

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ข
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ช
อักษรย่อและสัญลักษณ์	ณ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	1
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย	2
บทที่ 2 ทบทวนเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย	4
3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทำวิจัย	4
3.2 สารเคมี	4
3.3 ระเบียบวิธีวิจัยของการวิเคราะห์ไนโตรเจน	5
3.3.1 การวิเคราะห์ไนโตรเจนที่วิเคราะห์ด้วยการเติม mediator ของสารละลาย $K_4Fe(CN)_6$	5
3.3.2 การวิเคราะห์ไนโตรเจนที่วิเคราะห์บนขั้วไฟฟ้าเสถียรที่ตรึงด้วยอนุภาคทองขนาดนาโน	7
3.4 ระเบียบวิธีวิจัยของการวิเคราะห์ไนเตรต	9
3.4.1 การศึกษาผลจากการเร่งปฏิกิริยาของ $CuSO_4$ ต่อไนเตรต	9
3.4.2 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ไนเตรตด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า	10
3.4.3 ศึกษาหาความสัมพันธ์ของช่วงที่เป็นเส้นตรงของไนเตรตด้วยเทคนิคสแควเวฟทางเคมีไฟฟ้า	11
3.4.4 การประยุกต์วิเคราะห์ไนเตรตในน้ำดื่มตัวอย่าง 3 ตัวอย่างและการหาเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ	11
บทที่ 4 ผลการวิจัย	13
4.1 การวิเคราะห์ไนโตรเจน	13
4.1.1 การวิเคราะห์ไนโตรเจนโดยการเติม mediator ของสารละลาย $K_4Fe(CN)_6$	13
4.1.2 การวิเคราะห์ไนโตรเจนบนขั้วไฟฟ้าเสถียรที่ตรึงอนุภาคทองขนาดนาโน	17
4.2 การวิเคราะห์ไนเตรต	24
4.2.1 ผลจากการเร่งปฏิกิริยาของ $CuSO_4$ ต่อไนเตรต	24

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.2 ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ไนเตรทด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า	24
4.2.3 ศึกษาหาความสัมพันธ์ของช่วงที่เป็นเส้นตรงของไนเตรทด้วยเทคนิคสแควเวฟทางเคมีไฟฟ้า	28
4.2.4 การประยุกต์วิเคราะห์ไนเตรทในน้ำดื่มตัวอย่าง 3 ตัวอย่างและเปอร์เซ็นต์การคืนกลับของการวิเคราะห์ไนเตรท	29
บทที่ 5 อภิปรายผล บทสรุปและข้อเสนอแนะ	30
5.1 สรุปผลการวิจัย	30
5.1.1 การวิเคราะห์ไนเตรท	30
5.1.2 การวิเคราะห์ไนเตรท	30
5.2 ข้อเสนอแนะ	31
เอกสารอ้างอิง	35
ภาคผนวก	34
การเผยแพร่ 1	34
การเผยแพร่ 2	51
ประวัติผู้วิจัย	62

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
1.1 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
3.1 ปริมาตรของสารละลายไนไตรท์ที่ความเข้มข้นต่างกันใน $K_4Fe(CN)_6$ mediator	6
4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสรีดักชันเฉลี่ยของไนไตรท์ ร่วมกับฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 7.5 และมี $K_4[Fe(CN)_6]$ เป็น mediator ที่ศักย์ไฟฟ้าต่างๆ ตั้งแต่ -0.3 ถึง 0.3 โวลต์	17
4.2 ผลของกระแสพื้นของอิเล็กโทรไลต์ที่มีในสารละลายที่ประกอบด้วย mediator ต่อศักย์ไฟฟ้า	18
4.3 ปริมาณของไนไตรท์ในน้ำผลไม้ตัวอย่าง และเปอร์เซ็นต์การคืนกลับของการวิเคราะห์	25
4.4 ปริมาณของไนไตรท์ในน้ำดื่มตัวอย่าง และเปอร์เซ็นต์การคืนกลับของการวิเคราะห์	31

สารบัญภาพ

ภาพ	หน้า
4.1 สีของสารละลายที่ได้จากการเติมสารละลายตามตารางที่ 3.1 หลังตั้งทิ้งไว้ 30 นาที	15
4.2 แอมเปอร์โรแกรมของการเติมสารละลายไนไตรท์จำนวน 3 ครั้ง ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (pH 7.5) ที่มี $K_4Fe(CN)_6$ ความเข้มข้น 0 มิลลิโมลาร์ (—) 9.68 มิลลิโมลาร์ (---) 19.06 มิลลิโมลาร์ (.....) และ 28.15 มิลลิโมลาร์ (— ·) ให้ศักย์ไฟฟ้าที่ 0.00 โวลต์ ภาพแทรกแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ $K_4Fe(CN)_6$ เทียบกับ กระแสเฉลี่ยรีดักชันของไนไตรท์ (n=3)	16
4.3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสรีดักชันเฉลี่ยของไนไตรท์ เทียบกับศักย์ไฟฟ้า ที่ต่างๆ กัน ตั้งแต่ -0.3 ถึง 0.3 โวลต์ ในระบบที่มี $K_4Fe(CN)_6$ เป็น mediator	17
4.4 แอมเปอร์โรแกรมของไนไตรท์ เมื่อเติม 0.1 โมลาร์ สารละลายไนไตรท์ ในปริมาตร ที่ต่างกัน คิดเป็นความเข้มข้นสุดท้ายของไนสารละลายได้เป็น 0.47 มิลลิโมลาร์ ถึง 65 มิลลิโมลาร์ ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.0 โวลต์	18
4.5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไนไตรท์ (4.5 มิลลิโมลาร์ ถึง 65.5 มิลลิโมลาร์) กับกระแสรีดักชันที่ได้จากภาพที่ 4.4	19
4.6 ภาพ SEM ของ (A) ITO และ (B) AuNPs/ITO โดยตรึงอนุภาคทองคำนาโนด้วยเทคนิค ไชคลิกโวลแทมเมตรี	19
4.7 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมการตรึงอนุภาคทองคำในสารละลาย 10 ppm $HAuCl_4$ บนขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอด จำนวนรอบการสแกน 1 รอบ (—) และ 10 รอบ (.....)	20
4.8 สควแควโวลแทมโมแกรมของ 0 มิลลิโมลาร์ (— ·) และ 1.5 มิลลิโมลาร์ (---) (—) และ (.....) ไนไตรท์ในสารละลาย 0.05 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 4.0 ตรวจวัดโดยใช้ขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอดเปลือย (— ·) และ (---) และขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอด ที่ตรึงด้วยอนุภาคทองคำนาโน (—) และ (.....)	21
4.9 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของ 0 มิลลิโมลาร์ (—) และ 1 มิลลิโมลาร์ (.....) ไนไตรท์ในสารละลายอิเล็กโตรไลต์ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.05 โมลาร์ pH 2.0 (A) pH 3.0 (B) pH 4.0 (C) pH 5.0 (D) pH 6.0 (E) pH 7.0 (F) pH 8.0 (G) และ pH 9.0 (H) โดยใช้ขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอดที่ดัดแปรด้วยอนุภาคทองคำนาโน ที่อัตราสแกน 0.05 โวลต์/วินาที	22
4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงกระแสแอนอนิกของสารละลาย 1 มิลลิโมลาร์ ไนไตรท์ เทียบกับค่า pH ของสารละลายอิเล็กโตรไลต์ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ จาก pH ที่ 2.0 ถึง 9.0	23
4.11 สควแควโวลแทมโมแกรมของสารละลาย 0.9 มิลลิโมลาร์ ไนไตรท์ในสารละลาย ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 4.0 โดยตั้ง amplitude ที่มีค่าต่างกัน 2 ค่าคือ 0.025 โวลต์ และ 0.05 โวลต์	23
4.12 สควแควโวลแทมโมแกรมของ 0.9 มิลลิโมลาร์ ไนไตรท์ ในสารละลายฟอสเฟต บัฟเฟอร์ pH 4.0 โดยให้ค่าของ increasing potential ต่างๆ 0.001 0.003 และ 0.005 โวลต์	24

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า
4.13 สแควเวฟโวลแทมโมแกรมของไนเตรทที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0 ถึง 2.5 มิลลิโมลาร์ (a ถึง k) ภาพแทรกแสดงช่วงที่เป็นเส้นตรงที่พลอตระหว่างกระแสออกซิเดชันเทียบกับความเข้มข้นของไนเตรท	25
4.14 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของอิเล็กโทรไลต์ (0.1 โมลาร์ Na ₂ SO ₄ (pH 2.0)) เติมสารละลาย 4.13 มิลลิโมลาร์ ไนเตรท ในอิเล็กโทรไลต์ เมื่อเติม และไม่เติมสารละลาย 4.13 มิลลิโมลาร์ ไนเตรทในอิเล็กโทรไลต์ที่มี 4.13 มิลลิโมลาร์ CuSO ₄ ตรวจวัดด้วยขั้วไฟฟ้าเสถียรที่ไมผ่าน (ก) และผ่าน (ข) การเผาอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	26
4.15 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของ 4.13 มิลลิโมลาร์ ไนเตรท ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 4.13 มิลลิโมลาร์ CuSO ₄ ที่ละลายอยู่ใน 0.1 โมลาร์ Na ₂ SO ₄ (pH 2.0) ตรวจวัดด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเสถียรที่ไมผ่าน (อุณหภูมิห้อง) และผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 100 200 300 และ 400 องศาเซลเซียส ที่อัตราการสแกน 0.1 โวลต์ต่อวินาที ภาพแทรกเป็นความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิเทียบกระแสรีดักชันจาก ไชคลิกโวลแทมโมแกรม	27
4.16 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของ 4.13 มิลลิโมลาร์ ไนเตรท ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 0.1 โมลาร์ Na ₂ SO ₄ (pH 2.0) และ 4.13 มิลลิโมลาร์ CuSO ₄ ที่ตรวจวัดด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเสถียรที่ผ่านการเผาอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ในเวลาของการเผาต่างๆ (30 60 90 และ 120 นาที) ที่อัตราการสแกน 0.1 โวลต์ต่อวินาที	28
4.17 ภาพ SEM ของเสถียรคาร์บอน (ก) ที่ไม่ได้ผ่าน และ (ข) ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง	28
4.18 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของไนเตรทความเข้มข้น 4.13 มิลลิโมลาร์ ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ของ CuSO ₄ ความเข้มข้น 4.13 มิลลิโมลาร์ ที่ละลายอยู่ใน Na ₂ SO ₄ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ปรับ pH ให้ต่างกันคือ pH 2.0 ถึง pH 5.0 ตรวจวัดด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนเสถียรที่เผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส อัตราการสแกน 0.1 V/s ภาพแทรกเป็นความสัมพันธ์ระหว่าง pH ของอิเล็กโทรไลต์ และกระแสรีดักชันจากไชคลิกโวลแทมโมแกรม	29
4.19 (ก) สแควเวฟโวลแทมโมแกรมของสารละลายที่ไม่มี และมีสารละลายไนเตรทความเข้มข้น 1.5 มิลลิโมลาร์ ในอิเล็กโทรไลต์ Na ₂ SO ₄ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ pH 2.0 ที่เติม CuSO ₄ ความเข้มข้นต่างกัันดังนี้ 0.00 0.49 2.40 4.69 6.88 และ 8.97 มิลลิโมลาร์ ตามลำดับ (ข) ผลความสัมพันธ์ระหว่างกระแสรีดักชันกับความเข้มข้น CuSO ₄ จากภาพ (ก)	30
4.20 (ก) สแควเวฟโวลแทมโมแกรมของไนเตรทที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.005-6.3 มิลลิโมลาร์ ในอิเล็กโทรไลต์ 0.1 โมลาร์ Na ₂ SO ₄ pH 2.0 ที่เติม 7 มิลลิโมลาร์ CuSO ₄ (ข) ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสกับความเข้มข้นของไนเตรท	30

อภิธานศัพท์

สัญลักษณ์	หมายถึง
Au	ทอง (gold)
μ A	ไมโครแอมแปร์ (microampere)
μ L	ไมโครลิตร (microliter)
μ M	ไมโครโมลาร์ (micromolar)
$^{\circ}$ C	องศาเซลเซียส (degree celsius)
E	ศักย์ไฟฟ้า (potential)
g	กรัม (gram)
h	ชั่วโมง (hour)
i	กระแส (current)
L	ลิตร (liter)
LOD	ขีดจำกัดในการตรวจวัด (limits of detection)
M	โมลาร์ (molar)
min	นาที (minute)
mL	มิลลิลิตร (milliliter)
nA	นาโนแอมแปร์ (nanoampere)
nm	นาโนเมตร (nanometer)
R ²	สัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรง (correlation coefficient)
s	วินาที (second)
S/B	สัญญาณต่อกระแสปื้น (signal to background ratio)
SEM	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนกำลังขยายสูง (scanning electron microscopy)
V	โวลต์ (volt)