บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. UV-Vis spectrophotometer (JASCO V-650)
2. Potentiostat “910 PSTAT mini” (Metrohm Autolab)
3. เครื่องชั่งละเอียด ทศนิยม 2 ตำแหนง และ 4 ตำแหนง
4. เครื่องตรวจวัดค่าความเป็นกรด เบส (pH meter)
5. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 25, 50, 100, 250 และ 500 ลูกบาศก เซนติเมตร
6. เครื่องแกวพื้นฐานที่มีในหองปฏิบัติการ เชน ขวดรูปชมพู บีกเกอร แทงแกวคน
7. ขวดแกวสีชาแบบมีฝา

3.2 สารเคมี

1. ไอรอน (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดต (Iron (II) sulfate heptahydrate: $FeSO_4{\cdot}7H_2O$)
2. คอปเปอร (II) ซัลเฟต
3. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid: HCl 37 %, Grade AR)
4. น้ำกลั่นปราศจากไอออน (Deionized water)
5. วัตถุดิบ
    a. ใบกระเพรา
    b. ใบสาระแหน
    c. ใบมะขามแก่
    d. ผลเชอรรี่ไทย
    e. ผลแอปเปิลเขียว
    f. ผลฝรั่ง
    g. ผลมะนาว
    h. ผลพุทรา
    i. ผลส้มเขียวหวาน
    j. ผลสับปะรด

3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.3.1 การเตรียมสารสกัดจากพืช (เช่น ผลเชอรรี่ ใบกระเพราและใบสะระแหน)

นำพืชตัวอย่างมาล้างด้วยน้ำประปา 2 ครั้งและล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน 2 ครั้งเพื่อทำความสะอาด จากนั้นนำไปผึ่งเพื่อให้น้ำแห้ง หลังจากนั้นชั่งสารตัวอย่าง เช่น ใบกระเพราจำนวน 12 กรัม ใส่ในบีกเกอรและเติมน้ำปราศจากไอออน 50 ลูกบาศกเซนติเมตร ต้มในภาชนะปิดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำสารที่ต้มไปกรองด้วยสำลี ก่อนเก็บไว้ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคขนาดระดับนาโนเมตรต่อไป

3.3.2 การสังเคราะห์คอปเปอร์และเหล็กที่มีขนาดอนุภาคขนาดระดับนาโนเมตร

การสังเคราะหคอปเปอรขนาดระดับนาโนจากสารสกัดผลเชอรรี่สามารถทำได้โดยการปิเปตสารสกัดจากผลเชอรี่ไทยปริมาตร 5 มิลลิลิตรเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนอีก 5 มิลลิลิตรเติม จากนั้นค่อยๆเติมคอปเปอร(II) ซัลเฟต ประมาณ 0.1596 กรัม เติมลงในสารสกัดดังกล่าวพร้อมทั้งทำการกวนแบบอัตโนมัติด้วยแทงแมเหล็กบนเตาโดยให้ความร้อนที่มีการควบคุมอุณหภูมิที่ 25 องศาเซลเซียส 30 องศาเซลเซียส 50 องศาเซลเซียส 80 องศาเซลเซียส 100 องศาเซลเซียส และ 130 องศาเซลเซียส ตามลำดับ จนสารละลายเกิดตะกอนจากนั้นทิ้งให้เย็นแล้วรีบนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องมือ UV-Vis spectrophotometer (ชวงความยาวคลื่น 400 – 800 นาโนเมตร) ตรวจวัดคากระแสไฟฟาดวยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี วัดอุณหภูมิ และคาความเปนกรด-ดาง ตรวจวัดคาการดูดกลืนแสงดวย

นอกจากนี้ยังทำการทดลองเปรียบเทียบกับสารละลายสารสกัดจากผลเชอรี่ที่เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออน สารละลายที่มีการเติมคอปเปอร(II) ซัลเฟตเริ่มต้นก่อนนำไปเพิ่มอุณหภูมิ และสารละลายคอปเปอร(II) ซัลเฟตอีกด้วย

การสังเคราะหเหล็กที่มีอนุภาคานาโนสามารถทำได้ในลักษณะเดียวกันโดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายไอรอน (II) ซัลเฟต 0.1 โมลาร โดยชั่งไอรอน (II) ซัลเฟต 0.695 กรัม เติมน้ำปราศจากไอออนใสขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ลูกบาศกเซนติเมตร เปรียบเทียบกับการเตรียมสารละลายไอรอน (II) ซัลเฟต 0.1 โมลารละลายในกรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมลาร ปริมาตร 1 ลูกบาศกเซนติเมตร เติมน้ำปราศจากไอออนใสขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ลูกบาศกเซนติเมตร

การสังเคราะหเหล็กจากสารสกัดใบกะเพราและใบสะระแหนเริ่มจากเตรียมบีกเกอรทั้งหมด 4 ใบโดย บีกเกอรใบที่ 1 ใสสารสกัดใบกะเพราและสารละลายไอรอน (II) ซัลเฟต 0.1 โมลาร (อัตราสวน 5:1) บีกเกอรใบที่ 2 ใสสารสกัดใบกะเพราและสารละลายไอรอน (II) ซัลเฟต 0.1 โมลาร ละลายในกรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมลาร ปริมาตร 1 ลูกบาศกเซนติเมตร (อัตราสวน 5:1) บีกเกอรใบที่ 3 ใสสารสกัดใบสะระแหนและสารละลายไอรอน (II) ซัลเฟต 0.1 โมลาร (อัตราสวน 5:1) บีกเกอรใบที่ 4 ใสสารสกัดใบสะระแหนและสารละลายไอรอน (II) ซัลเฟต 0.1 โมลาร ละลายในกรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมลาร ปริมาตร 1 ลูกบาศกเซนติเมตร (อัตราสวน 5:1) นำไปทดสอบความเปนกรด – เบส (pH) ทดสอบคุณลักษณะและองคประกอบด้วยเทคนิค UV-Vis Spectroscopy โดยทำการกรองสารละลายไอรอน (II) ซัลเฟต ที่สังเคราะหได้จากบีกเกอรที่ 1 ไปกรองด้วยกระดาษ Whatman No. 1 และเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนอัตราสวน 1:199 กลั้วคิวเวทตด้วยสารละลายไอรอน (II) ซัลเฟต ที่สังเคราะหได้จากบีกเกอรต่างๆ ใสในชองใสตัวอยางของเครื่องยูวี หาคาการดูดกลืนแสงสูงสุดและวิเคราะหผล

ทดสอบคุณลักษณะและองคประกอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry

เปดโปรแกรม PSTAT mini ในคอมพิวเตอร จากนั้นตั้งคาพารามิเตอรดังนี้ ศักยไฟฟาเริ่มตน (initiation potential) -1.1 V ศักยไฟฟาสิ้นสุด (end potential) +1.1 V ศักยไฟฟาแตละขั้น (step potential) 0.005 V อัตราเปลี่ยนศักยไฟฟา (scan rate) 0.05 Vs^{-1} จากนั้นหยดเหล็กที่สังเคราะหจากบีกเกอรที่ 1 ลงบนขั้วไฟฟาทำงานปริมาตร 50 ไมโครลิตร กดรัน ที่ตัวโปรแกรมคอมพิวเตอร จะตั้งคาใหแสกน 3 ครั้ง ซับสารออกจากขั้วดวยทิชชู นำขอมูลจากการตรวจวัดที่ไดทั้งหมดมาพล็อตกราฟลงในโปรแกรม excel

3.3.3 การเตรียมขั้วไฟฟฟ้า

1. นำแผ่น PVC ตัดให้ได้ขนาดตาม Screen – printed Block ใช้ทิชชูชุบ Ethyl Alcohol เช็ดทำความสะอาด

2. นำแผ่น PVC มาวางบนแท่น เพื่อให้ Screen – printed Block แนบติดแน่นกับแผ่น PVC

3. วาง Screen – printed Block วางลงบนแผ่น PVC เพื่อ Screen Electrode

3.1 Screen ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง โดยใช้ Silver/Silver Chloride (Ag/AgCl)

3.1.1 ป้ายสาร Silver/Silver Chloride ink ลงบน Screen – printed Blockจากนั้นใช้ไม้ปาดกดลงบน Block และเลื่อนลงมาจนสุด Block

3.1.2 นำแผ่น PVC ที่ Screen ด้วย Silver/Silver Chloride เข้าตู้อบ ที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส ประมาณ 60 นาที

3.2.3 จากนั้นนำแผ่น PVC มา Screen Silver/Silver Chlorideทับลงอีกครั้งเพื่อให้สารติดทั่วถึง ก่อนทำซ้ำในขั้นตอนที่ 3.1.2 อีกครั้ง

3.2.4 ใช้ทิชชูเช็ดEthyl Alcohol และ Acetone ทำความสะอาด Screen – printed Block และไม้ปาดทุกครั้งหลังการใช้งาน

3.2 Screen ขั้วไฟฟ้าทำงาน และขั้วไฟฟ้าช่วย โดยใช้ Graphite nano-powder และ Carbon ink

ในการทดลองใช้อัตราส่วน Graphite powder 0.8 g : carbon ink 4 g : 60 หยดของตัวทำละลายผสม (Food Control Volume 31, Issue 1, May 2013, Pages 14–21)

3.2.1 ป้ายหมึก Carbon ที่ผสมตามอัตราส่วนด้านบนลงบน Screen – printed Block จากนั้นใช้ ไม้ปาดกดลงบน Block และเลื่อนลงมาจนสุด Block

จากนั้นทำซ้ำตามข้อ 3.1.2 – 3.1.4 Screen – printed Block วางลงบนแผ่น PVC เพื่อ Screen insulator

3.3 Screen Insulator โดยใช้ Diethylene glycol monobutyl ether and Ethylene glycol monobutyl ether acetate

- ป้ายสาร Insulator ที่ลงบน Screen – printed Block จากนั้นใช้ ไม้ปาดกดลงบน Block และเลื่อนลงมาจนสุด Block ทำทั้งหมด 5 แผ่น

- นำแผ่น PVC ที่ Screen Insulator เข้าตู้อบ อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส ประมาณ 30-60 นาที
- Screen – printed Block และไม้ปาด ใช้ทิชชูเช็ดทำความสะอาดด้วย Ethyl Alcohol และ Acetone ทุกครั้งหลังการใช้งาน

เมื่อ Screen – printed Electrode แห้งเก็บรักษาในถุงซิปล็อค ใส่ในโถดูดความชื้น