & et.al (2015)
	Cd(II)		1.5 – 100 nM		
nafion-G-carbon nanosheets/GCE	Pb(II)	1.12 nM	500 – 5.0×10^4 nM	-	Zhang & et.al (2013)
Hg-GO-nafion/GCE	Pb(II)	6.3×10^{-4} nM	0.024 – 0.338 nM	น้ำประปา, น้ำจากสระ น้ำ,	Wang, Luo & et.al (2011)
rhodamine-Bhydrazide-GO/Au	Cu(II)	0.061 nM	0.1 – 50 nM	-	Kang, Peng & et.al (2015)
nafion-polyethyleneimine-RGO/GCE	Cu(II)	300 nM	1×10^3 – 7×10^4 nM	-	Hu, Gou & et.al (2015)

ที่มา (Molina et al., 2016)

ตาราง 4 แสดงการวิเคราะห์สารชีวโมเลกุล เมื่อนำแกรฟีนมาประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานและ/หรือใช้ในการปรับปรุงหรือดัดแปรผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานร่วมกับสารชนิดอื่น ๆ

ขั้วไฟฟ้าใช้งาน	สารที่วิเคราะห์	ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์(LOD)	เอกสารอ้างอิง
graphene/Nafion	glucose	1×10^3 nM	Chen et al. (2010)
PtNP-graphene	cholesterol	0.5 nM	Dey and Raj (2010)
IL functionalized graphene	NADH	5×10^3 nM	Shan et al. (2010)
COOH functionalized graphene	adenine และ guanine	25 และ 50 nM	Huang et al. (2011)
Fe ₃ O ₄ -graphene	Hb	500nM	He et al. (2011)
AuNP-graphene	HRP	1.0×10^3 nM	Zhou et al. (2010)

ที่มา: (Velram, Kin-tak, David, & Debes, 2018)

จากการทบทวนวรรณกรรมที่กล่าวมาข้างต้น การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำโดยใช้วิธีการทางสเปกโทรสโกปีจะให้ค่าขีดจำกัดในการวิเคราะห์ที่ต่ำ และมีความจำเพาะในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ แต่อย่างไรก็ตามจะเห็นว่า มีขั้นตอนของการเตรียมตัวอย่างที่ซับซ้อนเพื่อเพิ่มความจำเพาะ และใช้สารเคมีในปริมาณมาก ทำให้ใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์ที่นานขึ้น อีกทั้งจะเห็นได้ชัดว่าหากต้องการวิเคราะห์ไอออนทองคำด้วยวิธีการดังกล่าวจะต้องวิเคราะห์ภายในห้องปฏิบัติการเท่านั้น

ต่อมาจึงได้ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้องสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำโดยใช้วิธีการทางเคมีไฟฟ้า การนำวิธีการทางเคมีไฟฟ้ามาใช้ในการวิเคราะห์ไอออนทองคำนั้นสามารถทำได้ง่าย วิเคราะห์ภายนอกห้องปฏิบัติการได้ ใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์สั้น และให้ผลการวิเคราะห์ที่แม่นยำ โดยไม่ต้องเพิ่มขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง แต่จะเพิ่มขั้นตอนการ

ปรับปรุงผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานเพื่อเพิ่มความจำเพาะในการวิเคราะห์ และกำจัดสารรบกวนอื่น ๆ โดยการสังเคราะห์สารบางชนิดขึ้นมา จากขั้นตอนดังกล่าวนี้จึงทำให้การวิเคราะห์ใช้เวลามากขึ้น แต่ในปี ค.ศ. 2010 งานวิจัยของ Apilux และคณะ สามารถนำเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าคือ การใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ในการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำซึ่งสามารถลดขั้นตอนการปรับปรุงผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งาน ทำให้สามารถทำได้ง่ายและรวดเร็ว แต่อย่างไรก็ตามในงานวิจัยนี้ยังมีข้อจำกัดในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ คือการรบกวนของไอออนเหล็ก ที่อาจพบได้ในตัวอย่าง ทำให้มีขั้นตอนในการวิเคราะห์ร่วมโดยใช้เทคนิคเชิงสี ที่เพิ่มเข้ามาเพื่อลดการรบกวนของไอออนเหล็กดังกล่าว

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นศึกษาและพัฒนาตัวตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้าแบบใหม่ที่สามารถวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำได้โดยปราศจากการรบกวนของไอออนเหล็ก ที่ทำได้ง่าย รวดเร็ว และมีประสิทธิภาพสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ โดยการเพิ่มประสิทธิภาพในการวิเคราะห์โดยใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน เนื่องจากแกรฟีนมีคุณสมบัติที่โดดเด่นมากมาย โดยจะเห็นได้จากการนำแกรฟีนไปประยุกต์ใช้เป็นตัวรับรู้ทางเคมีไฟฟ้าสำหรับการวิเคราะห์สารต่าง ๆ มากมายดังที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น และในงานวิจัยนี้ได้นำแกรฟีนมาใช้เป็นหนึ่งในวัสดุและ/หรืออุปกรณ์ที่สำคัญคือ เป็นตัวตรวจวัดและ/หรือตัวรับรู้ทางเคมีไฟฟ้าร่วมกับการใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าคือ เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจวัด และสามารถประยุกต์ใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นสำหรับการตรวจวิเคราะห์ไอออนทองคำในตัวอย่างจริงเช่น ตัวอย่างน้ำเสียจากกระบวนการคืนกลับทองคำ และตัวอย่างน้ำทิ้งจากอุตสาหกรรม น้ำจากสิ่งแวดล้อม เป็นต้น

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) หรือ Au(III) โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี รายละเอียดของเนื้อหาในบทนี้จะประกอบด้วย

1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย
2. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) หรือ Au(III)
3. การออกแบบอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน

1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1.1 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

-เครื่อง potentiostat รุ่น PGSTAT 101 autolab จากบริษัท Metrohm autolab
ควบคุมโดยโปรแกรม nova software

- คอมพิวเตอร์ (computer)
- เครื่องพิมพ์ไข (wax printing) (xenon color cube 8570, Japan)
- หลอดไมโครทิวป์ (micro tube)
- แผ่นใส (transparent)
- เทปใส 3 เอ็ม (adhesive tape)
- กระดาษกรองเบอร์ 1 ของ WHATMAN
- ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)
- ไมโครปิเปต (micro pipettes) ขนาด 10, 20, 100, 200 และ 1000 ไมโครลิตร
- ตู้อบลมร้อน (hot air oven)
- อุปกรณ์ให้ความร้อน (hotplate)
- เฟรมสกรีนสำหรับพิมพ์ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีน จาก บริษัท silk cut L.P.
- เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง รุ่น AB104-S จากบริษัท Mettler Toledo

1.2 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

-โกลด์ (III) คลอไรด์ ไตรไฮเดรต ($\text{gold(III)chloride trihydrate}$, $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) จากบริษัท Aldrich

-โกลด์ (I) คลอไรด์ (gold(I)chloride , AuCl) จากบริษัท Aldrich

- สารละลายโกลด์ (III) มาตรฐานสำหรับ AAS จากบริษัท Sigma- Aldrich
- เฟอริก (III) คลอไรด์ (Iron(III)chloride, FeCl_3)
- สารละลายนิกเกิล (II) มาตรฐานสำหรับ ICP จากบริษัท Sigma- Aldrich
- คอปเปอร์ (II) คลอไรด์ (Copper(II)chloride, CuCl_2) จากบริษัท Sigma- Aldrich
- ซิงค์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต (Zinc(II)sulphate heptahydrate, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

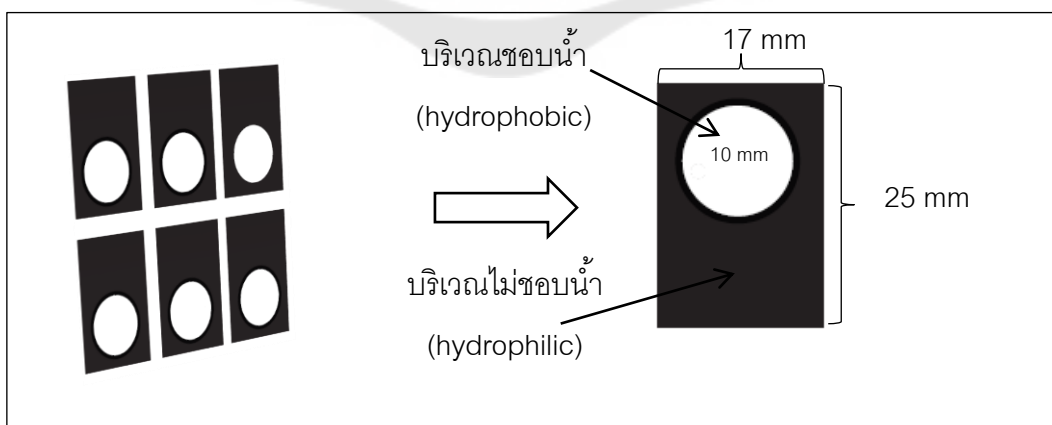
จากบริษัท Merck

- ซิลเวอร์ (I) ไนเตรต (Silver(I)nitrate, AgNO_3) จากบริษัท Srebra azotan
- กรดไนตริก (nitric acid, HNO_3)
- กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid, HCl)
- หมึกคาร์บอน-แกรฟีน (carbon-graphene inks) จากบริษัท Gwent group
- หมึกซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์ (silver-silver chlorides inks) จากบริษัท Gwent group
- อะซิโตน (acetone)

2. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

2.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน

1. ออกแบบฐานกระดาษรองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน ทำได้โดยใช้โปรแกรมอะโดบี อิลลัสเตรเตอร์ (adobe Illustrator) ดังแสดงตามภาพประกอบ 12



ภาพประกอบ 12 ฐานกระดาษรองรับขั้วไฟฟ้า

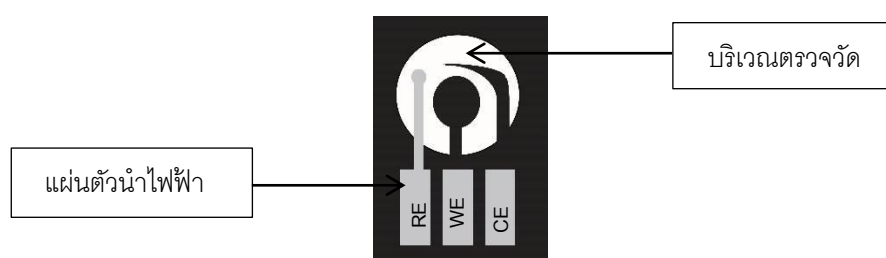
2. เตรียมกระดาษกรองเบอร์ 1 ของ WHATMAN โดยตัดให้มีขนาดเท่ากระดาษ A4 แล้วนำไปใส่เครื่องพิมพ์เพื่อพิมพ์แบบชั่วคราวไฟฟ้าผ่านเครื่องพิมพ์ไซ (xenon color cube 8570, Japan) พิมพ์เสร็จจะได้ฐานกระดาษรองรับชั่วคราวไฟฟ้า หลังจากนั้นนำฐานกระดาษรองรับชั่วคราวไฟฟ้าไปวางบนอุปกรณ์ให้ความร้อน ที่อุณหภูมิ 175°C เป็นเวลา 30 วินาที เพื่อให้ wax ละลายแล้วซึมเข้าสู่กระดาษ เกิดบริเวณที่ชอบน้ำ (hydrophobic) และบริเวณที่ไม่ชอบชอบน้ำ (hydrophilic) หลังจากนั้นปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วนำฐานกระดาษรองรับชั่วคราวไฟฟ้าที่ได้มาทำการสกรีนขั้นตอนต่าง ๆ ตามลำดับดังนี้

2.1 ทำความสะอาดเฟรมสกรีนสำหรับพิมพ์ชั่วคราวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนก่อนใช้งานด้วยสารละลายอะซิโตน ทุกครั้ง

2.2 สกรีนชั่วคราวไฟฟ้าช่วย และชั่วคราวไฟฟ้าใช้งาน ด้วยหมึกคาร์บอนแกรฟีน ลงบนฐานกระดาษรองรับชั่วคราวไฟฟ้า แล้วนำไปเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 55°C เป็นเวลา 30 นาที เพื่อระเหยตัวทำละลายในหมึกคาร์บอนแกรฟีนออก

2.3 สกรีนชั่วคราวไฟฟ้าอ้างอิงและแผ่นตัวนำไฟฟ้า (conductive pads) ด้วยหมึกซิลเวอร์/ซิลเวอร์คัลไรด์ ลงบนฐานกระดาษรองรับชั่วคราวไฟฟ้า ที่สกรีนชั่วคราวไฟฟ้าช่วย และชั่วคราวไฟฟ้าใช้งานเสร็จแล้ว (ในข้อ 2.2) แล้วนำไปเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 55°C เป็นเวลา 30 นาที เพื่อระเหยตัวทำละลายในหมึกซิลเวอร์/ซิลเวอร์คัลไรด์ออก จะได้ชั่วคราวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนการ์ฟีนบนฐานกระดาษรองรับชั่วคราวไฟฟ้า ดังแสดงในภาพประกอบ 13

3. ในกรณีของฐานแผ่นใสรองรับชั่วคราวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน ทำโดยตัดแผ่นใส (ขนาดเท่ากระดาษ A4) แบ่งให้เป็น 4 ส่วน แล้วนำไปทำการสกรีนขั้นตอนต่าง ๆ ทำในลักษณะเดียวกันกับฐานรองรับชั่วคราวไฟฟ้าที่เป็นกระดาษตั้งแต่ข้อ 2.1 - 2.3 จากนั้นนำไปใช้ในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ได้เลย

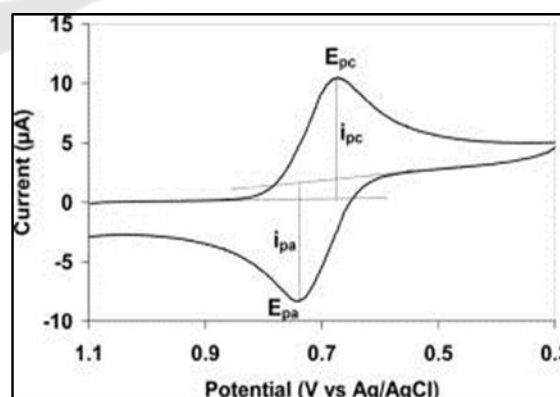
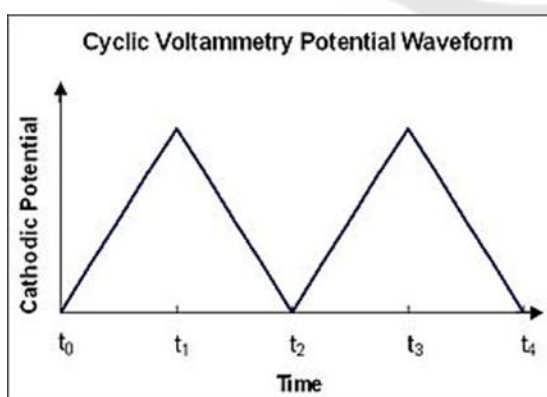


ภาพประกอบ 13 ชั่วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน

4. ก่อนนำไปใช้งานสำหรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนบนฐานกระดาษ ต้องทำการติดเทปใสติดด้านหลังของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนเพื่อป้องกันการซึมของสารละลาย

2.2 การเตรียมสารละลายไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เพื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

ไซคลิกโวลแทมเมตรี (cyclic voltammetry) เป็นหนึ่งในเทคนิคโวลแทมเมตรี ที่ให้ศักย์ไฟฟ้าโดยอาศัยแหล่งพลังงานจากภายนอกเข้าไปที่ขั้วไฟฟ้า โดยเป็นการสแกน (scan) ศักย์ไฟฟ้าเส้นตรงแบบคลื่นรูปสามเหลี่ยมดังภาพประกอบ 14 (ซ้าย) ผลที่ได้จากการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีเรียกว่า ไซคลิกโวลแทมโมแกรม (cyclic voltammogram) ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ที่ให้กับระบบเทียบกับกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้น ดังภาพประกอบ 14 (ขวา) จากภาพประกอบ 14 (ขวา) แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมของสารประกอบที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทั้งออกซิเดชันและรีดักชัน โดยความต่างศักย์ตรงตำแหน่งที่กราฟสูงสุดเป็นค่าความต่างศักย์ของปฏิกิริยารีดักชัน (cathodic peak potential, E_{pc}) ค่ากระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นตรงตำแหน่ง E_{pc} คือกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นเนื่องจากปฏิกิริยารีดักชันเรียกว่า กระแสแคโทดสูงสุด (cathodic peak current) และ ตำแหน่งที่ต่ำที่สุดเป็น ค่าความต่างศักย์ของปฏิกิริยาออกซิเดชัน (anodic peak potential, E_{pa}) กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นตรงตำแหน่ง E_{pa} เป็นกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นเนื่องจากปฏิกิริยาออกซิเดชันเรียกว่า กระแสแอโนดสูงสุด (anodic peak current) (Wikipedia, 2018a) เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีนำมาใช้เพื่อศึกษาพฤติกรรมการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของไอออนทองคำที่สนใจ รวมไปถึงศึกษาการใช้ได้ของขั้วไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่พัฒนาขึ้นสำหรับการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า (Wikipedia, 2018a)



ภาพประกอบ 14 ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับระบบ ณ เวลาต่าง ๆ (ซ้าย) และ ผลที่ได้จากการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (ขวา)

1. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

1. เตรียมสารละลาย 0.1 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก และ 0.05 โมลาร์ กรดไนตริก โดยละลายในน้ำปราศจากไอออน (deionized water, DI) และใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์
2. เตรียมสารละลาย 50 มิลลิกรัมต่อลิตร Au(I) ที่ละลายในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ตามลำดับ
3. ปิเปตสารละลาย Au(I) ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงบนขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนบนฐานกระดาษ ที่ประกอบด้วยสามขั้ว ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าใช้งานและขั้วไฟฟ้าช่วย คือ แกรฟีน ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงคือ ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ที่ถูกวางไว้บนอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้า
4. สแกนศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ +1.2 ถึง 0.0 โวลต์ อัตราเร็วในการสแกน (scan rate) 100 มิลลิโวลต์ต่อวินาที (mV/s)
5. วัดกระแสที่เกิดไฟฟ้าที่เกิดขึ้นโดยใช้โปรแกรม nova software

2. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) ทำการทดลองในลักษณะเดียวกันกับ Au(I) ตั้งแต่ข้อ 2 ถึง 5

3. ศึกษาพฤติกรรมของการเกิดปฏิกิริยาของไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เมื่อใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนร่วมโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

2.3 การเตรียมสารละลายไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เพื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

1. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

1. เตรียมสารละลาย 50 มิลลิกรัมต่อลิตร Au(I) ที่ละลายในสารละลายอิเล็กโทรไลต์
2. ปิเปตสารละลายในข้อ 1 ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงบนขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนบนฐานกระดาษ ที่ประกอบด้วยสามขั้วที่ประกอบด้วยสามขั้วไฟฟ้า ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าใช้งานและขั้วไฟฟ้าช่วย คือ แกรฟีน ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงคือ ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ที่ถูกวางไว้บนอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้า
3. สแกนศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ +1.2 โวลต์ ถึง 0.0 โวลต์ amplitude เท่ากับ 50 มิลลิโวลต์ frequency เท่ากับ 15 เฮิร์ตซ์ และ step potential เท่ากับ 7 มิลลิโวลต์
4. วัดกระแสที่เกิดไฟฟ้าที่เกิดขึ้นโดยใช้โปรแกรม nova software

2. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) ทำการทดลองในลักษณะเดียวกันกับ Au(I)

ตั้งแต่ข้อ 1 ถึง 4

3. ศึกษาพฤติกรรมการเกิดปฏิกิริยาของไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เมื่อใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

2.4 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au (III)

1. เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี และสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

1. นำผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ Au(I) และ Au(III) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีมาพิจารณาเปรียบเทียบ

2. การเลือกใช้เทคนิคที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)

1. เลือกใช้เทคนิคที่ให้ผลการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่มีประสิทธิภาพโดยพิจารณาจากสัญญาณของพีคที่วัดได้ และผลที่ได้ต้องแสดงถึงความรวดเร็ว แม่นยำ และง่ายต่อการวิเคราะห์ไอออนทองคำ

2.5 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพฐานรองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนระหว่างแผ่นใส และกระดาษ เมื่อใช้ในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีน (screen-printed electrode) มีลักษณะคล้ายกับขั้วไฟฟ้าที่ใช้กันทั่วไปคือ ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าสามขั้ว คือ ขั้วไฟฟ้าใช้งาน ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และขั้วไฟฟ้าช่วย โดยขั้วไฟฟ้าทั้งสามชนิดจะถูกสกรีนลงบนวัสดุรองรับ เช่น กระดาษ พอลิเมอร์ แผ่นใส กระຈก และอะคริลิก เป็นต้น ในงานนี้ได้ศึกษาเปรียบเทียบถึงประสิทธิภาพของวัสดุรองรับขั้วไฟฟ้าที่ส่งผลต่อการวิเคราะห์ไอออนทองคำ โดยเลือกศึกษา 2 ชนิดคือ กระดาษ และแผ่นใส เนื่องจากวัสดุทั้งสองชนิดมีราคาถูก ง่ายต่อการสกรีน และหาซื้อได้ง่ายในท้องตลาด

1. ขั้นตอนการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) เมื่อใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานกระดาษ

1. เตรียมสารละลาย 50 มิลลิกรัมต่อลิตร Au(I) และ Au(III) ที่ละลายในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ตามลำดับ

2. ปิเปตสารละลายในข้อ 1 ที่ประกอบด้วย 50 มิลลิกรัมต่อลิตร Au(I) และ Au(III) ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงบนขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานกระดาษที่ถูกวางไว้บนอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้า ตามลำดับ แล้ววัดสัญญาณที่เกิดขึ้น

2. ขั้นตอนการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au (III) เมื่อใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานแผ่นใส

1. เตรียมสารละลาย 50 มิลลิกรัมต่อลิตร Au(I) และ Au(III) ที่ละลายในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ตามลำดับ

2. ปิเปตสารละลายในข้อ 1 ที่ประกอบด้วย 50 มิลลิกรัมต่อลิตร Au(I) และ Au(III) ตามลำดับ ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงบนขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานแผ่นใสที่ถูกวางไว้บนอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้า ตามลำดับ แล้ววัดสัญญาณที่เกิดขึ้น

3. เปรียบเทียบสัญญาณที่วัดได้ระหว่างการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานกระดาษ และแผ่นใส

2.6 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

การหาสภาวะที่เหมาะสมของการวิเคราะห์ทำได้โดยการควบคุมความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ไว้ที่ 50 มิลลิกรัมต่อลิตรตามลำดับ จากนั้นหาสภาวะที่เหมาะสม ได้แก่

1. frequency ช่วง 5 ถึง 25 เฮิร์ตซ์
2. amplitude ช่วง 10 ถึง 100 มิลลิโวลต์
3. step potential ช่วง 1 ถึง 10 มิลลิโวลต์

2.7 การตรวจสอบประสิทธิภาพการใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

Analytical performances เป็นกระบวนการยืนยันความถูกต้อง ความเหมาะสมของวิธีการวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้น ซึ่งประกอบด้วย

1. ทดสอบหาช่วงความเข้มข้นเชิงเส้น

ทดสอบโดยการเตรียมสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำ ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยการนำสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำทั้ง Au(I) และ Au(III) แต่ละความเข้มข้นมาวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำตามวิธีที่พัฒนาขึ้นมา ตามลำดับ โดยใช้ค่ากระแสความสูงของพีค (peak height) เทียบกับความเข้มข้นหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร ทำซ้ำ 3 ครั้งในแต่ละระดับความ

เข้มข้น นำค่าเฉลี่ยที่ได้มาสร้างกราฟเส้นตรงโดยใช้กระแสที่วัดได้มาสร้างเป็นแกน y และปริมาณความเข้มข้นของไอออนทองคำหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร มาสร้างเป็นแกน x และคำนวณหาค่า r^2 (สัมประสิทธิ์การถดถอย; correlation coefficient)

2. ทดสอบหาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด และค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการหาปริมาณ

ทดสอบโดยการนำสารละลาย 0 มิลลิกรัมต่อลิตร(Blank) ไอออนทองคำ (Au(I), Au(III)) นำไปวิเคราะห์ตามวิธีที่พัฒนาขึ้น โดยทำซ้ำ 10 ครั้ง ทำการวัดกระแสที่เกิดขึ้น แล้วคำนวณค่าเฉลี่ยหลังจากนั้นจึงนำมาคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD)

$$LOD = 3SD$$

$$LOQ = 10SD$$

เมื่อทำการคำนวณหาความเข้มข้น LOD และ LOQ แล้ว นำค่าความเข้มข้นที่ได้มาวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำทั้ง Au(I) และ Au(III) ตามลำดับ ด้วยวิธีการที่พัฒนาขึ้น ทำการวัดกระแสที่เกิดขึ้นโดยที่กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นของ LOD จะเป็นสามเท่าของสัญญาณรบกวน (Noise) และกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นของ LOQ จะเป็นสิบเท่าของสัญญาณรบกวน

$$LOD = 3 \text{ (Signal to Noise)}$$

$$LOQ = 10 \text{ (Signal to Noise)}$$

3. ความจำเพาะ

ทดสอบโดยการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ ได้โดยเติมสารรบกวน (interference) อื่น ๆ ลงในสารละลายไอออนทองคำ แล้วตรวจสอบดูว่าสารรบกวนเหล่านี้ Ag^+ , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} และ Fe^{3+} มีผลกระทบต่อความสูงของพีคที่ได้จากการวิเคราะห์ไอออนทองคำหรือไม่ โดยค่าเบี่ยงเบนกระแสที่วัดได้ต้องอยู่ในช่วง ± 5 เปอร์เซ็นต์เท่านั้นถึงเป็นค่าที่ยอมรับได้ โดยจะควบคุมความเข้มข้นของทองคำไว้ที่ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร

4. ความแม่นยำของวิธี และความเที่ยงของวิธี

ทดสอบโดยการเติม (spiked) สารละลายมาตรฐานไอออนทองคำลงไปในตัวอย่งที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน (อย่างน้อย 3 ระดับคือ สูง กลาง และต่ำ) และนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้น คือ

การวิเคราะห์จะแบ่งตัวอย่างออกเป็น 2 ชุด

-ชุดที่ 1 ไม่เติมสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำ เป็นตัวอย่างปกติ

-ชุดที่ 2 เติมสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำเข้มข้นต่าง ๆ

คำนวณหาค่า % Recovery และ %RSD

$$\% \text{Recovery} = \frac{(\text{ปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่าง} + \text{ปริมาณไอออนทองคำที่เติม}) - \text{ปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่าง}}{\text{ปริมาณไอออนทองคำที่เติม}} \times 100$$

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

2.8 การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ในตัวอย่างจริง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่งน้ำเสียจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ และตัวอย่างน้ำจากสิ่งแวดล้อม

1. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) หรือ Au(III) ในตัวอย่างน้ำเสียจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ

1. ปิเปิดตัวอย่างน้ำเสียจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับมา 200 μL เจือจางในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (5 เท่า) โดยให้ปริมาตรรวมสุดท้ายคือ 1 mL

2. นำตัวอย่างจากข้อที่ 1 มา 100 μL หยดลงบนบริเวณตรวจวัดของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรไฟต์ฐานกระดาษที่ถูกวางไว้บนอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้า แล้ววิเคราะห์โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีที่พัฒนาขึ้นมา และศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์

2. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) หรือ Au(III) ในตัวอย่างน้ำจากสิ่งแวดล้อม

1. ปิเปิดตัวอย่างน้ำจากสิ่งแวดล้อมมา 200 ไมโครลิตร (μL) เจือจางในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ (5 เท่า)โดยให้ปริมาตรรวมสุดท้ายคือ 1 มิลลิลิตร

2. นำตัวอย่างจากข้อที่ 1 มา 100 μL หยดลงบนบริเวณตรวจวัดของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรไฟต์ฐานกระดาษที่ถูกวางไว้บนอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้า แล้ววิเคราะห์โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีที่พัฒนาขึ้นมา และศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์

3. ศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์

1. ร้อยละการคืนกลับ ทดสอบโดยการเติม (spike) สารละลายมาตรฐานไอออนทองคำลงในตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน (อย่างน้อย 3 ระดับคือ สูง กลาง และต่ำ) และนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้น คือ

การวิเคราะห์จะแบ่งตัวอย่างออกเป็น 2 ชุด

-ชุดที่ 1 ไม่เติมสารละลายมาตรฐานทองคำ เป็นตัวอย่างปกติ

-ชุดที่ 2 เติมสารละลายมาตรฐานทองคำเข้มข้นต่าง ๆ

คำนวณหาค่า % Recovery และ %RSD

$$\% \text{Recovery} = \frac{(\text{ปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่าง} + \text{ปริมาณไอออนทองคำที่เติม}) - \text{ปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่าง}}{\text{ปริมาณไอออนทองคำที่เติม}} \times 100$$

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

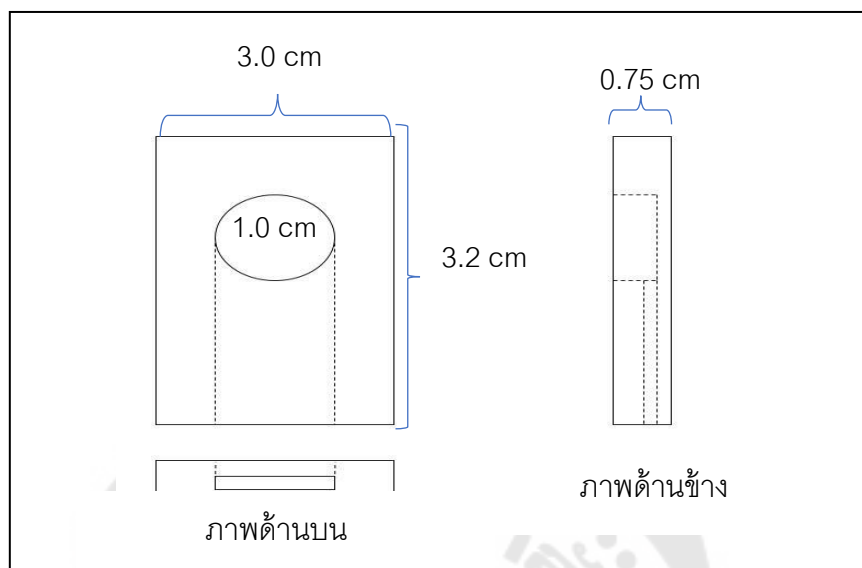
2.9 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน

เปรียบเทียบผลที่ได้จากการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน โดยใช้เทคนิค ICP-OES

3. ออกแบบอุปกรณ์รองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน

การออกแบบอุปกรณ์รองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนเพื่อป้องกันสัญญาณรบกวนจากภายนอกทำขณะทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำภายนอกห้องปฏิบัติการ รวมทั้งเพื่ออำนวยความสะดวกในการใช้งาน

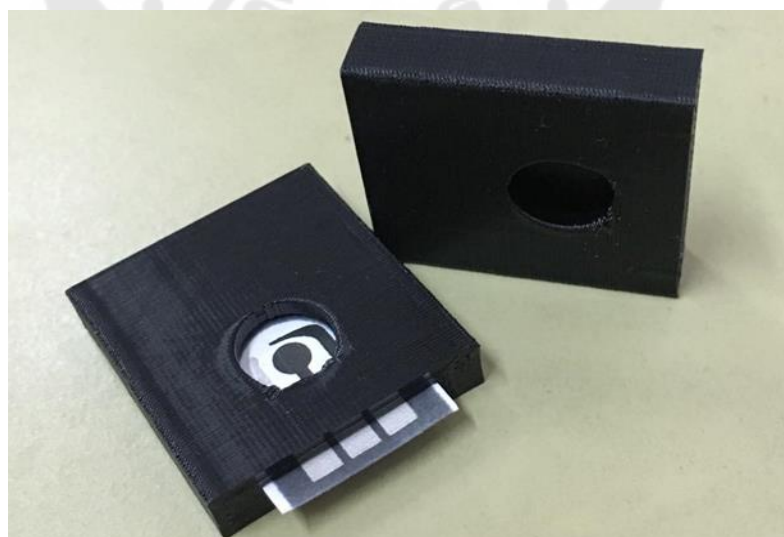
3.1 ออกแบบอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนโดยใช้โปรแกรม power point



ภาพประกอบ 15 แบบอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน

3.2 ออกแบบสามมิติ และทำการพิมพ์อุปกรณ์สามมิติ

นำแบบอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน ที่ออกแบบแล้วเสร็จ ไปส่งร้าน ฟาสต์ ทรีดีอินโนเวชัน เพื่อให้ออกแบบสามมิติ และทำการพิมพ์อุปกรณ์ดังกล่าวแบบสามมิติ



ภาพประกอบ 16 ภาพถ่ายอุปกรณ์รองรับขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน

บทที่ 4

ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี รายละเอียดของผลการทดลองประกอบด้วย

1. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี
2. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

1. การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

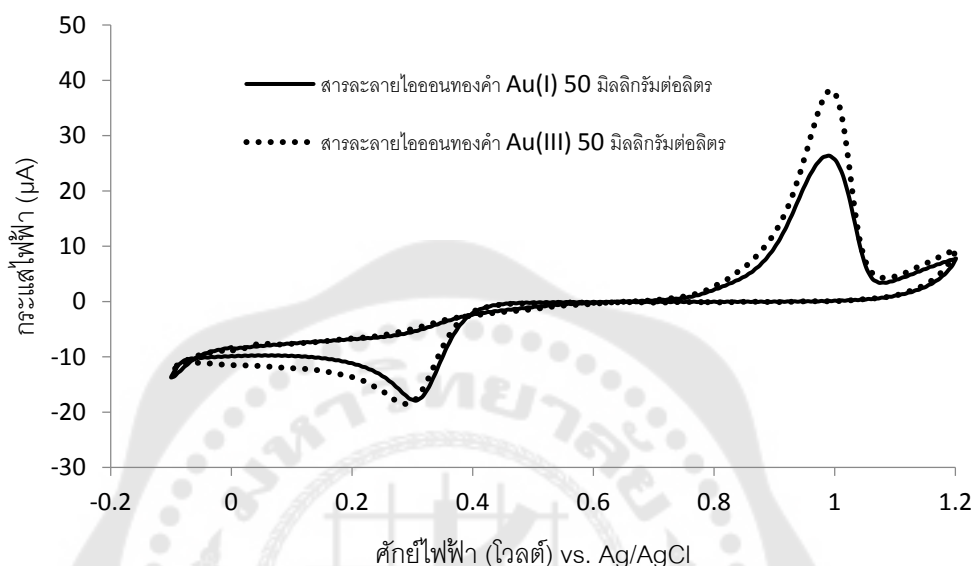
จากที่กล่าวในบทที่ 2 พบว่าการวิเคราะห์ไอออนทองคำด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้าที่มีในปัจจุบันนั้นสัญญาณในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำยังมีความจำเพาะเจาะจงและความไวในการตรวจวิเคราะห์ต่ำ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะพัฒนาวิธีการหาปริมาณไอออนทองคำ Au(I) หรือ Au(III) ที่มีความจำเพาะเจาะจงและความไวที่สูงขึ้น โดยการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน เพื่อเพิ่มสัญญาณ และความจำเพาะในการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

1.1 ศึกษาประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) หรือ Au(III) เริ่มต้นจากการศึกษาประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ในภาวะดังรูปภาพ 17

ผลการศึกษาประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี พบว่าไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิด สามารถเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าได้เมื่อใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน โดยเกิดปฏิกิริยาได้ทั้งออกซิเดชันและรีดักชัน ลักษณะของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเกิดแบบปฏิกิริยาเกือบผันกลับได้ (quasi-reversible reaction) ดังภาพประกอบ 17 โดยความต่างศักย์ที่ตำแหน่งที่สูงที่สุดเป็น ค่าความต่างศักย์ของปฏิกิริยาออกซิเดชัน มีค่าศักย์ไฟฟ้าประมาณ $+0.99 \pm 0.02$ โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ และความต่างศักย์ตรงตำแหน่งที่กราฟต่ำสุดเป็น ค่า

ความต่างศักย์ของปฏิกิริยารีดักชัน มีค่าศักย์ไฟฟ้าประมาณ $+0.38 \pm 0.02$ โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ดังนั้นขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่พัฒนาขึ้นมานั้นสามารถประยุกต์ใช้สำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้าได้



ภาพประกอบ 17 แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ในสารละลาย 0.1 โมลาร์ HCl + 0.05 โมลาร์ HNO₃ ภาวะทั้งหมดที่ใช้คือ scan rate เท่ากับ 100 มิลลิโวลต์

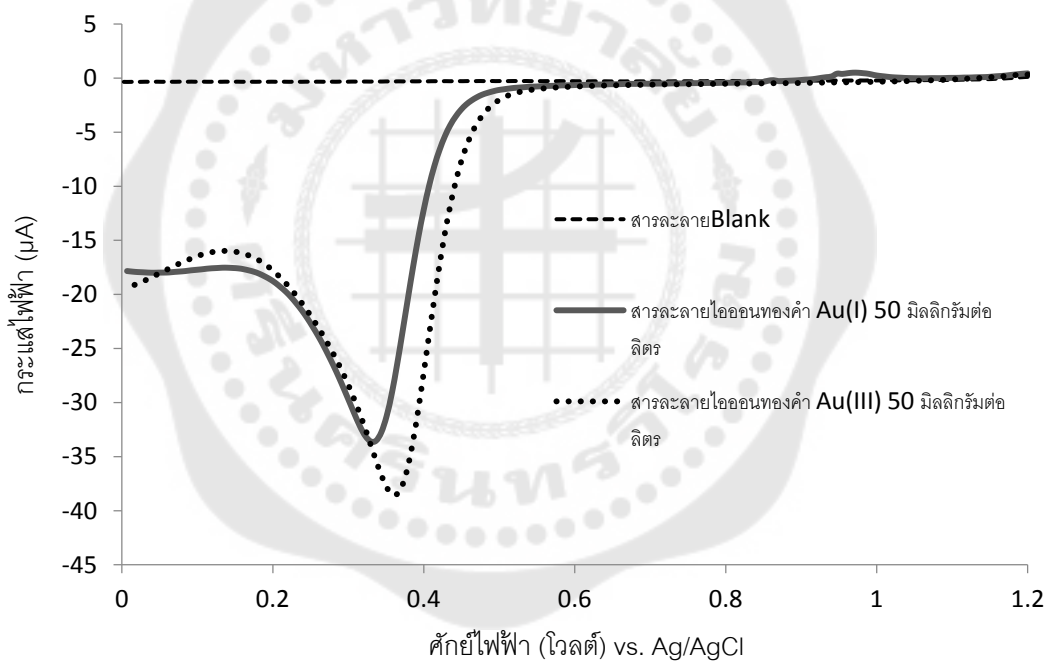
1.2 ศึกษาประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ (Au(I) และ Au(III)) โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ในภาวะดังภาพประกอบ 18 โดยเลือกศึกษาปฏิกิริยาทางรีดักชัน เนื่องจากธรรมชาติของไอออนทองคำมักพบอยู่ในรูปของไอออน Au⁺ และ Au³⁺ ซึ่งจะมีพฤติกรรมการเกิดปฏิกิริยารีดักชันที่ดีกว่าการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ดังสมการ 1 และ 2 (ค่า E⁰ ที่เป็นบวกมากแสดงถึงความสามารถในการรับอิเล็กตรอนได้ดี นั่นแสดงว่าไอออนดังกล่าวสามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันได้ดี) แต่อย่างไรก็ตามหากต้องการวิเคราะห์ไอออนทองคำโดยวัดสัญญาณการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันก็สามารถทำได้ โดยการใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าคือ แอนอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี การวิเคราะห์โดยใช้วิธีดังกล่าวจะนำมาซึ่งระยะเวลาที่เพิ่มมากขึ้น อีกทั้งยังมีขั้นตอนที่ซับซ้อนมากกว่าเมื่อเทียบกับการวิเคราะห์โดยการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึง

เลือกศึกษาพฤติกรรมการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของไอออนทองคำด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี



ผลการศึกษาการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีพบว่าไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิด สามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันและให้กระแสไฟฟ้า เมื่อใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี จะเห็นได้จากสัญญาณในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) มีค่าศักย์ไฟฟ้าประมาณ 0.38 ± 0.02 โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ แสดงดังในภาพประกอบ 18

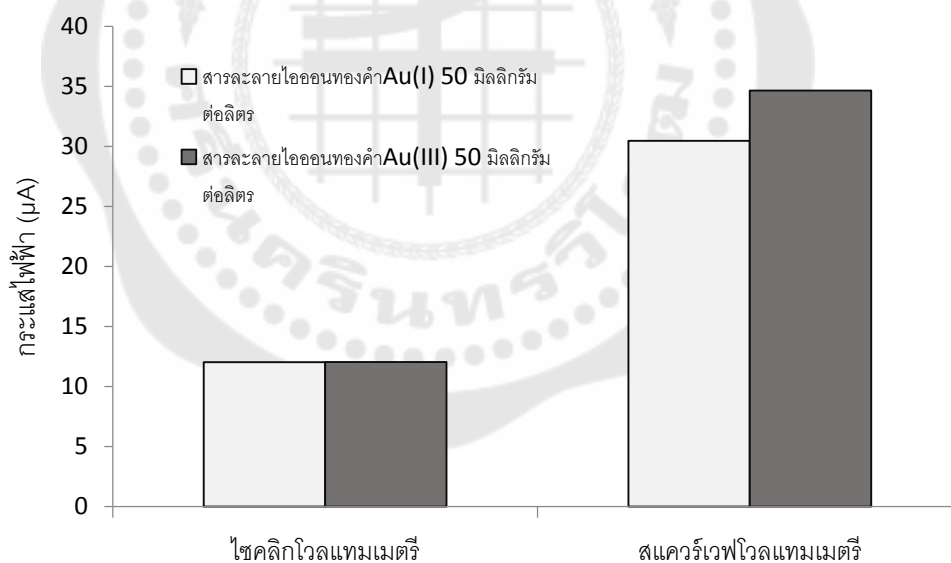


ภาพประกอบ 18 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ในสารละลาย 0.1 โมลาร์ HCl + 0.05 โมลาร์ HNO_3 ภาวะทั้งหมดที่ใช้คือ frequency เท่ากับ 15 เฮิร์ตซ์ amplitude เท่ากับ 50 มิลลิโวลต์ และ step heigh เท่ากับ 5 มิลลิโวลต์

1.3 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)

การศึกษาเปรียบเทียบประสิทธิภาพวิเคราะห์ไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิด ด้วยขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรไฟน์ เมื่อใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี และเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี เพื่อให้เหมาะสมสำหรับงานวิจัยนี้ โดยทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ในภาวะดังในภาพประกอบ 17 และ 18 ตามลำดับ

ผลของการศึกษาเปรียบเทียบสัญญาณการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ระหว่างการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีและ เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี พบว่าไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิด ให้สัญญาณในการวิเคราะห์ ดังภาพประกอบ 19 แต่พบว่าเมื่อวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิดจะให้กระแสไฟฟ้าในการวิเคราะห์สูงกว่าเมื่อใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีสำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)

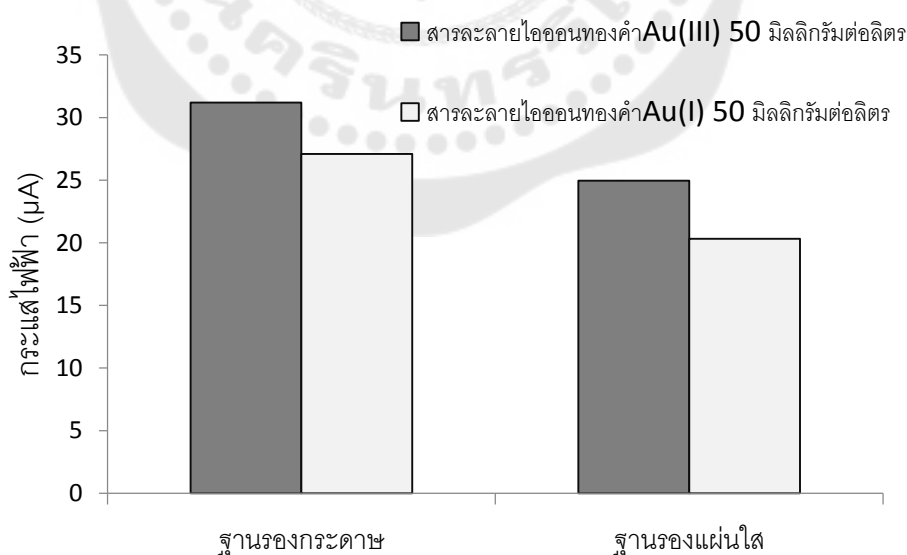


ภาพประกอบ 19 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าต่างชนิดกัน

1.4 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพฐานรองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนระหว่าง อุปกรณ์ฐานแผ่นใส และอุปกรณ์ฐานกระดาษ เมื่อใช้ในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

การวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้
อุปกรณ์ฐานรองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนต่างชนิดกันคือ อุปกรณ์ฐานกระดาษ และอุปกรณ์
ฐานแผ่นใส เพื่อให้เหมาะสมสำหรับงานวิจัยนี้ โดยทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ
Au(III) ที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

ผลของการเปรียบเทียบสัญญาณการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)
ระหว่างอุปกรณ์ฐานรองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนต่างชนิดกัน พบว่าเมื่อใช้อุปกรณ์
ฐานรองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานกระดาษไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิดให้สัญญาณในการ
วิเคราะห์สูงกว่าการข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานแผ่นใส ดังภาพประกอบ 20 ทั้งนี้เนื่องจากกว่า
อุปกรณ์ฐานกระดาษมีคุณสมบัติเป็นรูพรุน เมื่อทำการพิมพ์สกรีนหมึกแกรฟีนลงบนฐานกระดาษ
จะทำให้หมึกแกรฟีนซึมลงสู่บริเวณรูพรุนของกระดาษ ซึ่งลักษณะดังกล่าวเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิว
บริเวณข้อไฟฟ้าใช้งาน ดังนั้นจึงส่งผลต่อสัญญาณการวิเคราะห์ไอออนทองคำ กล่าวคือพื้นที่ผิว
ของข้อไฟฟ้าใช้งานเพิ่มขึ้นสัญญาณการวิเคราะห์ก็มากขึ้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ข้อไฟฟ้า
พิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานกระดาษ สำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)



ภาพประกอบ 20 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I)
และ Au(III) โดยใช้ฐานรองรับข้อไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนต่างชนิด

2. การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน ฐานกระดาษโดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

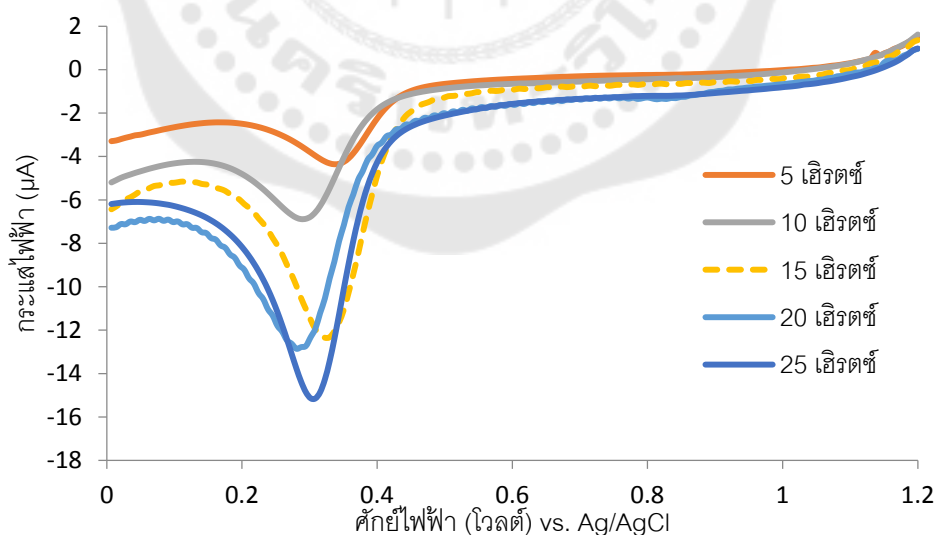
2.1 การหาภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)

การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานกระดาษ โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี มีปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อการวิเคราะห์ เช่น frequency, amplitude และ step potential ดังนั้นจึงจำเป็นต้องทำการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ไอออนทองคำดังนี้

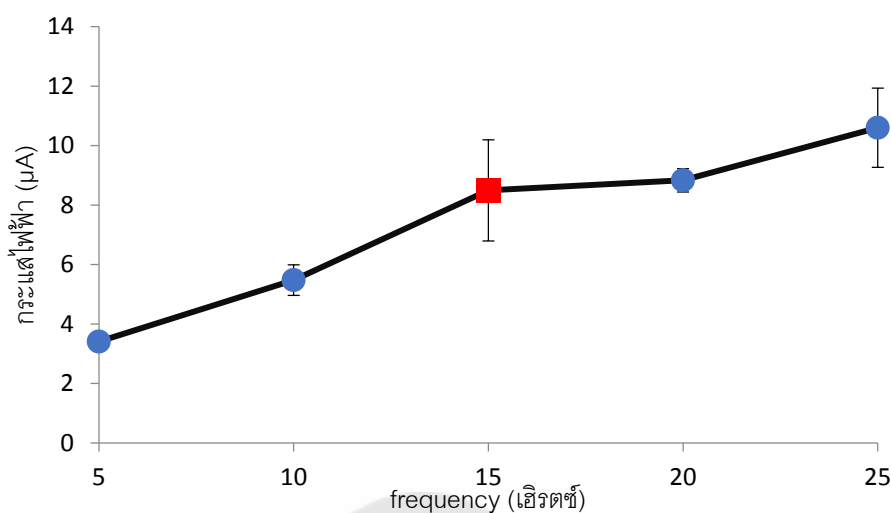
1. ความถี่ (frequency)

การศึกษาค่าผลของ frequency ต่อการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ช่วง frequency ที่ใช้ในการศึกษาคือ 5 ถึง 25 เฮิร์ตซ์ โดยทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

ผลของการศึกษา frequency ของการตรวจวัดไอออนทองคำ Au(I) พบว่าเมื่อเพิ่ม frequency มากขึ้น ทำให้สัญญาณในการวิเคราะห์สูงขึ้น ดังแสดงในภาพประกอบ 21 เมื่อทำการเปรียบเทียบที่ frequency ต่าง ๆ ดังแสดงในภาพประกอบ 22 จะเห็นได้ว่าสัญญาณที่เหมาะสมที่เพียงพอกับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) คือ 15 เฮิร์ตซ์ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ frequency ที่ 15 เฮิร์ตซ์ สำหรับการหาปริมาณ Au(I)

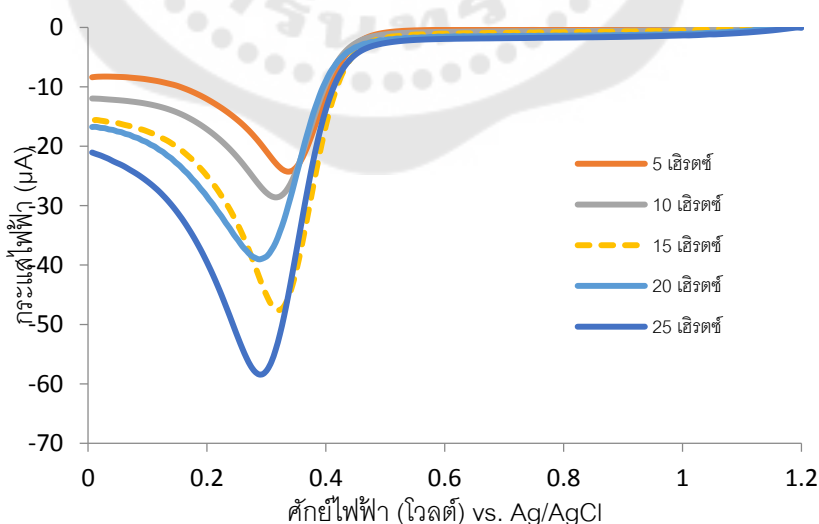


ภาพประกอบ 21 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ frequency ต่าง ๆ

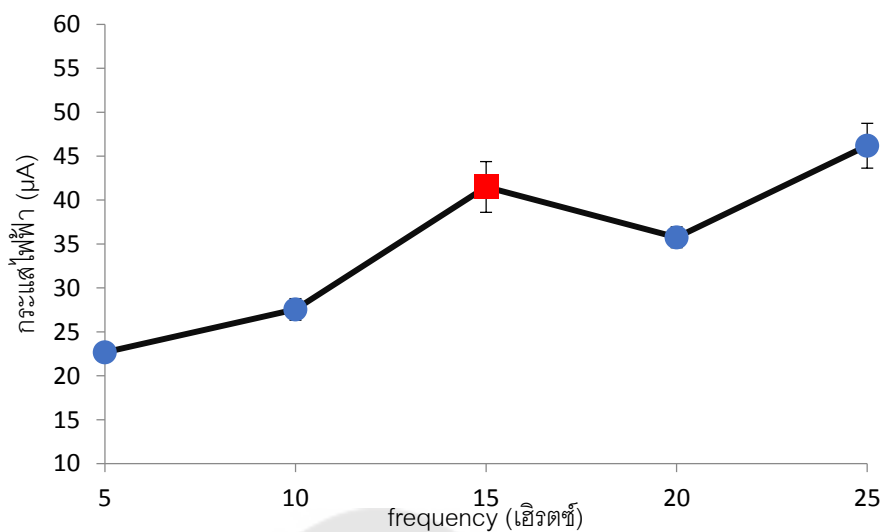


ภาพประกอบ 22 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ frequency ต่าง ๆ

ในทำนองเดียวกันผลของการศึกษา frequency ของการตรวจวิเคราะห์ Au(III) พบว่าเมื่อเพิ่ม frequency มากขึ้น ทำให้สัญญาณในการวิเคราะห์สูงขึ้น ดังแสดงในภาพประกอบ 23 เมื่อทำการเปรียบเทียบที่ frequency ต่าง ๆ ของไอออนทองคำ Au(III) ดังแสดงในภาพประกอบ 24 จะเห็นได้ว่าสัญญาณที่เหมาะสมที่เพียงพอกับการวิเคราะห์คือ 15 เฮิรตซ์ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ frequency ที่ 15 เฮิรตซ์สำหรับการหาปริมาณ Au(III)



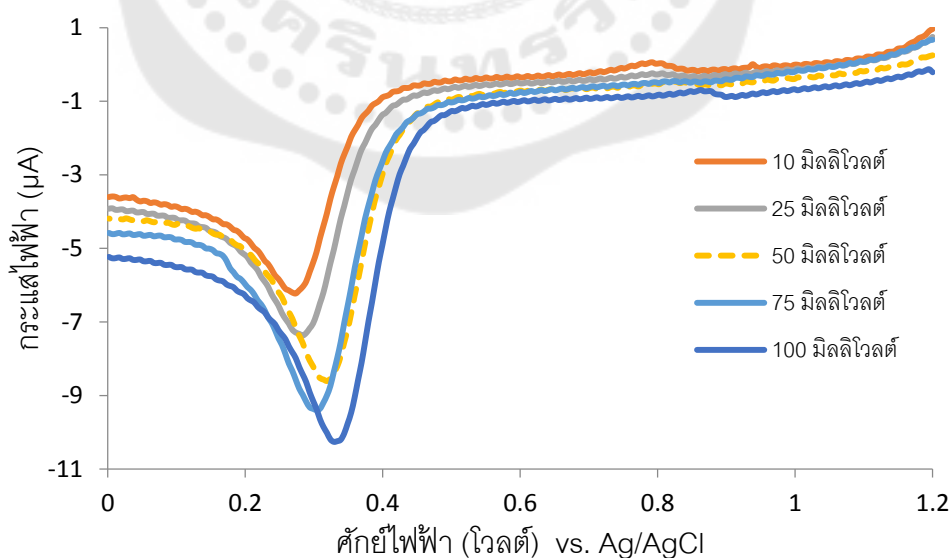
ภาพประกอบ 23 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ frequency ต่าง ๆ



ภาพประกอบ 24 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ frequency ต่าง ๆ

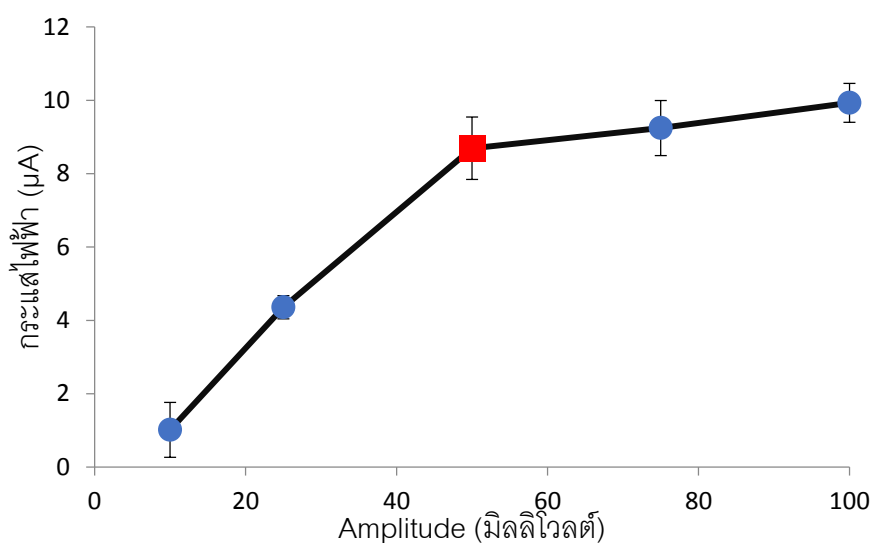
2. แอมพลิจูด (amplitude)

การศึกษาค่าของ amplitude ต่อการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ช่วง amplitude ที่ใช้ในการศึกษาคือ 10 ถึง 100 มิลลิโวลต์ โดยทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิดที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ



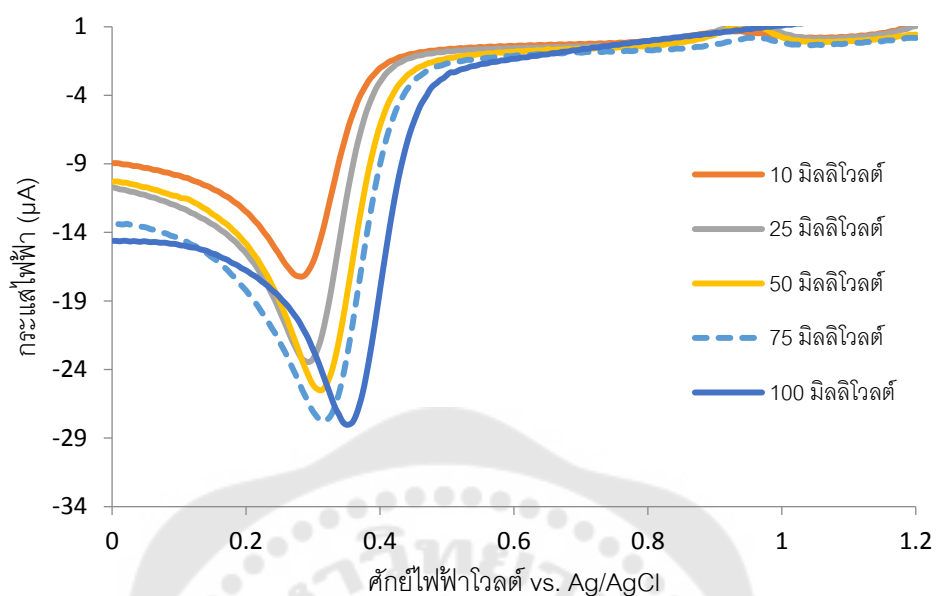
ภาพประกอบ 25 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ amplitude ต่าง ๆ

ผลของการศึกษา amplitude พบว่าเมื่อเพิ่ม amplitude มากขึ้นทำให้สัญญาณในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) สูงขึ้น ดังแสดงในภาพประกอบ 25 เมื่อทำการเปรียบเทียบที่ amplitude ต่าง ๆ ดังแสดงในภาพประกอบ 26 จะเห็นได้ว่าสัญญาณที่เหมาะสมที่เพียงพอกับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) คือ 50 มิลลิโวลต์ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ amplitude ที่ 50 และ Au(I)

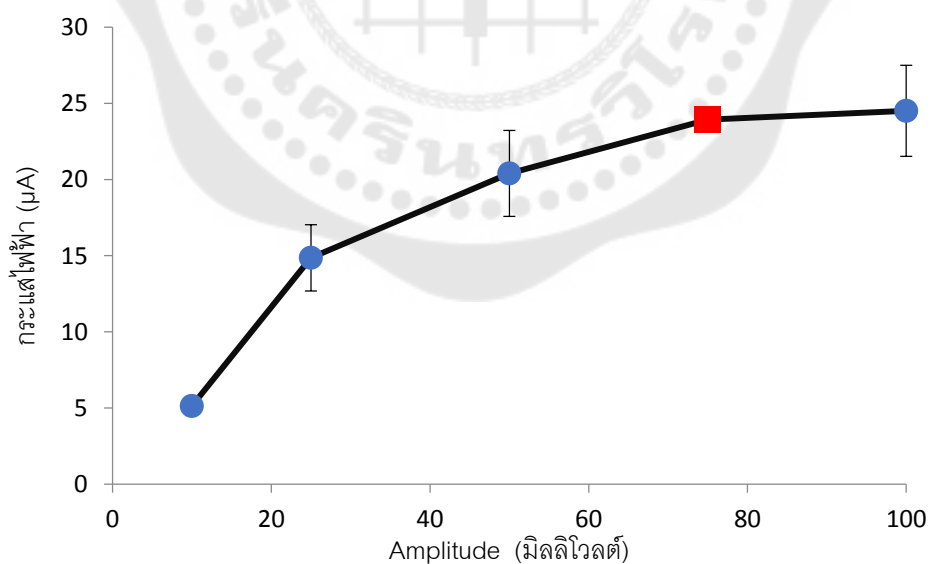


ภาพประกอบ 26 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ amplitude ต่าง ๆ

ในทำนองเดียวกันการเพิ่ม amplitude มากขึ้นทำให้สัญญาณในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) เพิ่มมากขึ้น ดังแสดงในภาพประกอบ 27 เมื่อทำการเปรียบเทียบที่ amplitude ต่าง ๆ ดังแสดงในภาพประกอบ 28 จะเห็นได้ว่าสัญญาณที่เหมาะสมที่เพียงพอกับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) คือ 75 มิลลิโวลต์ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ amplitude ที่ 75 มิลลิโวลต์



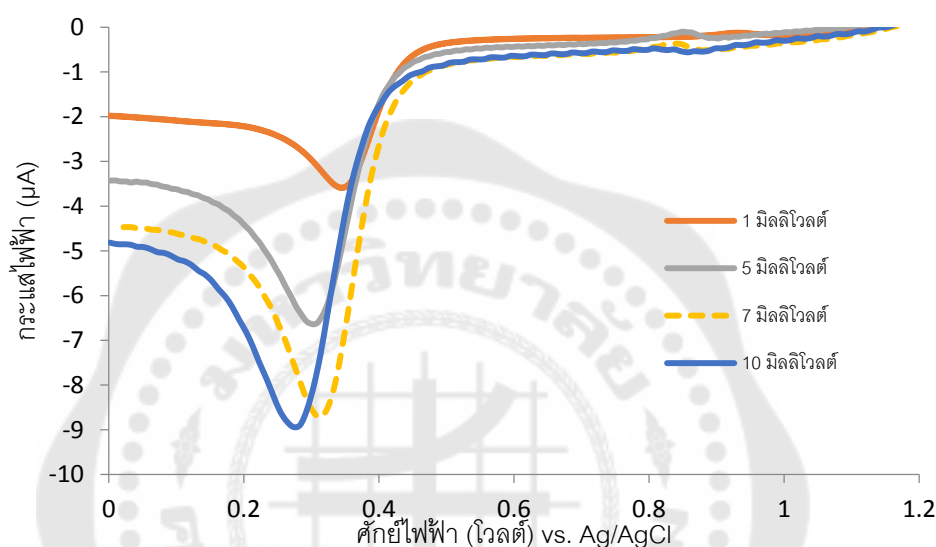
ภาพประกอบ 27 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ amplitude ต่าง ๆ



ภาพประกอบ 28 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ amplitude ต่าง ๆ

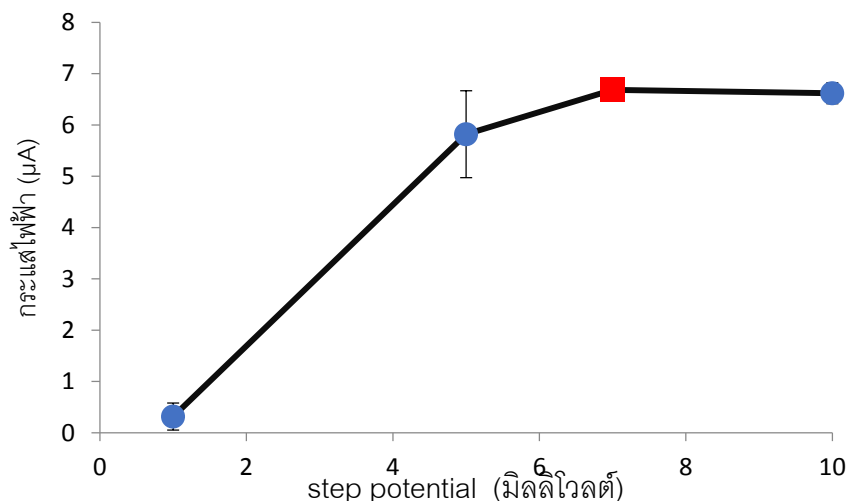
3. ขั้นตอนการให้ศักย์ไฟฟ้า (step potential)

การศึกษาค่าผลของ step potential ต่อการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ช่วง step potential ที่ใช้ในการศึกษาคือ 1 ถึง 10 มิลลิโวลต์ โดยทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิดที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร



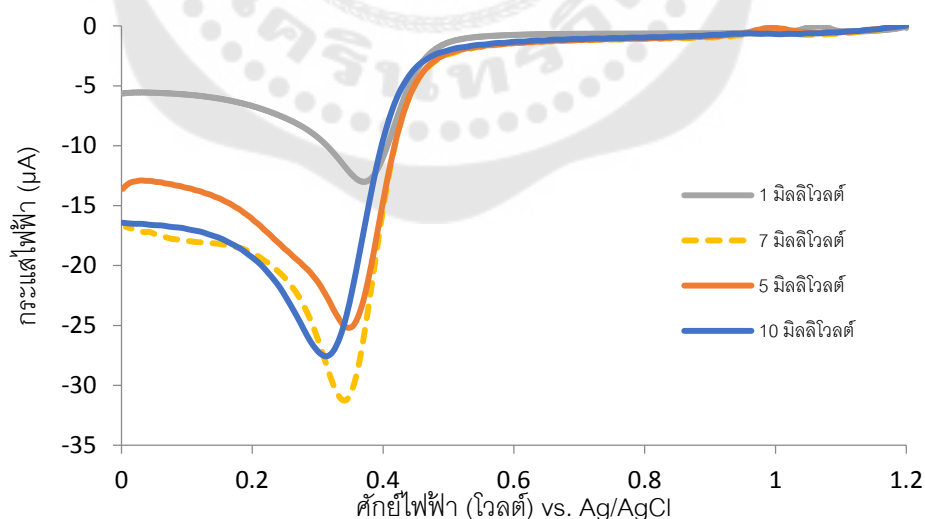
ภาพประกอบ 29 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ step potential ต่าง ๆ

จากการศึกษาทั้ง amplitude และ frequency พบว่าเมื่อเพิ่มค่ามากขึ้น ทำให้สัญญาณในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) เพิ่มขึ้นด้วย ในทำนองเดียวกันกับ step potential เมื่อเพิ่ม step potential ในการวิเคราะห์มากขึ้นสัญญาณในการวิเคราะห์ก็เพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน ดังแสดงในภาพประกอบ 29 เมื่อทำการเปรียบเทียบที่ step potential ต่าง ๆ ดังแสดงในภาพประกอบ 30 จะเห็นได้ว่าสัญญาณที่เหมาะสมที่เพียงพอกับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) คือ 7 มิลลิโวลต์ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ step potential ที่ 7 มิลลิโวลต์

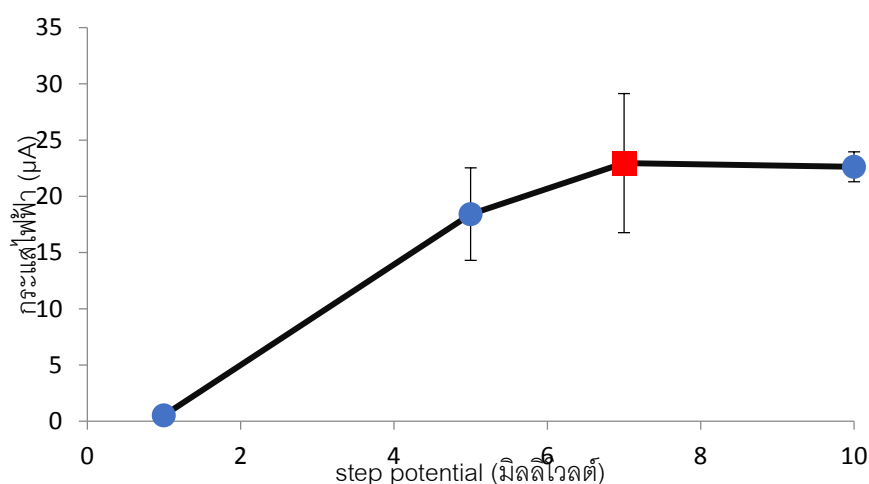


ภาพประกอบ 30 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) โดยใช้ step potential ต่าง ๆ

ในทำนองเดียวกันเมื่อเพิ่ม step potential ในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) มากขึ้นสัญญาณในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) ก็เพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน ดังแสดงในภาพประกอบ 31 เมื่อทำการเปรียบเทียบที่ step potential ต่าง ๆ ดังแสดงในภาพประกอบ 32 จะเห็นว่าสัญญาณที่เหมาะสมที่เพียงพอกับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) คือ 7 มิลลิโวลต์ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ step potential ที่ 7 มิลลิโวลต์



ภาพประกอบ 31 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ step potential ต่าง ๆ



ภาพประกอบ 32 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) โดยใช้ step potential ต่าง ๆ

ดังนั้นสามารถสรุปภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ไอออนทองคำทั้งสองชนิด โดยใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานกระดาษด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีได้ดังแสดงในตาราง 5

ตาราง 5 แสดงภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)

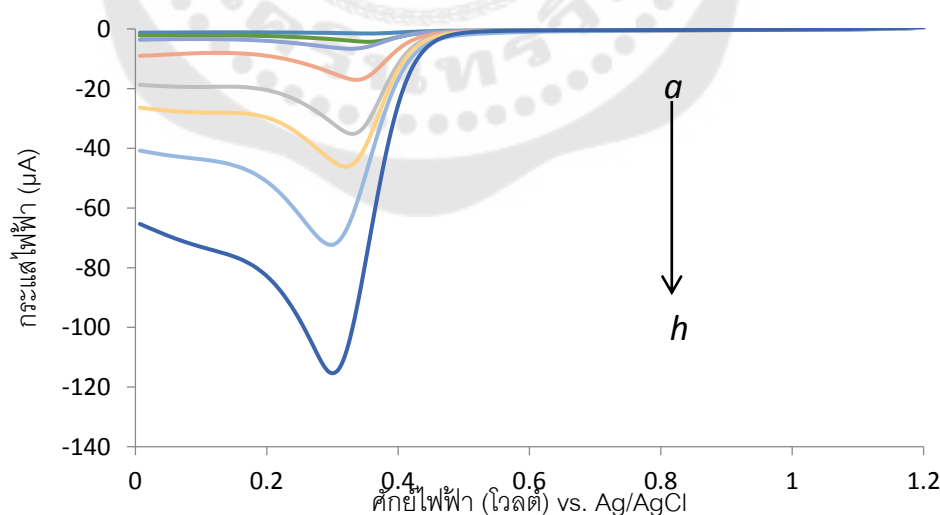
สารละลายไอออนทองคำมาตรฐาน	ภาวะต่าง ๆ	ช่วงที่ใช้ในการศึกษา	เลือกใช้ในการวิเคราะห์
Au (I)	frequency	5 – 25 เฮิร์ตซ์	15 เฮิร์ตซ์
	amplitude	10 – 100 มิลลิโวลต์	50 มิลลิโวลต์
	step potential	1 – 10 มิลลิโวลต์	7 มิลลิโวลต์
Au (III)	frequency	5 – 25 เฮิร์ตซ์	15 เฮิร์ตซ์
	amplitude	10 – 100 มิลลิโวลต์	75 มิลลิโวลต์
	step potential	1 – 10 มิลลิโวลต์	7 มิลลิโวลต์

2.2 การตรวจสอบการใช้ได้ของวิธี (method validation) สำหรับการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)

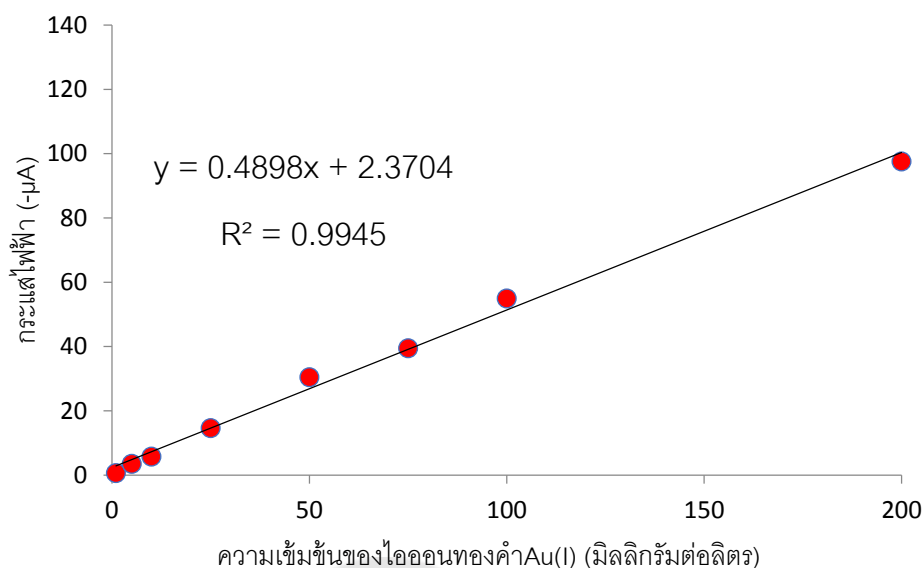
1. ผลการทดสอบหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น

เมื่อได้ภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยตัวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนฐานกระดาษ โดยใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี จากนั้นทดสอบหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น โดยการเตรียมสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ตามลำดับ นำสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิดทุกความเข้มข้นมาวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ตามวิธีที่พัฒนาขึ้น ตามลำดับ โดยใช้ค่ากระแสความสูงของพีค เทียบกับความเข้มข้นหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร ทำซ้ำ 3 ครั้งในแต่ละระดับความเข้มข้น นำค่าเฉลี่ยที่ได้มาสร้างกราฟเส้นตรงโดยใช้ค่ากระแสที่วัดได้มาสร้างแกน y และปริมาณของไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) หน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตรมาสร้างเป็นแกน x ตามลำดับ และคำนวณหาค่า r^2

พบว่าช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(I) ที่สามารถตรวจวัดได้ คือ 1 ถึง 200 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยแสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมในภาพประกอบ 33 และภาพประกอบ 34 แสดงกราฟเส้นตรงโดยใช้กระแสที่วัดได้มาสร้างแกน y และปริมาณความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(I) ในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตรมาสร้างเป็นแกน x จากกราฟเส้นตรงนั้นคำนวณหา r^2 ได้เท่ากับ 0.9945

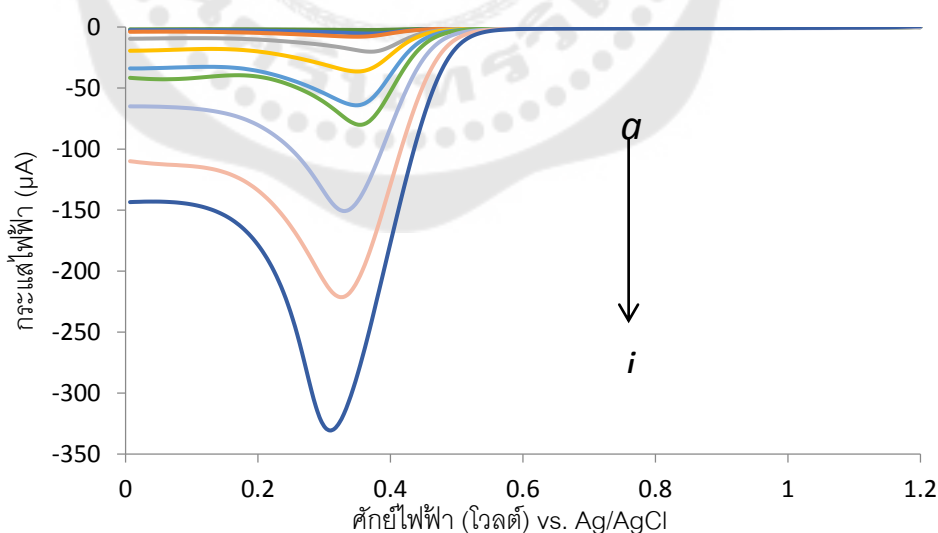


ภาพประกอบ 33 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ; a ถึง h คือ 1.0, 5.0, 10.0, 25.0, 50.0, 75.0, 100.0 และ 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

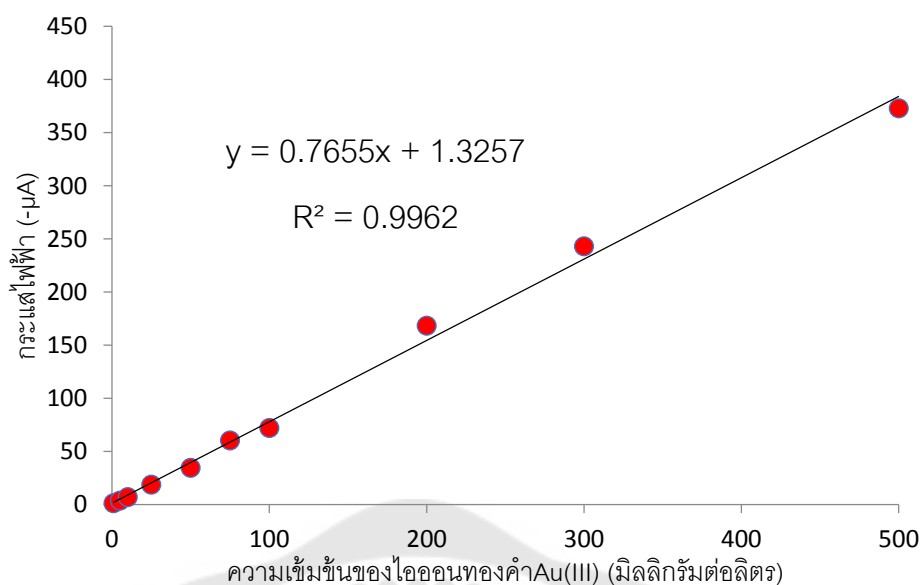


ภาพประกอบ 34 กราฟเส้นตรงแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(I) กับกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้

และเมื่อทำการทดลองด้วยสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำ Au(III) พบช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(III) ที่สามารถตรวจวัดได้ คือ 1 ถึง 500 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยแสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมในภาพประกอบ 35 และภาพประกอบ 36 แสดงกราฟเส้นตรงโดยใช้กระแสที่วัดได้มาสร้างแกน y และปริมาณความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(I) ในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตรมาสร้างเป็นแกน x จากกราฟเส้นตรงนั้นคำนวณหา r^2 ได้เท่ากับ 0.9962



ภาพประกอบ 35 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ; a ถึง j คือ 1.0, 5.0, 10.0, 25.0, 50.0, 75.0, 100.0, 200.0, 300.0 และ 500.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ



ภาพประกอบ 36 กราฟเส้นตรงแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(III) กับกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้

2. ผลการทดสอบหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) และค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการหาปริมาณ (LOQ)

การหาค่า LOD และ LOQ หาได้โดยการคำนวณจาก $3SD_{bl}$ และ $10SD_{bl}$ ตามลำดับ โดยที่ SD_{bl} คือค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของกระแสไฟฟ้าที่ตรวจได้จาก sample blank ที่ไม่เติมสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำ จำนวน 10 ครั้ง ($n=10$) ดังแสดงในตาราง 6 จากนั้นนำค่า SD_{bl} ที่คำนวณได้ไปแทนในสมการเส้นตรงของความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ตามลำดับ

เมื่อทำการคำนวณหาค่า LOD และ LOQ ของ การตรวจวัดไอออนทองคำ Au(I) พบว่ามีค่าเท่ากับ 0.4973 และ 1.6578 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ และไอออนทองคำ Au(III) มีค่าเท่ากับ 0.3182 และ 1.0607 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

ตาราง 6 แสดงกระแสไฟฟ้าที่ตรวจได้จากการวิเคราะห์ sample blank ที่เติมไม่เติมสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำAu(I) และ Au(III) (n=10)

ครั้งที่	กระแสไฟฟ้า(μ A)	ครั้งที่	กระแสไฟฟ้า(μ A)
1	0.33034	6	0.41270
2	0.39704	7	0.47694
3	0.42032	8	0.23625
4	0.29530	9	0.37794
5	0.39230	10	0.50934
ค่าเฉลี่ย ($\bar{X}$)			0.38485
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD)			0.08120

เมื่อทำการเปรียบเทียบผลของ LOD และ LOQ กับงานวิจัยอื่น ๆ ที่ทำการวิเคราะห์ไอออนทองคำโดยใช้วิธีการทางเคมีไฟฟ้า ที่ใช้ขั้วไฟฟ้าต่างชนิดกัน พบว่างานวิจัยอื่นยังมีค่า LOD และ LOQ ที่สูง จากที่กล่าวมาแล้วในบทที่ 2 หัวข้อ 4.1 ยังมีข้อจำกัดเช่น ใช้เวลาในการวิเคราะห์ที่ยาวนาน มีขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้าหลายขั้นตอน อีกทั้งบางงานยังจะต้องทำการดัดแปรผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งานเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ จะสังเกตเห็นว่าในงานวิจัยของ Apilux และคณะ ให้ข้อจำกัดในการตรวจวัดที่ต่ำคือ 1 มิลลิกรัมต่อลิตร อีกทั้งการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนคาร์บอนแม้จะทำได้ง่าย แต่อย่างไรก็ตามยังมีข้อจำกัดในเรื่องของการรบกวนจากไอออนบางชนิดเช่น ไอออนเหล็ก ซึ่งเป็นการเพิ่มระยะเวลาในการตรวจวัด จากข้อจำกัดดังกล่าวทำให้งานวิจัยนี้ได้นำเอาแกรฟีนมาใช้เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจวัด โดยให้ค่า LOD ที่ต่ำกว่า อีกทั้งยังใช้ระยะเวลาสั้นในการวิเคราะห์

3. ผลของการทดสอบความจำเพาะของวิธี

การศึกษาความจำเพาะของวิธี ทำได้โดยกาวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ร่วมกับการเติมสารรบกวนอื่น ๆ ที่คาดว่าจะสามารถพบได้ในตัวอย่างจริง เช่น น้ำจากสิ่งแวดล้อม น้ำทิ้งจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ น้ำทิ้งจากอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เกณฑ์การตรวจสอบว่าสารรบกวนเหล่านั้นมีผลกระทบต่อความสูงของกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ไอออนทองคำโดยค่าเบี่ยงเบนของกระแสที่วัดได้ในช่วง ± 5 เปอร์เซ็นต์เป็นค่าที่ยอมรับได้ พบว่าสารรบกวนต่าง ๆ ไม่มีผลต่อการวิเคราะห์ปริมาณไอออน

ทองคำ ดังแสดงในตาราง 7 จะเห็นได้จากสารรบกวนที่เติมลงไปมีความเข้มข้นสูง ๆ ถึง จะมีผลรบกวนการวิเคราะห์ไอออนทองคำ แต่ไอออนเหล่านั้นมีผลรบกวนเพียง 10 เท่าของความเข้มข้นไอออนทองคำ แต่อย่างไรก็ตามในตัวอย่างจริง เช่น ในอุตสาหกรรมเครื่องประดับ และตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อมไม่พบความเข้มข้นของไอออนเหล็กที่มีความเข้มข้นสูงกว่าความเข้มข้นของไอออนทองคำมากกว่า 10 เท่าอยู่แล้ว ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเป็นวิธีที่มีความจำเพาะสูง สามารถวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ในตัวอย่างจริงจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ และหรือตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อมได้

ตาราง 7 แสดงอัตราส่วนความเข้มข้นของสารรบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III)

สารละลายไอออนทองคำ	สารรบกวน	อัตราส่วนความเข้มข้นของสารรบกวน (มวลสารรบกวน/มวลไอออนทองคำ)
Au(I)	$\text{Ni}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Cu}^{2+}$	500
	Ag^+	250
	Fe^{3+}	100
Au(III)	$\text{Ni}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Cu}^{2+}$	500
	Ag^+	250
	Fe^{3+}	100

4. ผลของความแม่นยำในการวิเคราะห์ซ้ำ

โดยการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ 1.0, 50.0 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยการทำซ้ำแต่ละความเข้มข้น อย่างละ 7 ซ้ำ จากนั้นคำนวณหาค่า %RSD พบผลการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) จำนวน 7 ซ้ำ ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ จะแสดงในตาราง 8 จากผลการทดลองพบว่าความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(I) ที่ 1.0, 50.0 และ 100.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่า %RSD เท่ากับ 4.52, 2.74 และ 3.64 ตามลำดับ และความเข้มข้นของไอออนทองคำ Au(III) ที่ 1.0, 50.0 และ 100.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่า %RSD เท่ากับ 5.10, 1.72 และ 1.06 ตามลำดับ เป็นค่าที่ยอมรับได้ ดังนั้นวิธีนี้เป็นวิธีที่มีความแม่นยำในการวิเคราะห์ซ้ำสูง

ตาราง 8 แสดงค่า %RSD การวิเคราะห์ซ้ำของการหาปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ (n=7)

สารละลายไอออนทองคำ	ความเข้มข้นของไอออนทองคำ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	%RSD
Au(I)	1.0	4.52
	50.0	2.74
	100.0	3.64
Au(III)	1.0	5.10
	50.0	1.72
	100.0	1.06

5. ผลของการหาปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ในตัวอย่างจริง

ตัวอย่างที่เลือกทำการวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้ได้แก่ น้ำเสียจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ และ น้ำจากสิ่งแวดล้อม ทดสอบโดยการเติมสารละลายมาตรฐานไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ ลงไปในตัวอย่าง และนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยทำการศึกษาความเที่ยงและความแม่นยำของวิธี

การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(I) ในตัวอย่างจริง พบว่าเมื่อทำการคำนวณหาค่า %recovery และ %RSD ดังแสดงในตาราง 9 โดยค่า %recovery เฉลี่ยอยู่ในช่วง 91.97 – 110.77% และ %RSD อยู่ในช่วง 0.35 – 4.32% ตามลำดับ

การวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำ Au(III) ในตัวอย่างจริง พบว่าเมื่อทำการคำนวณหาค่า %recovery และ %RSD ดังแสดงในตาราง 10 โดยค่า %recovery เฉลี่ยอยู่ในช่วง 91.93 – 104.00% และ %RSD อยู่ในช่วง 2.48 – 6.01%

จากการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) จะเห็นได้ว่าค่า %recovery และ %RSD ที่ได้เป็นค่าที่ยอมรับได้ ดังนั้นวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำทั้ง 2 ชนิดที่พัฒนาขึ้นมานี้ เป็นวิธีที่สามารถตรวจวัดปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่างจริงได้

ตาราง 9 แสดง %recovery และ %RSD ของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ในตัวอย่างจริง (n=3)

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นของ	ความเข้มข้นของ	%recovery ($\bar{x} \pm SD$)	RSD (%)
	สารละลาย	สารละลาย		
	มาตรฐานไอออนทองคำAu(I) ที่เติม	มาตรฐานไอออนทองคำAu(I) ที่ตรวจ		
	ลงไป (มิลลิกรัมต่อลิตร)	พบ (มิลลิกรัมต่อลิตร)		
น้ำเสียจาก อุตสาหกรรม เครื่องประดับ	0.0	ND	-	-
	10.0	11.08±0.27	110.77±2.71	2.45
	50.0	45.99±0.16	91.97±0.32	0.35
	100.0	100.36±3.52	100.36±3.52	3.51
น้ำจาก สิ่งแวดล้อม	0.0	ND	-	-
	5.0	5.18±0.16	103.56±3.24	3.13
	50.0	48.61±2.10	97.21±4.20	4.32
	100.0	102.52±2.62	102.52±2.62	2.55

ND = ไม่สามารถตรวจวัดได้ (Not Detected)

ตาราง 10 แสดง %recovery และ %RSD ของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(III) ในตัวอย่างจริง (n=3)

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นของ	ความเข้มข้นของ	%recovery ($\bar{x} \pm SD$)	RSD (%)
	สารละลาย	สารละลาย		
	มาตรฐานไอออน	มาตรฐานไอออน		
	ทองคำ Au(III) ที่	ทองคำAu(III) ที่		
	เติม	ตรวจพบ		
	(มิลลิกรัมต่อลิตร)	(มิลลิกรัมต่อลิตร)		
น้ำเสียจาก อุตสาหกรรม เครื่องประดับ	0.0	ND	-	-
	10.0	9.22±0.23	92.16±2.28	2.48
	50.0	51.31±3.83	104.00±5.70	5.48
	100.0	98.40±8.40	98.40±8.40	3.58
น้ำจาก สิ่งแวดล้อม	0.0	ND	-	-
	5.0	4.60±0.28	91.93±5.52	6.01
	50.0	48.81±2.65	97.62±5.31	5.44
	100.0	102.39±5.04	102.39±5.04	4.92

ND = ไม่สามารถตรวจวัดได้ (Not Detected)

6. ผลของการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน

ผลของการทดสอบเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน โดยใช้เทคนิค inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-OES) โดยมีค่า LOD ของการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำของวิธีมาตรฐานเท่ากับ 0.03 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยทำการวิเคราะห์ในตัวอย่างจริงได้แก่ น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมเครื่องประดับ

จะเห็นได้ว่าการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ทั้งวิธีที่พัฒนาขึ้นและวิธีมาตรฐานนั้นไม่สามารถตรวจพบปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่างต่าง ๆ ดังแสดงในตาราง 11 อาจสรุปได้ว่าในตัวอย่างนั้นไม่อาจมีปริมาณไอออนทองคำปนเปื้อนอยู่ในตัวอย่างดังกล่าว

เมื่อทำการทดสอบความแตกต่างแบบจับคู่ (paired t-Test) เป็นการทดสอบความแตกต่างของค่าเฉลี่ยระหว่างตัวอย่าง 2 กลุ่ม เมื่อตัวอย่างที่ใช้ทดสอบมีความสัมพันธ์กันคือกลุ่มแรกเป็นการวิเคราะห์ไอออนทองคำในตัวอย่างจริงด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้น และกลุ่มที่สองเป็นการวิเคราะห์ไอออนทองคำในตัวอย่างจริงด้วยวิธีมาตรฐาน โดยทำการทดสอบความแตกต่างแบบจับคู่ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

- ความเข้มข้นของไอออนทองคำที่ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร เมื่อทำการคำนวณหาค่าพิจารณาค่าความแตกต่างแบบจับคู่พบว่า P-value [$P(T \leq t)$ two-tail] = 0.0701 มีค่ามากกว่า 0.05 หรือพิจารณาจากค่า t stat = 3.5769 ซึ่งน้อยกว่าค่า t critical two-tail = 4.3027

- ความเข้มข้นของไอออนทองคำที่ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร เมื่อทำการคำนวณหาค่าพิจารณาค่าความแตกต่างแบบจับคู่พบว่า P-value [$P(T \leq t)$ two-tail] = 0.0567 มีค่ามากกว่า 0.05 หรือพิจารณาจากค่า t stat = 4.0187 ซึ่งน้อยกว่าค่า t critical two-tail = 4.3027

- ความเข้มข้นของไอออนทองคำที่ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร เมื่อทำการคำนวณหาค่าพิจารณาค่าความแตกต่างแบบจับคู่พบว่า P-value [$P(T \leq t)$ two-tail] = 0.7771 มีค่ามากกว่า 0.05 หรือพิจารณาจากค่า t stat = 0.3234 ซึ่งน้อยกว่าค่า t critical two-tail = 4.3027

ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าค่าเฉลี่ยของผลการวิเคราะห์ทั้งสองวิธีไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ตาราง 11 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน (n=3)

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นของ	วิธีที่พัฒนาขึ้น	วิธีมาตรฐาน
	สารละลายมาตรฐาน ไอออนทองคำ Au(I) ที่ เต็ม (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้นของไอออน ทองคำ Au(I) ที่พบ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้นของ ไอออนทองคำที่พบ (มิลลิกรัมต่อลิตร)
น้ำเสียจาก	0.0	ND	ND
อุตสาหกรรม	5.0	11.08±0.27	9.54±0.44
เครื่องประดับ	50.0	45.99±0.16	49.58±0.57
	100.0	100.36±3.52	99.15±0.98
น้ำจากสิ่งแวดล้อม	0.0	ND	ND

ND = ไม่สามารถตรวจวัดได้ (Not Detected)

บทที่ 5

สรุปผล อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

การดำเนินการวิจัยครั้งนี้เกี่ยวข้องกับการพัฒนาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ โดยใช้ไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนบนฐานกระดาษร่วมกับการใช้เทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรี โดยในงานวิจัยนี้จะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(III)

การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(I)

การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ ทำโดยการหยดสารละลายลงบนบริเวณตรวจวัดของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนบนฐานกระดาษ ด้วยเทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรี จะเห็นสัญญาณในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ที่ค่าศักย์ไฟฟ้า $+0.38 \pm 0.02$ โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ที่ภาวะที่เหมาะสมดังต่อไปนี้คือ สารละลายอิเล็กโทรไลต์ คือ 0.1 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก + 0.05 โมลาร์ กรดไนตริก frequency เท่ากับ 15 เฮิร์ตซ์ amplitude เท่ากับ 50 มิลลิโวลต์ step potential เท่ากับ 7 มิลลิโวลต์

เมื่อได้ภาวะที่เหมาะสมหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นของไอออนทองคำ Au(I) ที่สามารถตรวจวัดได้คือ 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ถึง 200 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่า r^2 เท่ากับ 0.9945 ซึ่งมีขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (LOD) ($S/N = 3$) และขีดจำกัดในการวิเคราะห์คุณภาพเท่ากับ (LOQ) ($S/N = 10$) เท่ากับ 0.4978 และ 1.6578 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ทดสอบความแม่นยำในการวิเคราะห์ซ้ำที่ความเข้มข้น 1.0, 50.0 และ 100.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่า %RSD เท่ากับ 4.52, 2.74 และ 3.64 ตามลำดับ ซึ่งวิธีนี้ปราศจากการรบกวนจากไอออนต่าง ๆ ที่อาจพบได้ในตัวอย่างจริง

การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(I) ในตัวอย่างได้แก่ น้ำเสียจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ และ น้ำจากสิ่งแวดล้อม พบว่าเมื่อทำการคำนวณหาค่า %recovery และค่า %RSD ค่าที่ได้คือ ค่าเฉลี่ยในช่วง 91.97 – 110.77% และ %RSD อยู่ในช่วง 0.35 – 4.32% ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าเป็นค่าที่ยอมรับได้ จากนั้นทดสอบการเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐานที่ดัดแปลงมาจาก AOAC โดยใช้เทคนิค ICP-OES การทดสอบความแตกต่างแบบจับคู่ สรุปได้ว่าค่าเฉลี่ยของผลการวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธี ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(III)

การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(III) ทำโดยการหดยสารละลายลงบนบริเวณตรวจวัดของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนบนฐานกระดาษด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทเมตรี จะเห็นสัญญาณในการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ที่ค่าศักย์ไฟฟ้า $+0.38 \pm 0.15$ โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ที่ภาวะที่เหมาะสมดังต่อไปนี้คือ สารละลายอิเล็กโทรไลต์คือ 0.1 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก + 0.05 โมลาร์ กรดไนตริก frequency เท่ากับ 15 เฮิร์ตซ์ amplitude เท่ากับ 75 มิลลิโวลต์ step potential เท่ากับ 7 มิลลิโวลต์

เมื่อได้ภาวะที่เหมาะสมหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นของไอออนทองคำ Au(III) ที่สามารถตรวจวัดได้คือ 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ถึง 500 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่า r^2 เท่ากับ 0.9962 ซึ่งมีขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (LOD) ($S/N = 3$) และขีดจำกัดในการวิเคราะห์คุณภาพเท่ากับ (LOQ) ($S/N = 10$) เท่ากับ 0.3182 และ 1.0607 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ทดสอบความแม่นยำในการวิเคราะห์ซ้ำที่ความเข้มข้น 1.0, 50.0 และ 100.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่า %RSD เท่ากับ 5.10, 1.72 และ 1.06 ตามลำดับ ซึ่งวิธีนี้ปราศจากการรบกวนจากไอออนต่าง ๆ ที่อาจพบได้ในตัวอย่างจริง

การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(III) ในตัวอย่างได้แก่ น้ำเสียจากอุตสาหกรรมเครื่องประดับ และ น้ำจากสิ่งแวดล้อม พบว่าเมื่อทำการคำนวณหาค่า %recovery และค่า %RSD ค่าที่ได้คือ ค่าเฉลี่ยในช่วง 91.93 – 104.00% และ %RSD อยู่ในช่วง 2.48 – 6.01% ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าเป็นค่าที่ยอมรับได้

ในงานวิจัยการวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทเมตรีร่วมกับใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนบนฐานกระดาษ สามารถตรวจวัดปริมาณไอออนทองคำในปริมาณน้อย ๆ ได้และให้สัญญาณของการวิเคราะห์สูง มีความจำเพาะเจาะจงและความแม่นยำสูง สามารถตรวจวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองคำในตัวอย่างจริงได้อีกด้วย ดังนั้นวิธีการวิเคราะห์ปริมาณไอออนทองคำที่ได้รับการพัฒนาขึ้นมานี้ สามารถเทียบเท่ากับวิธีมาตรฐานที่ใช้ในปัจจุบันได้

บรรณานุกรม

- Allen, J. Bard, & Larry, R. Faulkner. (2001). electrochemical methods : Fundamentals and Applications.
- Amin, A. S. (2010). Utility of solid phase extraction for spectrophotometric determination of gold in water, jewel and ore samples. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, 77(5), 1054-1058.
- Amjadi, M, Shokri, R, & Hallaj, T. (2016). A new turn-off fluorescence probe based on graphene quantum dots for detection of Au(III) ion. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, 153, 619-624.
- AOAC. (1990). official methods of analysis of the association of analytical chemists. 15th ed., virginia modified, 1094.
- Apilux, A, Dungchai, W, Siangproh, W, Praphairaksit, N, Henry, C. S, & Chailapakul, O. (2010). Lab-on-paper with dual electrochemical/colorimetric detection for simultaneous determination of gold and iron. *Anal Chem*, 82(5), 1727-1732.
- Chung Soon, Yong, & Ramon, M. Barnes. (1988). Determination of Gold, Platinum, Palladium and Silver in Geological Samples by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry After Poly(dithiocarbamate) Resin Pre-treatment. *ANALYTICAL ATOMIC SPECTROMETRY*, 3, 1079-1082.
- Chunming, Wang, Haoli, Zhang, Yi, Sun, & Hulin, Li. (1998). Electrochemical behavior and determination of gold at chemically modified carbon paste electrode by the ethylenediamine fixed humic acid preparation. *Analytica Chimica Acta* 361, 133-139.
- Cubuk, S, Kahraman, M. V, Yetimoglu, E. K, & Kenan, S. (2014). Photocured thiol-ene based optical fluorescence sensor for determination of gold(III). *Anal Chim Acta*, 812, 215-221.
- Dungchai, W, Chailapakul, O, & Henry, C. S. (2009). Electrochemical detection for paper-based microfluidics. *Anal Chem*, 81(14), 5821-5826.
- Frag, E. Y, Mohamed, G. G, & El-Sayed, W. G. (2011). Potentiometric determination of

- antihistaminic diphenhydramine hydrochloride in pharmaceutical preparations and biological fluids using screen-printed electrode. *Bioelectrochemistry*, 82(2), 79-86.
- Gabriel, Alarnes-Varela, & Agustin, Costa-Garcia. (1997). Determination of Gold by Anodic Stripping Voltammetry with Carbon Fiber Ultramicroelectrodes. *Electroanalysis*, 16, 1262-1266.
- Goodman, C. M., McCusker, C. D., Yilmaz, T., & Rotello, V. M. (2004). Toxicity of gold nanoparticles functionalized with cationic and anionic side chains. *Bioconjug Chem*, 15(4), 897-900.
- Hashmi, A. S, & Rudolph, M. (2008). Gold catalysis in total synthesis. *Chem Soc Rev*, 37(9), 1766-1775.
- Hearn, G.M. (1996). A Guide to Validation in HPLC.
- Iva, Turyan, & Daniel, Mandler. (1993). Chemically modified electrode for the determination of goldan electrochemical and spectrophotometric study. *Fresenius J Anal Chem*, 349, 491-496.
- Joseph, Wang. (2000). ANALYTICAL ELECTROCHEMISTRY.
- Krystyna, Pyrzynska. (2005). Recent developments in the determination of gold by atomic spectrometry techniques. *Spectrochimica Acta Part B* 60, 1316-1322.
- Kuila, T, Bose, S, Khanra, P, Mishra, A. K, Kim, N. H, & Lee, J. H. (2011). Recent advances in graphene-based biosensors. *Biosens Bioelectron*, 26(12), 4637-4648.
- Liang, Pei, Zhao, Ehong, Ding, Qiong, & Du, Dan. (2008). Multiwalled carbon nanotubes microcolumn preconcentration and determination of gold in geological and water samples by flame atomic absorption spectrometry. *Spectrochimica Acta Part B* 63, 714-717.
- Molina, J, Cases, F, & Moretto, L. M. (2016). Graphene-based materials for the electrochemical determination of hazardous ions. *Anal Chim Acta*, 946, 9-39.
- NATA. (1998). Format and content of test method and proceduces for validation and verification of chemical test method. 17, 1-33.
- Patchara, Methajittiphan (Producer). (2016, 1 พฤศจิกายน 2559). เซลล์ไฟฟ้าเคมีจากน้ำเค็ม Salt Water Battery. Retrieved from <http://electrimetha.blogspot.com/2016/11/salt->

[water-battery.html](#)

- Rahman, M. M, Khan, S. B, Marwani, H. M, Asiri, A. M, Alamry, K. A, & Al-Youbi, A. O. (2013). Selective determination of gold(III) ion using CuO microsheets as a solid phase adsorbent prior by ICP-OES measurement. *Talanta*, 104, 75-82.
- Rico, M. A, Olivares-Marin, M, & Gil, E. P. (2009). Modification of carbon screen-printed electrodes by adsorption of chemically synthesized Bi nanoparticles for the voltammetric stripping detection of Zn(II), Cd(II) and Pb(II). *Talanta*, 80(2), 631-635. doi:10.1016/j.talanta.2009.07.039
- Senturk, H. B, Gundogdu, A, Bulut, V. N, Duran, C, Soylak, M, Elci, L, & Tufekci, M. (2007). Separation and enrichment of gold(III) from environmental samples prior to its flame atomic absorption spectrometric determination. *J Hazard Mater*, 149(2), 317-323.
- Shamsipur, M, & Ramezani, M. (2008). Selective determination of ultra trace amounts of gold by graphite furnace atomic absorption spectrometry after dispersive liquid-liquid microextraction. *Talanta*, 75(1), 294-300.
- Tolessa, T, Tan, Z. Q, Yin, Y. G, & Liu, J. F. (2018). Single-drop gold nanoparticles for headspace microextraction and colorimetric assay of mercury (II) in environmental waters. *Talanta*, 176, 77-84.
- Velram, Balaji. Mohan, Kin-tak, Lau, David, Huic, & Debes, Bhattacharyya. (2018). Graphene-based materials and their composites: A review on production, applications and product limitations. *Composites Part B*, 142, 200-220.
- Wang, E, Pang, L, Zhou, Y, Zhang, J, Yu, F, Qiao, H, & Pang, X. (2016). A high performance Schiff-base fluorescent probe for monitoring Au(3+) in zebrafish based on BODIPY. *Biosens Bioelectron*, 77, 812-817.
- Wikipedia. (2018a, 9 June 2018). Cyclic voltammetry. Retrieved from https://en.wikipedia.org/wiki/Cyclic_voltammetry
- Wikipedia. (2018b, 9 June 2018). Linear sweep voltammetry. Retrieved from https://en.wikipedia.org/wiki/Linear_sweep_voltammetry
- Wu, Y, Jiang, Z, Hu, B, & Duan, J. (2004). Electrothermal vaporization inductively coupled

plasma atomic emission spectrometry determination of gold, palladium, and platinum using chelating resin YPA(4) as both extractant and chemical modifier. *Talanta*, 63(3), 585-592.

Zhang, J. F, Zhou, Y, Yoon, J, & Kim, J. S. (2011). Recent progress in fluorescent and colorimetric chemosensors for detection of precious metal ions (silver, gold and platinum ions). *Chem Soc Rev*, 40(7), 3416-3429.

กุลนารี สิริสาลี. (2542). กระบวนการวิเคราะห์คุณภาพห้องปฏิบัติการชั้นสูงตรึงตามระบบ ISO (pp. 13-33).

ชญาณี บาตรโพธิ์, & สำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ, กรมวิทยาศาสตร์บริการ. (2560). แกรฟีนวัสดุแห่งศวรรษหน้า.

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล. (2543). ทองโลหะที่มีคุณค่าไม่รู้จบ. Retrieved from <http://www.rmutphysics.com/charud/naturemystery/sci3/gold/index.html>

วิกิพีเดีย, สารานุกรมเสรี. (2560, 22 กรกฎาคม 2560). ทองคำ. Retrieved from <https://th.wikipedia.org/wiki/%E0%B8%97%E0%B8%AD%E0%B8%87%E0%B8%84%E0%B8%B3>

วิลาวุธ พงษ์พิทักษ์. (2543). การตรวจสอบการใช้ได้ของวิธี (Test Method Validation) และการประยุกต์ใช้เทคนิคทางสถิติ.

วิศณุสรรค์ ขาดอารยะวดี. (2013). การสังเคราะห์คาร์บอนรูปแบบใหม่. Paper presented at the Naresuan Phayao Journal.

ศักดิ์ศรี สุภาพร, สนิธิ พลชัยยา, กุลธิดา นุญจธรรม, กานต์ตะวัน วุฒิเสลา, & สถาบันการเรียนรู้และพัฒนากระบวนการเรียนรู้มหาวิทยาลัยมหิดล. ขั้วไฟฟ้าที่ใช้สำหรับเทคนิคโวลแทมเมทรี. Retrieved from https://il.mahidol.ac.th/e-media/electrochemistry/web/Eanal/anal_votammetry2.htm

ศิริกาญจน์ วิเศษสุวรรณภูมิ, & ห้องปฏิบัติการฟิสิกส์โพลีเมอร์ หน่วยวิจัยโพลีเมอร์, ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. (2560). แกรฟีนวัสดุ 2 มิติ เพื่ออนาคต.

สมาคมค้าทอง. ประวัติของทองคำ. Retrieved from <https://www.goldtraders.or.th/PageView.aspx?page=6>



ตารางแสดงค่า paired t-test

Degree of freedom	ระดับความเชื่อมั่น (%)			
	90	95	99	99.99
1	6.31	12.71	63.66	636.62
2	2.92	4.30	9.93	31.60
3	2.35	3.18	5.84	12.92
4	2.13	2.78	4.60	8.61
5	2.02	2.57	4.03	6.87
6	1.94	2.45	3.71	5.96
7	1.89	2.37	3.50	5.41
8	1.86	2.31	3.36	5.04
9	1.83	2.26	3.25	4.78
10	1.81	2.23	3.17	4.59
11	1.80	2.20	3.11	4.44
12	1.78	2.18	3.06	4.32
13	1.77	2.16	3.01	4.22
14	1.76	2.14	2.98	4.14
15	1.75	2.13	2.95	4.07
16	1.75	2.12	2.92	4.02
17	1.74	2.11	2.90	3.97
18	1.73	2.10	2.88	3.92
19	1.73	2.09	2.86	3.88
20	1.72	2.09	2.85	3.85
infinity	1.65	1.96	2.58	3.29

ตารางแสดง paired t-test ของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ในตัวอย่างที่เติม Au(I) 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ระหว่างวิธีที่พัฒนามกับวิธีมาตรฐาน

	วิธีที่พัฒนา	วิธีมาตรฐาน
Mean	11.08333	9.536666667
Variance	0.052933	0.272133333
Observations	3	3
Pearson Correlation	-0.98261	
Hypothesized Mean	0	
Difference		
df	2	
t Stat	3.576858	
P(T<=t) one-tail	0.035024	
t Critical one-tail	2.919986	
P(T<=t) two-tail	0.070049	
t Critical two-tail	4.302653	

ตารางแสดง paired t-test ของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ในตัวอย่างที่เติม Au(I) 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ระหว่างวิธีที่พัฒนากับวิธีมาตรฐาน

	วิธีที่พัฒนา	วิธีมาตรฐาน
Mean	45.99033	49.57966667
Variance	0.95942	0.322056333
Observations	3	3
Pearson Correlation	-1	
Hypothesized Mean		
Difference	0	
df	2	
t Stat	4.018686	
P(T<=t) one-tail	0.028352	
t Critical one-tail	2.919986	
P(T<=t) two-tail	0.056705	
t Critical two-tail	4.302653	

ตารางแสดง paired t-test ของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) ในตัวอย่างที่เติม Au(I) 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ระหว่างวิธีที่พัฒนามกับวิธีมาตรฐาน

	วิธีที่พัฒนา	วิธีมาตรฐาน
Mean	100.3585	99.15491
Variance	29.8524	0.966552847
Observations	3	3
Pearson Correlation	-0.99999	
Hypothesized Mean		
Difference	0	
df	2	
t Stat	0.323374	
P(T<=t) one-tail	0.388547	
t Critical one-tail	2.919986	
P(T<=t) two-tail	0.777093	
t Critical two-tail	4.302653	

ตารางแสดงค่าความแม่นยำที่ยอมรับได้

ความเข้มข้นของสารตัวอย่าง	ค่าเฉลี่ยของ % recovery
100%	98 – 102
10%	98 – 102
1%	97 – 103
0.1%	95 – 105
100 ppm	90 – 107
10 ppm	98 – 102
1 ppm	80 – 110
100 ppb	80 – 110
10 ppb	60 – 115
1 ppb	40 – 120

ตารางแสดงค่าความเที่ยงที่ยอมรับได้

ความเข้มข้นของสารตัวอย่าง	ค่าเฉลี่ยของ % recovery
100%	±1.3
10%	±2.7
1%	±2.8
0.1%	±3.7
100 ppm	±5.3
10 ppm	±7.3
1 ppm	±11
100 ppb	±15
10 ppb	±21
1 ppb	±30

ที่มา (AOAC, 1990)

ตารางแสดงความเข้มข้นของการวิเคราะห์ไอออนทองคำ Au(I) และ Au(III) โดยใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นมา (n=3)

ไอออนทองคำ	ตัวอย่าง	ปริมาณไอออนทองคำ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	%RSD
Au(I)	น้ำเสียจาก		
	อุตสาหกรรม	11.08±0.27	2.45
	เครื่องประดับ		
Au(III)	น้ำจากสิ่งแวดล้อม	5.18±0.16	3.13
	น้ำเสียจาก		
	อุตสาหกรรม	9.22±0.23	2.48
	เครื่องประดับ		
	น้ำจากสิ่งแวดล้อม	4.60±0.28	6.01

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นางสาว ภิษานันท์ ดุจดา
วัน เดือน ปี เกิด	11 มีนาคม 2536
สถานที่เกิด	อุบลราชธานี
วุฒิการศึกษา	พ.ศ. 2557 วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชา เคมี จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ พ.ศ. 2561 วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชา เคมี จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
ที่อยู่ปัจจุบัน	243 หมู่ 1 ต.ดอนจิก อ.พิบูลมังสาหาร จ.อุบลราชธานี 34110
ผลงานตีพิมพ์	-
รางวัลที่ได้รับ	-