



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การหาปริมาณอะลูมิเนียมโดยใช้

บิสมัทฟิล์มอิเล็กโทรดซึ่งเคลือบด้วยเนฟฟิออน

Determination of Aluminum

by Bismuth Film Electrode Coated with Nafion

โดย

ดร.ประจักษ์ อินแก้ว

ดร. พรรณรวิ พรหมนารถ

งานวิจัยนี้ได้รับเงินอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2554

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวงสำหรับการอำนวยความสะดวกและการสนับสนุนเครื่อง Potentiostat (Autolab 12) เพื่อใช้ในงานวิจัยนี้ และขอขอบคุณมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวงที่ให้การสนับสนุนเงินทุนในการทำวิจัย



บทสรุปผู้บริหาร

เรื่อง การหาปริมาณอะลูมิเนียมโดยใช้บิสมัทฟิล์มอิเล็กโทรดซึ่งเคลือบด้วยเนฟฟิออน

Determination of Aluminum by Bismuth Film Electrode Coated with Nafion

แหล่งทุน เงินอุดหนุน โครงการวิจัยมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2554

รหัสโครงการ 54101050001

1. ความสำคัญของปัญหาในการวิจัย

อะลูมิเนียมเป็นโลหะที่มีความสำคัญทางชีวภาพ อุตสาหกรรมและสิ่งแวดล้อม โดยปกติแล้วอะลูมิเนียมเป็นโลหะที่ไม่มีพิษแต่ถ้าถูกดูดซึมในปริมาณมากเกินไปจะเป็นพิษและมีอันตรายต่อสิ่งมีชีวิต ถ้ามีการสะสมของอะลูมิเนียมในร่างกายปริมาณมากจะก่อให้เกิดโรคกระดูกและข้อและโรคทางระบบประสาทและสมอง ดังนั้นการวิเคราะห์หาปริมาณอะลูมิเนียมจึงมีความสำคัญยิ่ง อย่างไรก็ตามการศึกษาปริมาณอะลูมิเนียมในอาหารต่างๆยังไม่แพร่หลายนักเพราะข้อจำกัดของเครื่องมือและการวิเคราะห์ซึ่งทำให้มีค่าใช้จ่ายค่อนข้างสูงในการวิเคราะห์ต่อตัวอย่าง ดังนั้นในการวิจัยชิ้นนี้จึงได้เสนอวิธีการทางเคมีไฟฟ้าซึ่งเป็นวิธีการที่แพร่หลายในการหาปริมาณของโลหะหลายชนิด มีค่าใช้จ่ายต่อตัวอย่างต่ำ และมีความถูกต้องแม่นยำสูงมาประยุกต์ใช้ในการหาปริมาณอะลูมิเนียม อย่างไรก็ตามอะลูมิเนียมเป็นสารที่มีค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันต่ำมากจึงไม่สามารถวิเคราะห์ได้ด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้าปกติเหมือนโลหะตัวอื่นๆ คาร์บอนอิเล็กโทรดเองก็ไม่สามารถใช้หาอะลูมิเนียมได้เพราะช่วงที่สามารถควบคุมศักย์ไฟฟ้าได้ไม่ต่ำมากพอ โดยทั่วไปปรอทจะถูกนำมาใช้เป็นอิเล็กโทรดแต่เพราะความเป็นพิษของปรอททำให้ไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ บิสมัทเป็นสารที่สามารถให้ศักย์ไฟฟ้าในช่วงที่เป็นลบได้ใกล้เคียงกับปรอทแต่ก็ยังไม่ต่ำมากพอสำหรับอะลูมิเนียมดังนั้นจึงจำเป็นต้องทำให้อะลูมิเนียมจับกับลิแกนด์เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนซึ่งหากมีการควบคุมสภาวะให้เหมาะสมจะทำให้ศักย์ไฟฟ้าของอะลูมิเนียมและลิแกนด์อยู่ในช่วงที่สามารถวัดบนบิสมัทฟิล์มได้

2. วัตถุประสงค์

เพื่อพัฒนาอิเล็กทรอนิกส์สำหรับการวัดอะลูมิเนียมโดยการเคลือบคาร์บอนอิเล็กทรอนิกส์ด้วย
บิสมัทฟิล์มและเนฟฟิออนและศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบโทรดเพื่อให้วัดอะลูมิเนียมได้
ในระดับส่วนในพันล้านส่วน (ppb)

3. ขอบเขตการวิจัย

การวิจัยนี้จะศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้บิสมัทฟิล์มอิเล็กทรอนิกส์โทรดในการหาปริมาณ
อะลูมิเนียมในสารตัวอย่างโดยจะนี้จะไม่พยายามวิเคราะห์หรือระบุโครงสร้างของสารประกอบ
อะลูมิเนียมหรืออธิบายกระบวนการหรือปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

4. ระเบียบวิธีวิจัยและผลผลิตจากการวิจัย

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบคาร์บอนอิเล็กทรอนิกส์ด้วยบิสมัทฟิล์มและเนฟฟิออน

คาร์บอนอิเล็กทรอนิกส์โทรดถูกเคลือบด้วยบิสมัทฟิล์มโดยควบคุมเวลาในการเคลือบและศักย์ไฟฟ้า
ที่ใช้ในการเคลือบ พบว่าเวลาที่เหมาะสมคือ 300 วินาที ที่ศักย์ไฟฟ้า -1 โวลต์ (เทียบกับ Ag/AgCl
Reference Electrode) ความเข้มข้นของสารละลายเนฟฟิออนในการเคลือบคือ 0.5% (ใน
สารละลายเมทิลแอลกอฮอล์) และการเคลือบโดยการจุ่มและปล่อยให้แห้ง (dip coat method) ให้ผล
ดีกว่าการเคลือบโดยการหยดลงบนพื้นผิวของอิเล็กทรอนิกส์โทรด (drop cast method) ซึ่งวิธีการหลังนี้ทำให้
ค่าเบี่ยงเบนในการวัดปริมาณอะลูมิเนียมสูงเพราะว่าเนฟฟิออนกระจายตัวไม่ดีและครอบคลุม
พื้นผิวอิเล็กทรอนิกส์โทรดไม่สม่ำเสมอ

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับวัดอะลูมิเนียมด้วยวิธีสแควร์เวฟโวลแทมเมทรี

วิธีสแควร์เวฟโวลแทมเมทรีได้ถูกใช้ในการหาสภาวะที่เหมาะสมที่อิเล็กทรอนิกส์โทรดที่เตรียมขึ้น
จะวัดปริมาณอะลูมิเนียมได้ดีที่สุดโดยการเปลี่ยนค่าตัวแปรที่สำคัญต่างๆเช่นอัตราส่วนของ
อะลูมิเนียมต่อคัพเฟอร์อน เวลาที่ใช้ในการให้สารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมและคัพเฟอร์อน
จับบนอิเล็กทรอนิกส์โทรด ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้และความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ผลจากการวิจัยได้สภาวะ
ที่เหมาะสมสำหรับอิเล็กทรอนิกส์โทรดคือการให้สารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมและคัพเฟอร์อนจับ
บนอิเล็กทรอนิกส์โทรดเป็นเวลา 240 วินาที ที่ศักย์ไฟฟ้า -0.8 โวลต์ ในอัตราส่วนอะลูมิเนียมต่อคัพเฟอร์อน
1:200 โดยใช้สารละลายอะซีเตตบัฟเฟอร์ที่มีความเป็นกรด-ด่างของสารละลายเป็น 6.0 ซึ่งสามารถ
วัดอะลูมิเนียมได้ในช่วง 50-800 ส่วนในพันล้านส่วน (ppb)

5. ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการวิจัย ผลกระทบทางวิชาการหรือเทคโนโลยี เช่น การสร้างองค์ความรู้ใหม่, การขยายฐานความรู้เดิม, ศักยภาพในการนำไปใช้ประโยชน์ในเชิงพาณิชย์, ผลกระทบทางเศรษฐกิจและสังคม เช่น การลดต้นทุนการผลิต การสร้างเสริมคุณภาพชีวิต เป็นต้น

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาอิเล็กโทรดชนิดใหม่สำหรับวัดอะลูมิเนียมขึ้นและได้สร้างองค์ความรู้ในการเคลือบคาร์บอนอิเล็กโทรดด้วยบิสเมทฟิล์มและเนฟฟิออนซึ่งจะสามารถใช้ในการใช้วัดโลหะตัวอื่นๆ เช่น พรอท ตะกั่ว สังกะสี ทองแดง แคดเมียม เหล็ก ที่ปนเปื้อนในปริมาณน้อยๆ ระดับส่วนในล้านส่วน (ppm) หรือส่วนในพันล้านส่วน (ppb) ได้ ซึ่งโดยทั่วไปกฎหมายกำหนดให้อาหารหรือสภาพแวดล้อมมีโลหะแต่ละชนิดปนเปื้อนไม่เกินระดับ 10 ส่วนในล้านส่วน (ค่าที่กำหนดแตกต่างกันขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะ)

อิเล็กโทรดที่พัฒนาขึ้นสามารถวัดค่าได้รวดเร็วและมีค่าใช้จ่ายต่อตัวอย่างต่ำ (ตัวอย่างละประมาณ 20 บาท) เมื่อเทียบกับการวัดที่นิยมใช้ อย่างเช่น ICP-MS ซึ่งเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบขั้นสูงที่มีค่าการวิเคราะห์ ตัวอย่างละ 500-1200 บาทและไม่ได้มีใช้ทั่วไปเพราะมีค่าเครื่อง (ประมาณ 12 ล้านบาท) และค่าบำรุงรักษาสูงมาก ส่วนวิธีวัดอื่นๆการจะวัดโลหะได้ในระดับส่วนในพันล้านส่วนต้องมีการเตรียมตัวอย่างที่ยุ่งยากซับซ้อนกว่ามาก

วิธีการเคลือบอิเล็กโทรดด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าและการใช้บิสเมทฟิล์มในการหาปริมาณโลหะหนัก ได้ถูกนำมาบรรจุในส่วนของปฏิบัติการของรายวิชา เคมีไฟฟ้าเบื้องต้น (Introduction to Electrochemistry) ที่ทำการเรียนการสอนสำหรับนักศึกษาปีที่ 3 สาขาวิชาเคมีประยุกต์ สำนักวิชาวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวงด้วย

การหาปริมาณอะลูมิเนียมโดยใช้บิสมัทฟิล์มอิเล็กโทรดซึ่งเคลือบด้วยเนฟฟิออน

งานวิจัยนี้พัฒนาอิเล็กโทรดสำหรับการวัดปริมาณอะลูมิเนียมปริมาณที่ต่ำมากๆ บิสมัทฟิล์มถูกเคลือบลงบนคาร์บอนอิเล็กโทรดด้วยวิธีการเคลือบด้วยไฟฟ้าโดยใช้บิสมัทไอออน (Bi^{3+}) จากนั้นจึงเคลือบซ้ำด้วยเนฟฟิออนพอลิเมอร์ (Nafion) ด้วยเหตุที่ค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชัน (reduction potential) ของอะลูมิเนียมมีค่าต่ำกว่าค่าศักย์ไฟฟ้าในช่วงที่บิสมัทฟิล์มที่จะใช้ได้ คัพเฟอร์รอน (cupferron) ถูกเติมลงไปเพื่อให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับอะลูมิเนียมซึ่งจะทำให้ศักย์ไฟฟ้าอยู่ในช่วงที่จะใช้กับบิสมัทฟิล์มได้ เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมทรี (square-wave voltammetry) ถูกนำมาใช้ในการหาปริมาณอะลูมิเนียมโดยการทำให้สารประกอบเชิงซ้อนอะลูมิเนียม-คัพเฟอร์รอนเกาะติดบนอิเล็กโทรดก่อน (pre-concentration step) จากนั้นจึงทำให้หลุดออกมาภายหลัง (stripping) วิธีนี้สามารถวิเคราะห์อะลูมิเนียมในช่วงความเข้มข้น 50-800 ส่วนในพันล้านส่วน (ppb) โดยสภาวะที่เหมาะสม (optimized condition) คือการใช้เวลาในการทำให้สารประกอบเชิงซ้อนเกาะบนอิเล็กโทรดเป็นเวลา 240 วินาที ที่ศักย์ไฟฟ้า -0.8 โวลต์ (เทียบกับศักย์ไฟฟ้าของซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์อิเล็กโทรด) ในสารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ (acetate buffer) ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 6.0 นอกจากนี้ งานวิจัยนี้ยังได้ศึกษาและรายงานผลของตัวแปรสำคัญอื่นๆ ที่มีผลต่อการเคลือบคาร์บอนอิเล็กโทรดด้วยบิสมัทฟิล์มและเนฟฟิออนด้วย

คำสำคัญ: บิสมัทฟิล์มอิเล็กโทรด อะลูมิเนียมเซ็นเซอร์ การหาปริมาณอะลูมิเนียม เนฟฟิออน

การวิเคราะห์หาสารในความเข้มข้นต่ำมากๆ เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมทรี เคมีไฟฟ้า

Determination of Aluminum by Bismuth Film Electrode Coated with Nafion

Inkaew, P.^{1*}, Promnart, P.^{1*}, Jakmunee, J.²

¹*School of Science, Mae Fah Luang University, Chiang Rai, Thailand*

²*Department of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai, Thailand*

Abstract

Electrochemical detection of ultratrace aluminum using bismuth film electrode was described. Bismuth film was prepared by electrodeposition of Bi(III) onto glassy carbon electrode. The electrode was later coated with Nafion and employed for the determination of aluminum. Since the reduction potential of aluminum is far below the working potential of bismuth film, cupferron was used as complexing agent to increase the reduction potential to be within the working range of the bismuth film. Aluminum-cupferron complexes were then accumulated by adsorption on the surface of the electrode, and the stripping step was performed using square-wave voltammetry. Under the optimized voltammetric condition, the electrode shows linear response between 50 and 800 ppb. It was found that the electrode was best response for the complexes that accumulated for 240 s at -0.8 V (vs. Ag/AgCl) in acetate buffer pH 6.0. Other important parameters for coating the electrode with bismuth film and

Keywords: bismuth film electrode, aluminum sensor, aluminum determination, Nafion, trace analysis, square wave voltammetry, electrochemistry

*Corresponding author.

Tel.: +66-53-916788; Fax: +66-053-916776

E-mail: prachak.ink@mfu.ac.th

สารบัญ

	หน้า
บทที่ 1 บทนำ	1
ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำวิจัย	1
วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	1
ขอบเขตของโครงการวิจัย	1
บทที่ 2 แนวคิด ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	2
บทที่ 3 ระเบียบวิธีวิจัย	4
เครื่องมือ	4
การเตรียมสารเคมี	4
กระบวนการทดลอง	4
บทที่ 4 ผลการวิจัย	6
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	13
เอกสารอ้างอิง	14
ประวัตินักวิจัย	17

สารบัญภาพ

หน้า

Figure 1. CV ของคาร์บอนอิเล็กโทรด (GC) และคาร์บอนอิเล็กโทรด

ที่เคลือบด้วยบิสมัทฟิล์ม 6

Figure 2. CV ของคาร์บอนอิเล็กโทรด (GC) และคาร์บอนอิเล็กโทรด

ที่เคลือบด้วยบิสมัทฟิล์ม 7

Figure 3. Square wave voltammetry ของสารละลายมาตรฐาน

ของแคดเมียม (Cd) สังกะสี (Zn) และตะกั่ว (Pb) 8

Figure 4. ผลของ deposition potential และ deposition time

ต่อการตอบสนองของอิเล็กโทรด 9

Figure 5. ผลของ pH ต่อการตอบสนองของอิเล็กโทรด 10

Figure 6. ผลของปริมาณ Al^{3+} ต่อ cupferron ต่อการตอบสนองของอิเล็กโทรด 11

Figure 7. (A) Stripping voltammograms ของสารประกอบเชิงซ้อน

(B) Calibration graph ที่ได้ 12

บทที่ 1 บทนำ

1. ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

อะลูมิเนียมเป็นโลหะที่มีความสำคัญทางชีวภาพ อุตสาหกรรมและสิ่งแวดล้อม โดยปกติแล้วอะลูมิเนียมเป็นโลหะที่ไม่มีพิษแต่ถ้าถูกดูดซึมในปริมาณมากจนเกินไปจะเป็นพิษและมีอันตรายต่อสิ่งมีชีวิต ถ้ามีการสะสมของอะลูมิเนียมในร่างกายปริมาณมากจะก่อให้เกิดโรคกระดูกและข้อและโรคทางระบบประสาทและสมอง ดังนั้นการวิเคราะห์หาปริมาณอะลูมิเนียมจึงมีความสำคัญยิ่ง อย่างไรก็ตามการศึกษาปริมาณอะลูมิเนียมในอาหารต่างๆยังไม่แพร่หลายนักเพราะข้อจำกัดของเครื่องมือและการวิเคราะห์ซึ่งทำให้มีค่าใช้จ่ายค่อนข้างสูงในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ดังนั้นในการวิจัยชิ้นนี้จึงได้เสนอวิธีการทางเคมีไฟฟ้าซึ่งเป็นวิธีการที่แพร่หลายในการหาปริมาณของโลหะหลายชนิด มีค่าใช้จ่ายต่อตัวอย่างต่ำ และมีความถูกต้องแม่นยำสูงมาประยุกต์ใช้ในการหาปริมาณอะลูมิเนียม อย่างไรก็ตามอะลูมิเนียมเป็นสารที่มีค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันต่ำมากจึงไม่สามารถวิเคราะห์ได้ด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้าปกติเหมือนโลหะตัวอื่นๆ คาร์บอนอิเล็กโทรดเองก็ไม่สามารถใช้หาอะลูมิเนียมได้เพราะช่วงที่สามารถควบคุมศักย์ไฟฟ้าได้ไม่ต่ำมากพอ โดยทั่วไปปรอทจะถูกนำมาใช้เป็นอิเล็กโทรดแคโทดเพราะความเป็นพิษของปรอททำให้ไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ บิสมัทเป็นสารที่สามารถให้ศักย์ไฟฟ้าในช่วงที่เป็นลบได้ใกล้เคียงกับปรอทแต่ก็ยังไม่ต่ำมากพอสำหรับอะลูมิเนียมดังนั้นจึงจำเป็นต้องทำให้อะลูมิเนียมจับกับลิแกนด์เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนซึ่งหากมีการควบคุมสภาวะให้เหมาะสมจะทำให้ศักย์ไฟฟ้าของอะลูมิเนียมและลิแกนด์อยู่ในช่วงที่สามารถวัดบนบิสมัทฟิล์มได้

2. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

เพื่อพัฒนาอิเล็กโทรดสำหรับการวัดอะลูมิเนียมโดยการเคลือบคาร์บอนอิเล็กโทรดด้วยบิสมัทฟิล์มและเนฟฟิออนและศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบโทรดเพื่อให้วัดอะลูมิเนียมได้ในระดับส่วนในพันล้านส่วน (ppb)

3. ขอบเขตของโครงการวิจัย

การวิจัยนี้จะศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้บิสมัทฟิล์มอิเล็กโทรดในการหาปริมาณอะลูมิเนียมในสารตัวอย่างโดยจะนี้จะไม่พยายามวิเคราะห์หรือระบุโครงสร้างของสารประกอบอะลูมิเนียมหรืออธิบายกระบวนการหรือปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

บทที่ 2 แนวคิดทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

อะลูมิเนียมเป็นโลหะที่มีความสำคัญทางชีวภาพ อุตสาหกรรม และสิ่งแวดล้อม โดยปกติแล้วเป็นโลหะที่ไม่มีพิษ แต่ถ้าถูกดูดซึมในปริมาณมากจนเกินไปจะเป็นพิษและมีอันตรายต่อสิ่งมีชีวิต [1-3] ถ้ามีการสะสมของอะลูมิเนียมในร่างกายปริมาณมากจะก่อให้เกิดโรคกระดูกและข้อและโรคทางระบบประสาทและสมอง [4-7] ดังนั้นการวิเคราะห์หาปริมาณอะลูมิเนียมจึงมีความสำคัญยิ่ง แต่การศึกษาปริมาณอะลูมิเนียมยังไม่แพร่หลายนักเพราะข้อจำกัดของเครื่องมือและค่าใช้จ่ายค่อนข้างสูงในการวิเคราะห์ตัวอย่าง

การหาปริมาณของอะลูมิเนียมสามารถทำได้หลายวิธี มีรายงานว่านักวิจัยใช้ graphite furnace atomic absorption spectroscopy (GF-AAS), inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) [8-13], liquid chromatography [14], flow-injection [15-16] ในการหาปริมาณอะลูมิเนียมการวิเคราะห์หาปริมาณอะลูมิเนียมด้วยวิธีดังกล่าวต้องอาศัยการเตรียมตัวอย่างซึ่งยุ่งยาก ทำให้การวิเคราะห์ปริมาณอะลูมิเนียมในหลายตัวอย่างมีราคาสูงและใช้เวลานานในการวิเคราะห์ การวิเคราะห์ด้วย electrochemical method เป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว ราคาถูก และมีความถูกต้อง แม่นยำสูง การวิเคราะห์อะลูมิเนียมโดยตรงด้วย electrochemical method ถูกจำกัดโดยค่า reduction potential (E^0) ของอะลูมิเนียมที่มีค่าเป็นลบมากๆและใกล้เคียงกับค่า E^0 ของ hydrogen, potassium, sodium และ barium [17] มีการศึกษาโดยการเติม di-o-hydroxyazo dye ลงไปในสารละลายที่ต้องการหาปริมาณอะลูมิเนียมเพื่อที่จะทำให้ค่า E^0 ของอะลูมิเนียมเป็นบวกมากขึ้น [18] นอกจากนี้ยังมีรายงาน การศึกษาการเติมสาร ligand บางชนิด ซึ่งจะสร้างพันธะกับอะลูมิเนียมและทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าศักย์ไฟฟ้าหรือแลกเปลี่ยน อิเล็กตรอนโดยสังเกตได้จากการเปลี่ยนแปลงลักษณะของ voltammogram [19] ปัจจุบันนี้ วิธีทางเคมีไฟฟ้าที่วัดอะลูมิเนียมได้ดีและแพร่หลายที่สุดวิธีหนึ่ง คือ Adsorption Stripping Voltammetry (AdSV) ซึ่งเป็นการทำให้อะลูมิเนียมสะสมบน อิเล็กโทรดก่อนการวัดหรือวิเคราะห์ โดยไอออนของอะลูมิเนียมจะเกิดสารประกอบเชิงซ้อน กับ ligand และสะสมบนอิเล็กโทรดมีรายงานการศึกษาการใช้วิธีดังกล่าว โดยการสร้างสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมกับ 8-hydroxyquinidine [20] tetramethyl ammonium chloride [21] alizarin [22-23] pyrocatechol violet [24] โดยสะสมบน graphite electrode

โดยทั่วไป AdSV จะใช้ mercury เป็น working electrode โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการวัดหาปริมาณ อะลูมิเนียมที่มีปริมาณต่ำมากๆ mercury electrode ที่พบบ่อยและรู้จักกันเป็นอย่างดี คือ hanging-mercury drop electrode (HMDE) ซึ่งปรับปรุงพื้นผิวโดยการเติม eriochrome black T [25] solochrome violet RS [26] azenazo III [27] 1,2-dihydroxy-anthraquinone-3-sulphonic acid

(DASA) [28] cupferron [29] calmagite [30] และ morin [31] นอกจากนี้ยังมีการเคลือบ mercury ลงบนอิเล็กโทรดเพื่อเตรียม mercury-film electrode และปรับปรุงพื้นผิว โดยการเติม cupferron [32] ซึ่งการเตรียม mercury-film electrode ใช้ mercury น้อยกว่า HMDE มาก และเตรียมได้ง่ายกว่า [33] ถึงแม้การใช้ mercury-film electrode จะได้ผลดี แต่การใช้ mercury ก็เป็นความเสี่ยงทั้งต่อสุขภาพของผู้ทดลองและสภาพแวดล้อม เพราะ mercury มีความเป็นพิษสูงและตกค้างในสภาพแวดล้อมได้นาน จึงต้องการการจัดการและกำจัดที่ดีพอ การใช้ mercury electrode จึงไม่เหมาะสม [33-34] เมื่อไม่นานมานี้ มีการเสนอให้ใช้ bismuth-film electrode ซึ่งเตรียมโดยการเคลือบผิวอิเล็กโทรดด้วย bismuth (III) และพบว่าให้ผลเป็นที่น่าพอใจ และมีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับการใช้ mercury film electrode ในการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหลายชนิด [35-41] อย่างไรก็ตาม bismuth film electrode มีจุดด้อยหรือข้อเสียคือมีค่า anodic limit น้อยกว่า mercury electrode มาก ๆ กล่าวคือที่ pH 4.5 bismuth film มี anodic limit ประมาณ -0.25 V เท่านั้น [42] โดยทั่วไปโลหะหรือ adsorbate หลายชนิดต้องการ reduction potential ในช่วง 0 ถึง -0.6 V ดังนั้น bismuth film จึงไม่สามารถใช้ได้ดีเท่า mercury film ใน AdSV ด้วยเหตุนี้การประยุกต์ใช้ bismuth film สำหรับ AdSV จึงมีข้อจำกัดแต่ก็ปรากฏรายงานที่ bismuth film electrode ถูกใช้ร่วมกับ dimethylglyoxime เพื่อหาปริมาณสาร Ni และ Co [38] หรือใช้ร่วมกับ DTPA เพื่อหาปริมาณสาร Cr [39] ซึ่งโลหะเหล่านี้มีค่า E^0 เป็นลบไม่มากนัก มีรายงานการใช้ bismuth film electrode ร่วมกับ cupferron เพื่อหาปริมาณ uranium [40-41] ซึ่ง uranium มีค่า reduction potential ใกล้เคียงกับอะลูมิเนียม นอกจากนี้ bismuth film electrode ยังมีข้อดีคือถูกรบกวนจาก oxygen น้อยมาก [38, 40] ซึ่งในการวิเคราะห์ด้วย electrochemical method ถือว่าเป็นข้อได้เปรียบอย่างมาก เพราะถ้าอิเล็กโทรดมีผลกระทบจาก oxygen น้อย จะทำให้การวัดทำได้ง่ายขึ้นและถูกต้องมากขึ้นด้วย [42] จากเหตุผลดังกล่าว ประกอบกับความไม่เป็นพิษของ bismuth การเคลือบอิเล็กโทรดด้วย bismuth จึงมีความน่าสนใจและควรได้รับการปรับปรุงให้ดีขึ้นและน่าจะสามารถนำมาใช้ในการหาปริมาณอะลูมิเนียมได้ การจะใช้อิเล็กโทรดที่เตรียมขึ้นในตัวอย่างจริง จำเป็นต้องจำกัดหรือลดผลกระทบจากสารตัวอื่นในสารละลายของสารตัวอย่าง (matrix effect) มีรายงานการใช้ Nafion เป็น membrane เพื่อช่วยให้การวัดหาไอออนในสารละลายซึ่งทำให้การวัดทำได้ดีขึ้น [43] แต่การศึกษายังไม่มากนักและยังไม่เคยมีรายงานการนำมาเคลือบบนผิว bismuth coated electrode มาก่อน ดังนั้นในการวิจัยครั้งนี้จึงได้ทำการศึกษาการใช้ Nafion ในการเคลือบอิเล็กโทรดและศึกษาผลของ Nafion ต่อการตอบสนองหรือช่วงการวัดของอะลูมิเนียมด้วย

บทที่ 3 ระเบียบวิธีวิจัย

เครื่องมือ

AutoLaB 12 Potentiostat ใช้ในการวัดกระแสไฟฟ้าและควบคุมความต่างศักย์

เซลล์เคมีไฟฟ้า (electrochemical cell) ใช้เซลล์ที่สั่งทำพิเศษจากภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ โดยมีขนาดประมาณ 200 mL และมีช่องสำหรับเสียบ reference electrode, counter electrode และ working electrode โดยจะใช้ Ag/AgCl เป็น reference electrode Pt wire หรือ Au wire เป็น counter electrode และ graphite carbon (GC) เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 mm เป็น working electrode ก่อนการทดสอบจะขัดผิว GC ด้วย Al_2O_3 และล้างให้สะอาดด้วยน้ำสะอาดและ alcohol

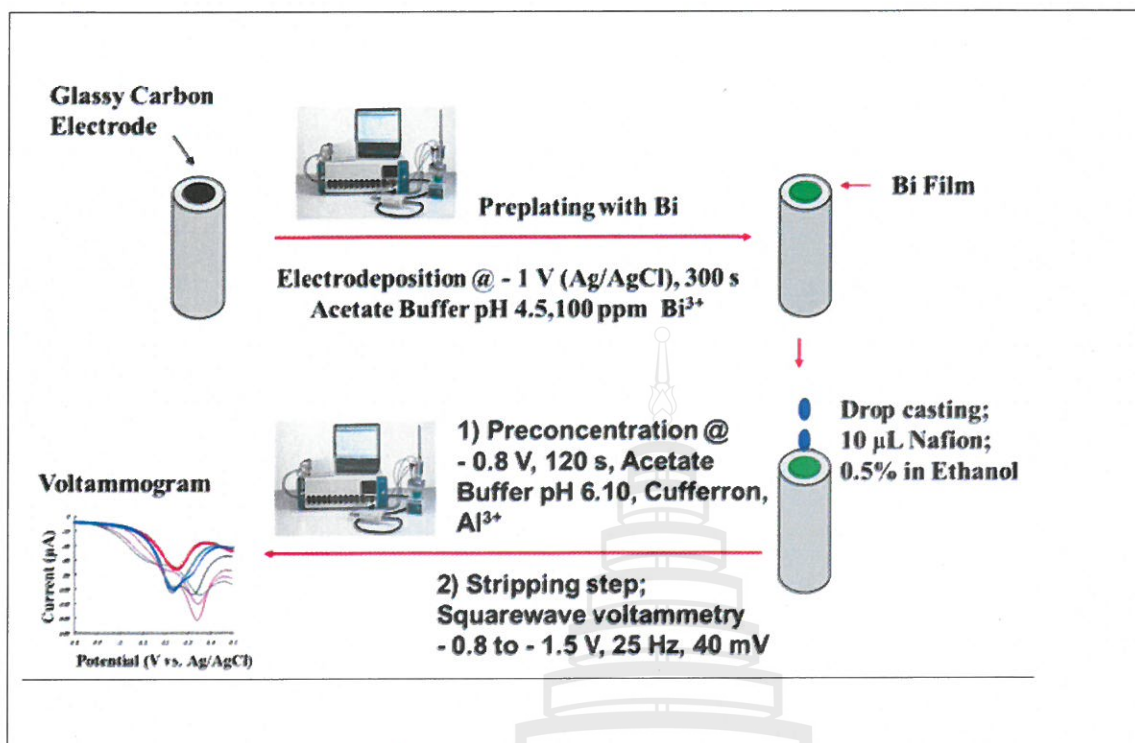
การเตรียมสารเคมี

สารเคมีส่วนใหญ่ที่ใช้มีความบริสุทธิ์อย่างน้อยระดับ reagent grade การเตรียมสารละลาย ทำโดยละลายในน้ำกลั่น (double distillation) สารละลายมาตรฐานของอะลูมิเนียมจะเตรียมจากการเจือจาง สารละลายอะลูมิเนียมมาตรฐานของ atomic absorption spectroscopy (AAS) สารละลาย electrolyte ใช้ acetate buffer สารละลาย 0.1 M cupferron เตรียมโดยการละลาย cupferron ในน้ำกลั่น การเคลือบพื้นผิวของ GC ด้วย Bi (III) ใช้ Bi(III) standard for AAS (1000 ppm)

กระบวนการทดลอง

การเตรียม Working Electrode (Nafion/Bismuth film/GC)

เมื่อขัด GC electrode แล้ว จะสแกน voltammogram ของ electrode ในสารละลาย H_2SO_4 เพื่อตรวจสอบสภาพและความสะอาดของอิเล็กโทรด จากนั้น เคลือบอิเล็กโทรดด้วย Bi (III) โดยการเติมสารละลาย Bi (III) ลงในสารละลาย acetate buffer (pH 4.5) และทดลอง cyclic voltammetry เมื่อเคลือบสาร Bi (III) ฟิล์ม แล้ว จากนั้นจึงเคลือบ Nafion (0.5% in methyl alcohol) ลงบนอิเล็กโทรดที่เตรียมได้ cupferron ถูกเติมลงไป เพื่อให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับอะลูมิเนียม ตัวอิเล็กโทรดที่ได้ถูกนำไปทดสอบการหาปริมาณอะลูมิเนียมในสารละลายมาตรฐานโดยใช้วิธี Adsorption Stripping Voltammetry (AdSV) กระบวนการทดลองสามารถสรุปเป็นแผนภาพได้ดังนี้



สถานที่ทำการทดลองและเก็บข้อมูล

การทดลอง cyclic voltammetry และ AdSV ใช้เครื่อง Potentiostat (AutoLab 12) ของศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวงส่วนการจัดเตรียมสารและอุปกรณ์เตรียมที่ห้องปฏิบัติการเคมี มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

บทที่ 4 ผลการวิจัย

การเคลือบบิสมัทฟิล์มลงบนคาร์บอนอิเล็กโทรด

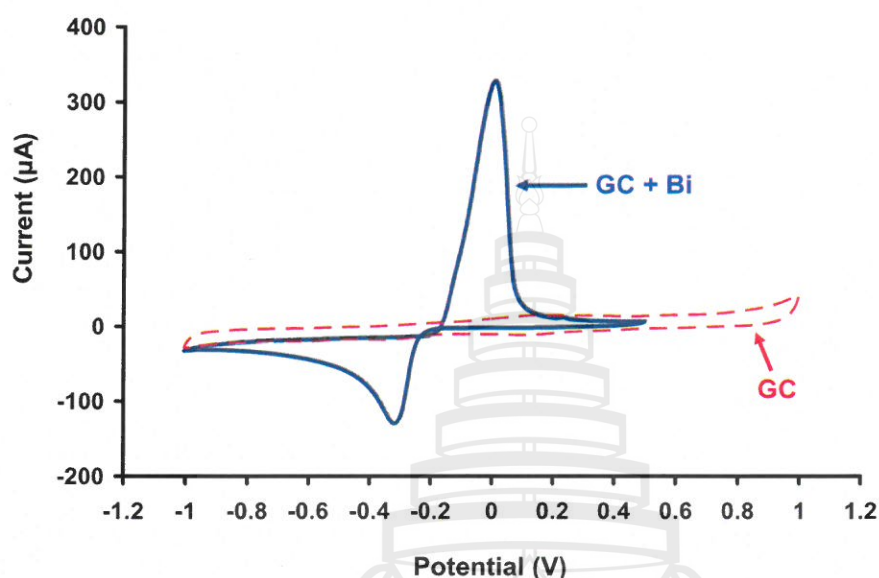


Figure 1. CV ของคาร์บอนอิเล็กโทรด (GC) และคาร์บอนอิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยบิสมัทฟิล์ม (GC + Bi)

บิสมัทถูกเคลือบลงบนผิวของคาร์บอนอิเล็กโทรดดังแสดงใน cyclic voltammogram (CV) ใน Fig. 1 เส้นประแสดง CV ของคาร์บอนอิเล็กโทรดซึ่ง scan ระหว่าง -1 V ถึง +1 V CV ของคาร์บอนอิเล็กโทรดบ่งชี้ว่า (1) พื้นผิวของคาร์บอนอิเล็กโทรดสะอาดและไม่มีโลหะใดเคลือบอยู่ (2) สารละลาย electrolyte ที่ใช้ไม่มีโลหะชนิดอื่นละลายอยู่ เมื่อเติมสารละลาย Bi^{3+} ลงไปและตั้งค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าไว้ที่ -0.2 V เป็นเวลา 2 นาที เมื่อ scan ระหว่าง -1 V ถึง +0.5 V เกิด reduction peak ของบิสมัท ($\text{Bi}_{(\text{aq})}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Bi}_{(\text{s})}$) ที่ -0.3 V และ oxidation peak ของบิสมัทที่ +0.1 V ($\text{Bi}_{(\text{s})} \rightarrow \text{Bi}_{(\text{aq})}^{3+} + 3\text{e}^-$) ซึ่งให้เห็นการเคลือบของบิสมัทฟิล์มบนคาร์บอนอิเล็กโทรด

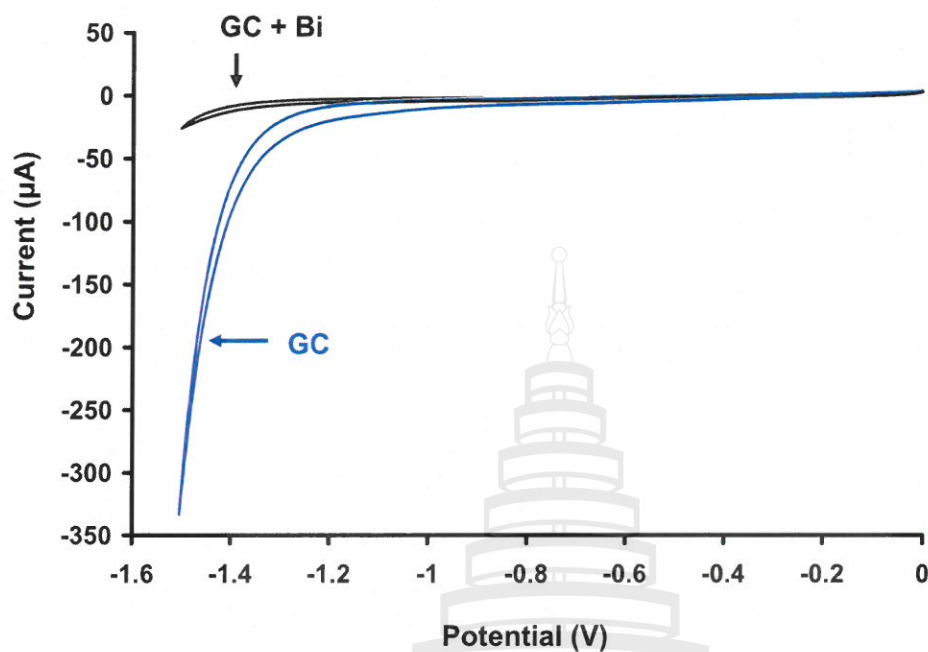


Figure 2. CV ของคาร์บอนอิเล็กโทรด (GC) และคาร์บอนอิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยบิสมัทฟิล์ม (GC + Bi)

เมื่อขยายช่วง scan ไปจนถึง -1.5 V (Figure 2) hydrogen เกิด reduction ที่คาร์บอนอิเล็กโทรด ($2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$) ทำให้เกิดฟองแก๊สเกาะที่อิเล็กโทรดซึ่งเป็นอุปสรรคไม่ให้อิเล็กโทรดทำงานอิเล็กโทรดได้ โดยทั่วไปช่วงที่สามารถใช้งานคาร์บอนอิเล็กโทรดอยู่ระหว่าง -1 V ถึง +1 V ถ้าเกินจากช่วงนี้จะเกิดแก๊ส hydrogen และ oxygen ที่ขั้วของอิเล็กโทรด CV ของคาร์บอนอิเล็กโทรดที่ถูกเคลือบด้วยบิสมัทฟิล์มเกิด H_2 reduction เพียงเล็กน้อย ดังแสดงใน Fig. 2 CV ของคาร์บอนอิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยบิสมัทฟิล์มมีลักษณะเป็นเส้นในแนวราบระหว่าง 0 V ถึง -1.2 V และมีค่ากระแสลดลงเล็กน้อยบริเวณ -1.2 V ถึง -1.5 V เหตุที่ตั้งค่า scan ไว้ที่ 0 V และไม่ scan ไปที่ศักย์ไฟฟ้าที่เป็นบวกมากกว่านั้นเพราะว่าถ้า scan ไปที่ค่าที่เป็นบวกเกิน 0.3 V จะทำให้บิสมัทที่เคลือบบนอิเล็กโทรดถูก oxidize ออกมา

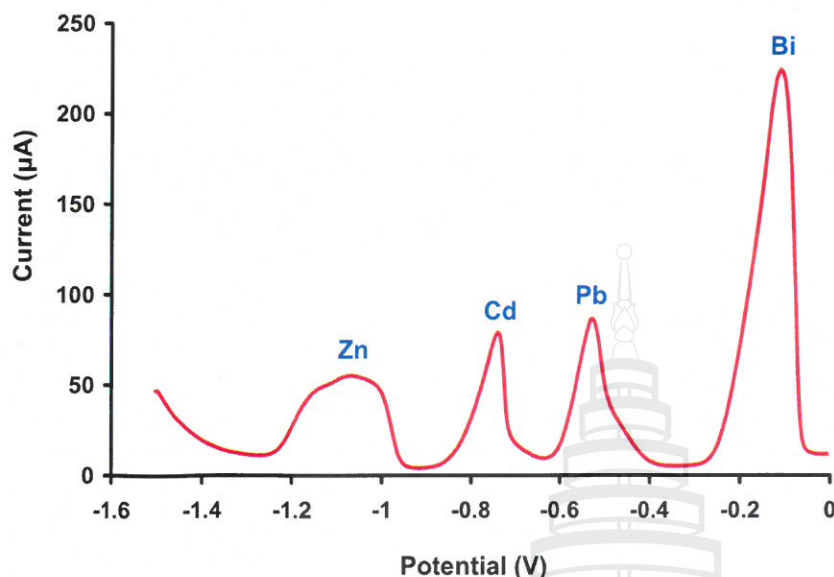


Figure 3. Square wave voltammetry ของสารละลายมาตรฐานของแคดเมียม (Cd) สังกะสี (Zn) และตะกั่ว (Pb) ที่ความเข้มข้น 50 ppb (50 $\mu\text{g/L}$) โดยใช้บิสมัทฟิล์มที่เคลือบบนคาร์บอนอิเล็กโทรด (เคลือบที่ -1 V เป็นเวลา 2 นาที) เป็น Working electrode

อิเล็กโทรดที่เตรียมได้ถูกนำมาใช้หาค่าของสังกะสี (Zn) แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) โดยละลายสารละลายมาตรฐานของโลหะดังกล่าว (50 ppb) ในน้ำกลั่นและเติมสารละลายทั้ง 3 ชนิดลงในเซลล์ไฟฟ้าเคมีแล้วทำการเคลือบและวิเคราะห์ในคราวเดียวกัน (เคลือบที่ -1.2 V เป็นเวลา 1 นาที) จากการทดลองพบว่า oxidation peak ของ สังกะสี (Zn) แคดเมียม (Cd) และตะกั่ว (Pb) เกิดที่ -1.15 V, -0.76 V และ -0.5 V ตามลำดับ (Figure 3) โดย peak ทั้งสามแยกจากกันอย่างชัดเจนและมีค่าใกล้เคียงกับค่าที่มีการรายงานมาก่อนหน้านี้ [44-46] อย่างไรก็ตามเมื่อ scan ไปถึง 0 V จะปรากฏ oxidation peak ของบิสมัทโดยเริ่มมี peak ที่ -0.3 V ดังนั้นช่วงที่ใช้งานได้ของอิเล็กโทรดที่เตรียมคือ -1.5 V ถึง -0.3 V ถ้า scan เกิน -0.3 V บิสมัทจะเริ่มเกิดการ oxidize และละลายกลับลงในสารละลาย electrolyte ทำให้อิเล็กโทรดไม่เสถียรและไม่สามารถใช้วัดต่อไปได้

สภาวะที่เหมาะสมสำหรับบิสมัทฟิล์มที่เตรียมได้ในการหาปริมาณอะลูมิเนียม

ปัจจัยเบื้องต้นที่มีผลต่อการตอบสนองของอิเล็กโทรดคือ deposition time ดังแสดงใน Fig. 4A. Peak ที่ 1.2 V เป็น peak ของ cupferron หรือ ligand ที่ใช้จับกับอะลูมิเนียม [47] Peak ที่ 1.3 V เป็น peak ของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมและ cupferron (Al^{3+} -cupferron complex) จะเห็นว่าสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมและ cupferron จะเกิดเมื่อใช้ deposition potential ที่ 0.8 V เท่านั้น เมื่อใช้ศักย์ไฟฟ้าที่สูงขึ้นจะไม่เกิด peak ของสารประกอบเชิงซ้อน ระยะเวลาที่เหมาะสมในการ electrodeposit มีผลต่อการเกิด peak ของสารประกอบเชิงซ้อนเช่นกัน ดังแสดงใน Fig 4B. Peak ของสารประกอบเชิงซ้อน เริ่มปรากฏเมื่อใช้ deposition time ที่ 120 วินาทีโดยมีความสูงของ peak เพิ่มขึ้นตามเวลาที่เพิ่มขึ้นและความสูงของ peak ไม่แตกต่างกันเมื่อใช้ deposition time ที่ 240 และ 480 วินาที ดังนั้น deposition potential ที่ 0.8 V และ deposition time ที่ 240 จึงถูกใช้ในการหาสภาวะที่เหมาะสมอื่นๆ ในลำดับต่อไป

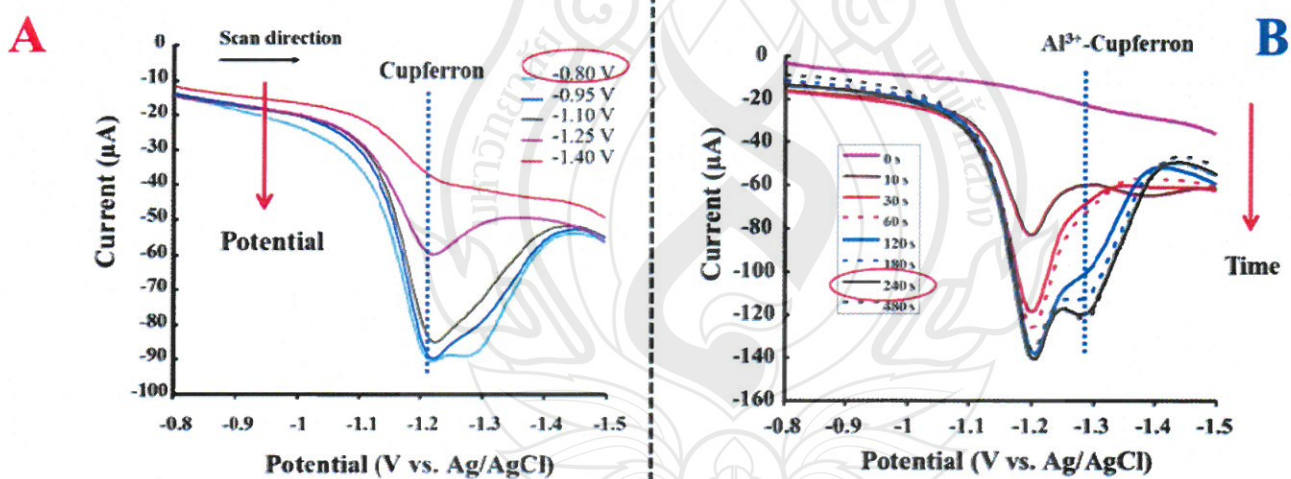
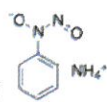
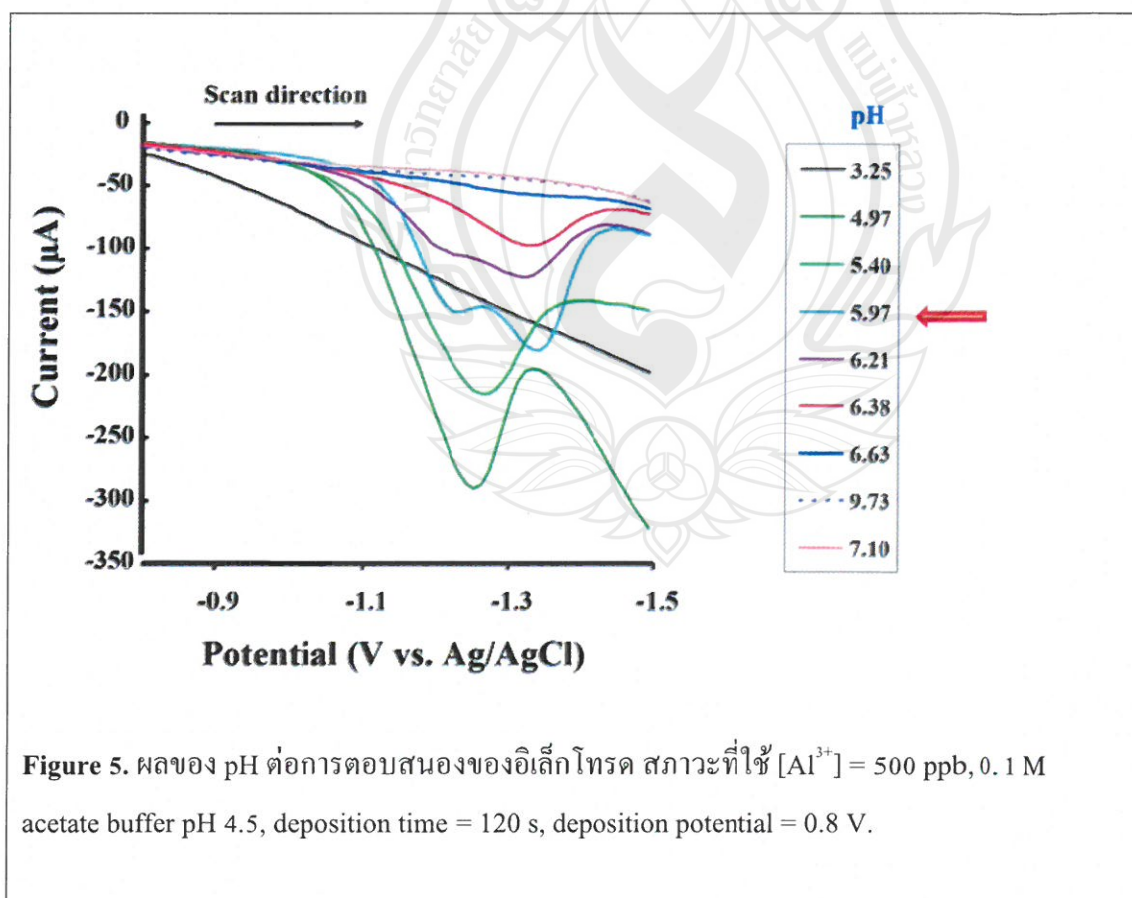


Figure 4. ผลของ deposition potential และ deposition time ต่อการตอบสนองของอิเล็กโทรด สภาวะที่ใช้ $[\text{Al}^{3+}] = 500$ ppb, 0.1 M acetate buffer pH 4.5,



จากโครงสร้างของ cupferron [48] (Nc1ccccc1[N+](=O)[O-]) ค่าความเป็นกรด-เบสหรือ pH ของสารละลายต้องมีผลต่อการมีประจุของ cupferron และส่งผลต่อความสามารถในการจับกับอะลูมิเนียมและ cupferron จากผลการทดลองใน Fig. 5 จะเห็นว่า peak ของสารประกอบเชิงซ้อนจะปรากฏเมื่อ pH อยู่ระหว่าง 5.97-6.38 โดย pH = 5.97 ให้ค่า peak สูงสุด เมื่อค่า pH อยู่ในช่วง 5.97-6.38 จะปรากฏเพียง peak ของ cupferron เท่านั้นทั้งนี้ค่า pH ที่เหมาะสมของ cupferron ในการจับกับโลหะแต่ละชนิดย่อมแตกต่างกันขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของโลหะ ความเข้มข้นของ cupferron และค่า ionic strength ของสารละลายด้วย ดังปรากฏในผลงานตีพิมพ์อื่นๆ ที่รายงานสภาวะที่เหมาะสมของการใช้ cupferron เพื่อหาปริมาณโลหะเช่น Cu(II), Fe(III), Sn(IV) ในภาวะที่มีความเป็นกรดสูง [48] สำหรับอะลูมิเนียมมีรายงานการใช้ cupferron ที่สภาวะความเป็นกรดอ่อน [48] โดยที่ไม่ได้ระบุ pH ที่แน่ชัด ทั้งนี้แม้ว่า cupferron จะนิยมใช้ในการจับกับโลหะหลายชนิดแต่ข้อมูลเกี่ยวกับสารประกอบเชิงซ้อนของ Cupferron-Al³⁺ ไม่มีรายงานมากนัก ส่วนที่มีรายงานจะเป็นการรายงานการใช้ cupferron ในการสกัดอะลูมิเนียมเพื่อ preconcentrate สารตัวอย่างก่อนนำมาวิเคราะห์ทดสอบ



อัตราส่วนของ Al^{3+} ต่อ cupferron มีผลต่อการจับกันเพื่อเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่สามารถ oxidize ได้นับอิเล็กโทรด ดังแสดงใน Fig. 6 เมื่ออัตราส่วนของ Al^{3+} ต่อ cupferron เป็น 1:1 และ 1:2 และ 1:15 ไม่ปรากฏ peak ของสารประกอบเชิงซ้อนขึ้น แต่เมื่อ อัตราส่วนของ Al^{3+} ต่อ cupferron เป็น 1:30 จึงเริ่มปรากฏ peak ของสารประกอบเชิงซ้อนขึ้นเล็กน้อย peak ของสารประกอบเชิงซ้อนเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของ cupferron มากขึ้นจนถึงอัตราส่วน 1:200 ทั้งนี้ ค่า peak ของสารประกอบเชิงซ้อนลดลงเมื่อ อัตราส่วนของ Al^{3+} ต่อ cupferron เป็น 1:300 และ 1:400 ค่าอัตราส่วนที่ได้สูงกว่าค่า ligand ต่อ metal ที่มีรายงานก่อนหน้านี้สำหรับ uranium ซึ่งเป็นโลหะที่มีค่าประจุและศักย์ไฟฟ้ารีดักชันใกล้เคียงอะลูมิเนียม [47, 49, 50] หรือ ligand ต่อ metal ตัวอื่นเช่น Cu(II) [51] หรือ Zn(II) [52] เป็นต้น ทั้งนี้เป็นไปได้ว่าเมื่อจำนวนของ cupferron น้อย การจับกันของ cupferron และ Al^{3+} มีไม่มากพอหรือมีการจับกันมากพอแต่การเปลี่ยนแปลง energy level ในระดับนอกสุดของของสารประกอบเชิงซ้อนยังไม่มากพอที่จะทำให้เกิดการ oxidize ในช่วงศักย์ไฟฟ้าที่กำหนดได้ อย่างไรก็ตามเมื่อมี cupferron จำนวนมากเกินไปกลับทำให้เกิดการขัดขวางการยึดเกาะของสารประกอบเชิงซ้อนบนอิเล็กโทรด (พื้นผิวของอิเล็กโทรดถูกคลุมด้วย cupferron ทำให้เหลือพื้นที่ผิวน้อยลงให้สารประกอบเชิงซ้อนเข้ายึดเกาะ) และเกิดการขัดขวางการแพร่ของสารประกอบเชิงซ้อนออกจากอิเล็กโทรดในช่วง oxidation อัตราส่วนของ cupferron ต่อโลหะ มีผลทำให้ reduction และ oxidation mechanism ของสารประกอบเชิงซ้อนเปลี่ยนไป ดังมีรายงานใน uranium-cupferron complex [50]

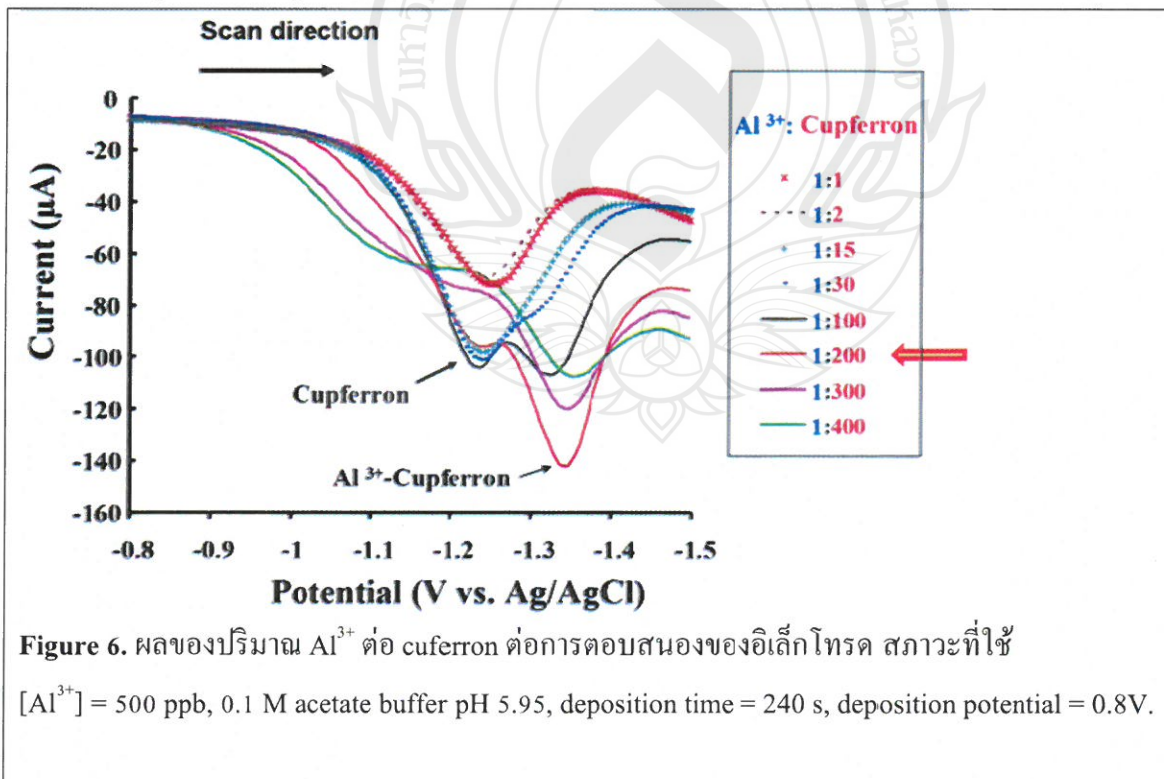


Fig. 7A แสดงค่า stripping voltammograms ของสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมและ cupferron ค่า linear response ของอิเล็กโทรดที่เตรียมได้ (กราฟแทรก) อยู่ในช่วง 50-800 ppb ($R^2 = 0.995$, $N = 5$, $S/N = 4$, $Sd = 3\%$, Fig. 7B) ค่าที่ได้ ได้จากการเตรียมอิเล็กโทรดในสภาวะที่ใกล้เคียงสภาวะที่เหมาะสมที่สุด (pH = 6.12, deposition time = 240 s, deposition potential = 0.8 V, Al^{3+} : Cupferron = 1: 200) ทั้งนี้ค่าใน calibration graph ได้หักค่า background current จาก cupferron ออกแล้ว ค่า linear response ที่ได้ถ้าเทียบกับวิธีการอื่นถือว่าช่วง linear response ที่กว้างและอยู่ในช่วงส่วนใหญ่ในพื้นหลังส่วน ถือว่าวิธีการวัดที่พัฒนาขึ้นได้ผลเป็นที่น่าพอใจ อย่างไรก็ตามค่า detection limit จากการวัดนี้ยังไม่ต่ำมากพอเพราะมีค่า background current ที่ค่อนข้างสูงจาก cupferron และ Nafion film ที่ปกคลุมอิเล็กโทรดอยู่ อย่างไรก็ตามการคลุมอิเล็กโทรดด้วย Nafion จะมีประโยชน์เมื่อใช้อิเล็กโทรดที่เตรียมขึ้นในการวัดตัวอย่างจริงที่มี matrix หรือ interference ที่มีประจุลบในสารละลาย

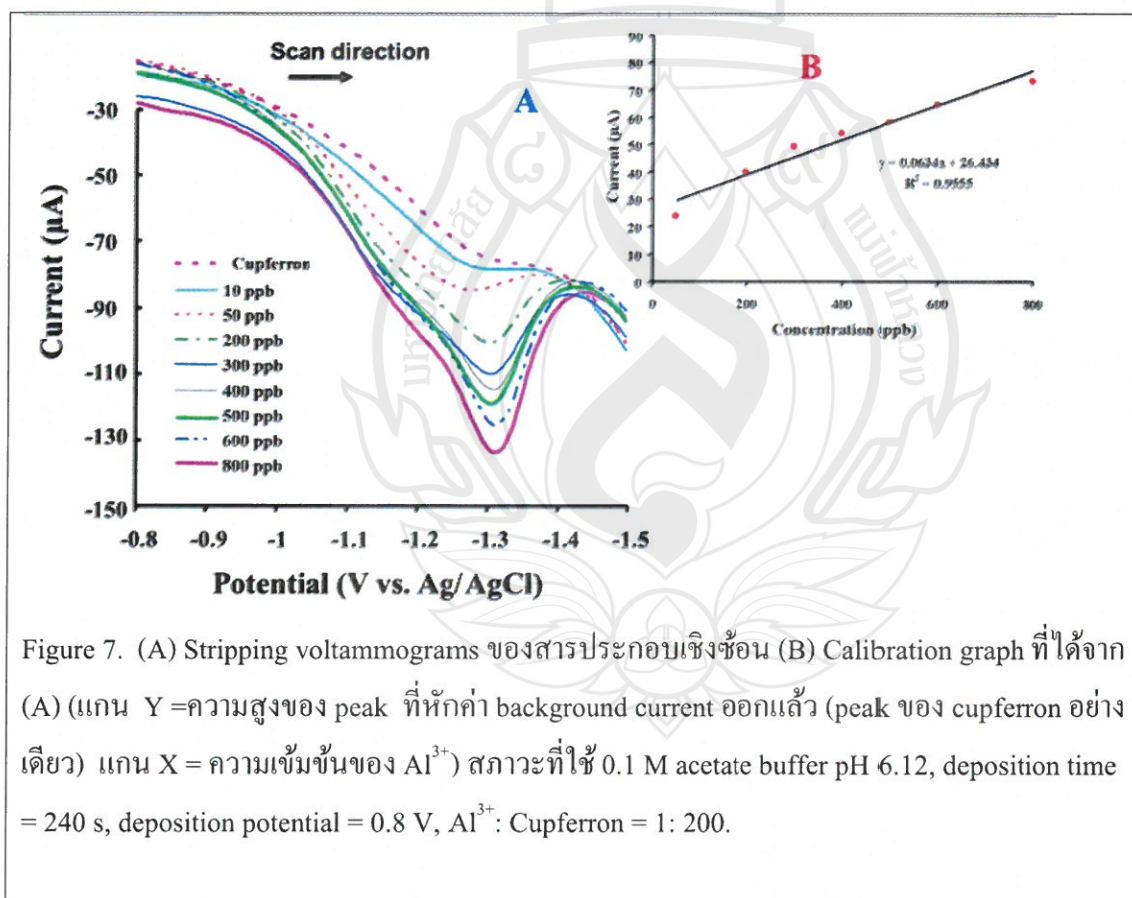
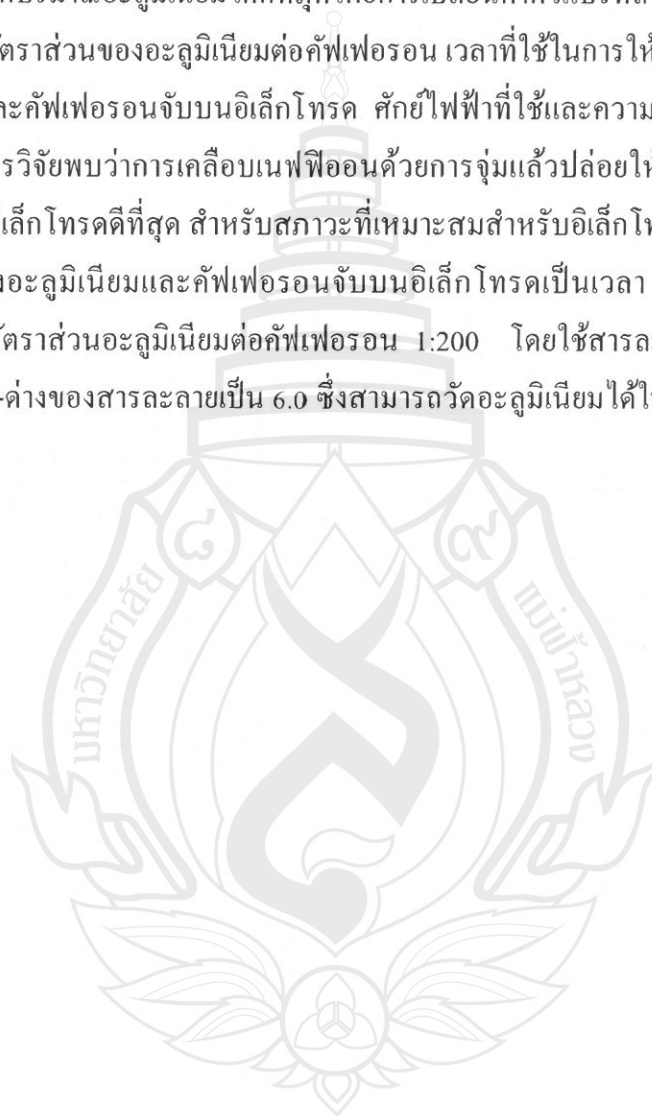


Figure 7. (A) Stripping voltammograms ของสารประกอบเชิงซ้อน (B) Calibration graph ที่ได้จาก (A) (แกน Y = ความสูงของ peak ที่หักค่า background current ออกแล้ว (peak ของ cupferron อย่างเดียว) แกน X = ความเข้มข้นของ Al^{3+}) สภาวะที่ใช้ 0.1 M acetate buffer pH 6.12, deposition time = 240 s, deposition potential = 0.8 V, Al^{3+} : Cupferron = 1: 200.

บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

คณะผู้วิจัยสามารถเคลือบบิสมัทฟิล์มลงบนคาร์บอนอิเล็กโทรด ศึกษาคุณสมบัติที่สำคัญเบื้องต้นทางเคมีไฟฟ้าของอิเล็กโทรด และใช้อิเล็กโทรดที่เตรียมได้ในการวัดปริมาณ อะลูมิเนียมในสารละลายมาตรฐาน วิธีสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีได้ถูกใช้ในการหาสภาวะที่เหมาะสมที่อิเล็กโทรดที่เตรียมขึ้นจะวัดปริมาณอะลูมิเนียมได้ดีที่สุดโดยการเปลี่ยนค่าตัวแปรที่สำคัญต่างๆ เช่น วิธีการเคลือบเนฟฟิออน อัตราส่วนของอะลูมิเนียมต่อคัพเฟอร์อน เวลาที่ใช้ในการให้สารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมและคัพเฟอร์อนจับบนอิเล็กโทรด ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้และความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ผลจากการวิจัยพบว่า การเคลือบเนฟฟิออนด้วยการจุ่มแล้วปล่อยให้แห้งเป็นการเคลือบเนฟฟิออนที่ให้ผิวอิเล็กโทรดดีที่สุด สำหรับสภาวะที่เหมาะสมสำหรับอิเล็กโทรดคือการให้สารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียมและคัพเฟอร์อนจับบนอิเล็กโทรดเป็นเวลา 240 วินาที ที่ ศักย์ไฟฟ้า -0.8 โวลต์ ในอัตราส่วนอะลูมิเนียมต่อคัพเฟอร์อน 1:200 โดยใช้สารละลายอะซีเตตบัฟเฟอร์ที่มีความเป็นกรด-ด่างของสารละลายเป็น 6.0 ซึ่งสามารถวัดอะลูมิเนียมได้ในช่วง 50-800 ส่วนในพันล้านส่วน (ppb)

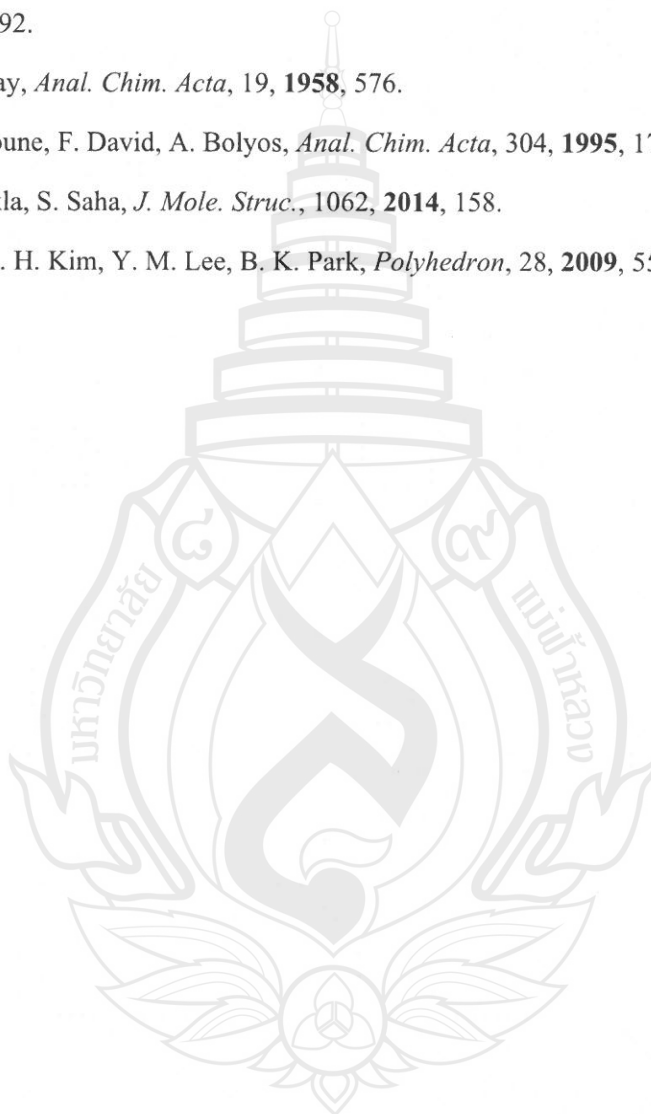


เอกสารอ้างอิง

1. N. N. Greenwood and A. Earnshaw, "Chemistry of the Elements," 2nd Ed., Elsevier, Madras, 1997.
2. J. Tria, E. C.V. Butler, P. R. Haddad, A. R. Bowie, *Anal. Chim. Acta*, 588, **2007**, 153.
3. C. Poschenrieder, B. Gunse, I. Corrales, J. Barcelo, *Sci. Tot. Env.*, 400, **2008**, 356.
4. P. F. Good, C. W. Olanow, D. P. Perl, *Brain Res.*, 593, **1992**, 343.
5. S. W. King, J. Savory, M. R. Willis, *Crit. Rev. Clin. Lab. Sci*, 13, **1981**, 1.
6. I. S. Parkinson, M. K. Ward, *J. Clin. Pathol.*, 34, **1981**, 1285.
7. M. R. Wills, J. Savory, *Lancet*, **1983**, 29.
8. H. Sang, P. Liang, D. Du, *J. Harz. Mat.* , 176, **2010**, 901.
9. B. Bocca, A. Alimonti, F. Petrucci, N. Violant, G. Sancesario, G. Forte, O. Senofonte, *Spectrochmi. Acta B*, 59, **2004**, 559.
10. S. Polizzi, E. Pira, M. Ferrara, M. Bugiani, A. Papaleo, R. Albera, S. Palmi, *Neur, Toxicol.*, 23, **2002**, 761.
11. K. Popinska, J. Kierkuo, M. Lyszkowska, J. Socha, E. Pietraskex, W. Kmiolek, J. Ksiazek, *Nutrition*, 15, **1999**, 683.
12. N.B. Roberts, A. Clough, J.P. Bellia, J.Y. Kim, *J. Inorg. Biochem*, 69, **1998**, 171.
13. A. Sanz-Medel, A.B. Soldado-Cabezuelo, R. Milacic, T. Bantan-Polak, *Coord. Chem. Rev.*, 228, **2002**, 373.
14. H. Lian, Y. Kang, S. Bi, Y. Arkin, D. Shao, D. Li, Y. Chen, L. Dai, N. Gan, L. Tian, *Talanta*, 62, **2004**, 43.
15. S.H. Sutheimer, S.E. Cabaniss, *Anal. Chim. Acta*, 303, **1995**, 211.
16. G. Albendin, M. P. Manuel-vez, C. Moreno, M. R. Garcia-Vargas, *Talanta*, 60, **2003**, 425.
17. C.M. G. van den Berg, K. Murpy, J. P. Riley, *Anal. Chim. Acta*, 188, **1986**, 177.
18. G.S. P. Ritchie, A. M. Posner, I. M. Ritchie, *Anal. Chim. Acta*, 117, **1980**, 233.
19. J. Liu, S. P. Bi, L. Yang, X.D. Gu, P. J. Ma, N. Gan, X. L. Wang, X. F. Long, F. P. Zhang, *Analyst*, 127, **2002**, 1657.
20. Q. T. Cai, S. B. Khoo, *Anal. Chim. Acta*, 276, **1993**, 99.

21. N. Abo El-Maali, D. Abd El-Hady, M. Abd El-Hamid, M. M. Seliem, *Anal. Chim. Acta*, 417, **2000**, 67.
22. P. Akhtar, H.A. Devereaux, A.J. Downard, B. O'Sullivan and K.J. Powell, *Anal. Chim. Acta*, 381, **1999**, 49.
23. J.W. Di, S.P. Bi, T.Y. Yang and M. Zhang, *Sens. Actuators B*, 99, **2004**, 468.
24. G. Chen, S.P. Bi, L.M. Dai, M. Cao, Y.J. Chen and X.S. Wang, *Anal. Lett.*, 32, **1999**, 865.
25. C. Locatelli, *Electroanalysis*, 15, **2003**, 1397.
26. J. Wang, P.A.M. Farias, J.S. Mahmoud, *Anal. Chim. Acta*, 172, **1985**, 57.
27. A. Komersova, M. Bartos, K. Kalcher and K. Vytras, *Collect. Czech. Chem. Commun.*, 66, **2001**, 456.
28. C.M.G. van den Berg, K. Murphy, J.P. Riley, *Anal. Chim. Acta*, 188, **1986**, 177.
29. J. Wang, J. Lu, R. Setiadji, *Anal. Chim. Acta*, 172, **1985**, 57.
30. M. Karpiuk, M. Politowicz, E. Stryjewska and S. Rubel, *Fresenius' J. Anal. Chem.* 351, **1995**, 693.
31. N. Abo El-Maali, Y.M. Temerk and M. Sh-Abd El-Aziz, *Anal. Chim. Acta*, 353, **1997**, 313.
32. A. Lo Balbo, V. Campo Dall'Orto, S. Sobral and I. Rezzano, *Anal. Lett.*, 31, **1998**, 2717.
33. A. J. Bard and L. R. Faulkner, "Electrochemical Methods: Fundamentals and Application," 2nd Ed., John Wiley & Sons, New York, 2001.
34. J. Emsley, "Nature's Building Blocks," Oxford University Press, New York, 2001.
35. J. Wang, J. Lu, S.B. Hocevar, P.A.M. Farias and B. Ogorevc, *Anal. Chem.*, 72, **2000**, 3218.
36. A. Krolicka, R. Pauliukaite, I. Svancara, R. Metelka, A. Bobrowski, E. Norkus, K. Kalcher and K. Vytras, *Electrochem. Commun.*, 4, **2002**, 193.
37. G. Kefala, A. Economou, A. Voulgaropoulos and M. Sofoniou, *Talanta*, 61, **2003**, 603.
38. M. Morfobos, A. Economou and A. Voulgaropoulos, *Anal. Chim. Acta*, 519, **2004**, 57.
39. L. Lin, N.S. Lawrence, S. Thongngamdee, J. Wang and Y. Lin, *Talanta*, 65, **2005**, 144.
40. E. Chatzitheodorou, A. Economou and A. Voulgaropoulos, *Electroanalysis*, 16, **2004**, 1745.
41. L. Lin, S. Thongngamdee, J. Wang, Y. Lin, O.A. Sadik and S.Y. Ly, *Anal. Chim. Acta*, 535, **2005**, 9.
42. A. Economou, *Trends. Anal. Chem.*, 24, **2005**, 334.
43. D. Demetriades, A. Economou, A. Voulgaropoulos, *Anal. Chim. Acta*, 519, **2004**, 167.

44. Z. Guo, F. Feng, Y. Hou, *Talanta*, 65, **2005**, 1052.
45. J. Wang, J. Lu, U. Kirgoz, U.A. Hoceva, *Anal. Chim. Acta*, 434, **2001**, 29.
46. E. A. Hutton, B. Ogorevc, S. B. Hocevar, F. Weldon, J. Wang, *EChem.Comm.*, 3, **2001**, 707.
47. J. Wang, R. Setiadji, *Anal. Chim. Acta*, 264, **1992**, 205.
48. K. L. Cheng, K. Ueno, T. Imamura, "CRC Handbook of Organic Analytical Reagents," 2 ed.; CRC Press: New York, 1992.
49. A. K. Majumdar, C. Ray, *Anal. Chim. Acta*, 19, **1958**, 576.
50. M. Paneli, H. Ouguenoune, F. David, A. Bolyos, *Anal. Chim. Acta*, 304, **1995**, 177.
51. B. Kharediya, M. Shukla, S. Saha, *J. Mole. Struc.*, 1062, **2014**, 158.
52. H. Kwak, S. H. Lee, S. H. Kim, Y. M. Lee, B. K. Park, *Polyhedron*, 28, **2009**, 553.



ประวัตินักวิจัย

1. ชื่อ - สกุล

(ภาษาไทย) ประจักษ์ อินแก้ว

(ภาษาอังกฤษ) Prachak Inkaew

2. รหัสบัตรประจำตัวประชาชน

3 6409 00309 39 2

3. ตำแหน่งปัจจุบัน หน่วยงานที่อยู่ติดต่อได้สะดวก หมายเลขโทรศัพท์ โทรสาร และ E-mail address

อาจารย์ประจำ สำนักวิชาวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

อ. เมือง จ. เชียงราย 57100

Tel. (053) 91-6788 (093) 157-8445

Fax. (053) 916776

E-mail : prachak.ink@mfu.ac.th

4. ประวัติการศึกษา

B.S. (Chemistry), The University of Kansas, 2002

Ph. D (Chemistry), Texas Tech University, 2008

5. ประวัติการทำงาน

Research Assistant, The University of Kansas, 2000-2001

Research Assistant & Teaching Assistant, Texas Tech University, 2002-2008

6. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) ระบุสาขาวิชาการ

Analytical chemistry, Electrochemistry, Surface Science, Nanomaterials

7. ประวัติการนำเสนอผลงานวิจัยทั้งภายในและภายนอกประเทศ โปรระบุชื่อเรื่องของผลงาน ชื่อการประชุม สถานที่ วัน เวลา ตามระบบสากล

Poster Presentation

P. Inkaew and C. Korzeniewski, "Effects of Defects on CO Electrooxidation on Pt(111) and Pt(100) Single-Crystal Electrodes," Gordon Conference in Electrochemistry, 2007. Ventura, California, U.S.A.

P. Inkaew and C. Korzeniewski, "Electrocatalysis of O₂ on PtCo and PtV Catalysts for Fuel Cell Applications," Pittsburgh Conference, 2006. Orlando, Florida, U.S.A.

P. Inkaew and T. Kuwana, "Investigation of Mono- and Bivalent Ions Partitioning into Ultra Micro Carbon Fiber Electrodes," Research Experience for Undergraduates (REU), 2000. The University of Kansas, Lawrence, Kansas, U.S.A.

Oral Presentation

P. Inkaew and C. Korzeniewski, "CO Monolayer Oxidation at Pt(100) Probed by Potential Step Measurements in Comparison to Pt(111) and Pt Nanoparticle Catalyst," The 63rd Southwest Regional Meeting of the American Chemical Society, 2007. Lubbock, Texas, U.S.A.

P. Inkaew and C. Korzeniewski, "Platinum Single Crystal Electrodes as Standards in the Study of Small Molecule Electrocatalytic Reactions," Pittsburgh Conference, 2007. Chicago, Illinois, U.S.A.

W. Zhou, C. Korzeniewski, P. Inkaew, "Electrochemical Studies of Carbon Monoxide Oxidation on Platinum and Platinum Based Fuel Cell Catalysts," The 60th Southwest Regional Meeting of the American Chemical Society, 2004. Austin, Texas, U.S.A.

C. Korzeniewski, G. Vijayaraghvan, W. Zhou, L. Gao, P. Inkaew, "Strategies for Probing Pathways in the Electrochemical Oxidation of Methanol and Related Small Molecules at

Nanometer-Scale Metal Catalysts,” The 225th American Chemical Society National Meeting, 2003. New Orleans, Louisiana, U.S.A.

T. Kuwana, R. S. Kelly, B. D. Coleman, T. Huang, P. Inkaew, “Electrochemical Flow Injection Analysis Study of Ion Partitioning at High Surface Area Carbon Fiber Electrodes,” The 220th American Chemical Society National Meeting, 2000. Washington, D.C., U.S. A.

8. ประวัติการเผยแพร่ผลงานวิจัย ทั้งภายในและภายนอกประเทศ โปรดระบุชื่อเรื่องผลงาน ชื่อวารสาร ตามระบบสากล

P. Inkaew and C. Korzeniewski, “Kinetic Studies of Adsorbed CO Electrochemical Oxidation on Pt(335) at Full and Sub-Saturation Coverages,” *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **2008**, 25, 3655-3661.

P. Inkaew., W. Zhou, C. Korzeniewski, “CO Monolayer Oxidation at Pt(100) Probed by Potential Step Measurements in Comparison to Pt(111) and Pt Nanoparticle Catalyst,” *J. Electroanal. Chem.*, **2008**, 614, 93-100.

R. S. Kelly, B. D. Coleman, T. Huang, P. Inkaew, T. Kuwana, “Electrochemical Flow Injection Analysis Study of Ion Partitioning at High Surface Area Carbon Fiber Electrodes,” *Anal. Chem.*, **2002**, 74, 6364-6369.

ประวัตินักวิจัย

1. ชื่อ-สกุล

(ภาษาไทย) พรรณรวี พรหมนารถ

(ภาษาอังกฤษ) Phunrawie Promnart

2. รหัสประจำตัวนักวิจัยแห่งชาติ (ถ้ามี)

3. ตำแหน่งปัจจุบัน

อาจารย์

4. หน่วยงานที่อยู่ติดต่อได้สะดวกพร้อมหมายเลขโทรศัพท์โทรสารและ E-mail

สำนักวิชาวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

ด.ท่าสุต อ. เมือง จ. เชียงราย 57100

โทรศัพท์ 0-5391-6793 โทรสาร 0-5391-6776

Email: phunrawie@mfu.ac.th

5. ประวัติการศึกษา

B.Sc (Chemistry), มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 1996

Ph.d (Inorganic Chemistry), Birkbeck University of London, 2002.

6. ผลงานวิจัยที่ได้รับการเผยแพร่แล้วจากการทำวิจัยเพื่อวิทยานิพนธ์

1. Peter J. Heard, **PhunrawieSroisuwana**, and Derek A. Tocher, *Polyhedron*, 2003, **22**, 1321 – 1327.
2. Peter J. Heard, Paul M. King, **PhunrawieSroisuwana**, Nikolas Kaltsoyannis, *Polyhedron*, 2003, **22**, 3371 - 3378.

7. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) ระบุสาขาวิชาการSpectroscopic Characterization; Organometallic Compounds