

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

2.1 เครื่องมือ และสารเคมี

2.1.1 เครื่องมือ

- 1) เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง (precision balance) pioneer balances บริษัท ohaus corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 2) เครื่องกวนสารและให้ความร้อน (hot plate & stirrer) รุ่น HTS-1003 บริษัท harmony จัดจำหน่ายโดย บริษัท laboratory & medical supplies
- 3) เครื่องเขย่าด้วยคลื่นความถี่สูง (ultrasonic cleaner) รุ่น CT-406 บริษัท CT brand
- 4) เครื่องเหวี่ยงสาร (centrifuge) รุ่น PLC-012 บริษัท gemmy industrial corporation ประเทศไต้หวัน
- 5) เครื่องอัลตราไวโอเลตและวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer) รุ่น lambda 25 บริษัท perkin elmer instrument
- 6) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิวอีมิชชัน (field emission scanning electron microscope; FE-SEM) รุ่น JEOL JSM-6335F บริษัท oxford instrument
- 7) อุปกรณ์วิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (energy dispersive X-ray spectroscopy) บริษัท oxford instrument
- 8) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope) รุ่น JEM-2010 บริษัท oxford instrument
- 9) เครื่องโพเทนชิโอมิเตอร์ (potentiometer) พร้อมโปรแกรม Echem V.2.0.13 โดยประกอบไปด้วย 3 ขั้วไฟฟ้า คือ ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode; RE) Ag/AgCl ขั้วไฟฟ้าช่วย (auxillary electrode; AE) จากเส้นลวดแพลทินัม และขั้วไฟฟ้าทำงาน (working electrode; WE) ชนิด glassy carbon

2.1.2 สารเคมี

- 1) ซิลเวอร์ไนเตรท (silver nitrate; AgNO_3) เกรด ACS reagent (assay $\geq 99.8\%$) มวลโมเลกุล 169.87 กรัมต่อโมล บริษัท sigma-aldrich
- 2) ไฮโดรเจนเตตระคลอโรออเรตไตรไฮเดรต (hydrogentetrachloroaurate (III) hydrate; $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) เกรดสำหรับการสังเคราะห์ มวลโมเลกุล 339.78 กรัมต่อโมล จากบริษัท strem chemicals
- 3) เฮกซะคลอโรแพลทินิกโฟแอสซิดเฮกซะไฮเดรต (hexachloroplatinic (IV) acid hexahydrate; $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เกรดสำหรับการสังเคราะห์ มวลโมเลกุล 517.9 กรัมต่อโมล จากบริษัท merck schuchardt ประเทศเยอรมนี
- 4) โซเดียมซิเตรทไตรเบสิกไดไฮเดรต (sodium citrate tribasic dihydrate; $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เกรด ACS reagent (assay $\geq 99.0\%$) มวลโมเลกุล 294.10 กรัมต่อโมล บริษัท sigma-aldrich
- 5) โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (sodium borohydride; NaBH_4) เกรด reagent (assay $\geq 97.0\%$) มวลโมเลกุล 37.83 กรัมต่อโมล บริษัท asia pacific specialty chemical limited
- 6) ไฮดรอกซิลามีนไฮโดรคลอไรด์ (hydroxylamine hydrochloride; $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) (assay $\geq 96.0\%$) มวลโมเลกุล 69.49 กรัมต่อโมล บริษัท carlo erba
- 7) กรดแอสคอร์บิก (ascorbic acid; $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) เกรด reagent มวลโมเลกุล 176.13 กรัมต่อโมล บริษัท merck

2.2 การเตรียมอนุภาคนาโนผสมของเงิน ทองคำ และแพลทินัม

2.2.1 การเตรียมอนุภาคนาโนเงิน

ทำการเตรียมอนุภาคนาโนเงินตามวิธีของ Chen และ คณะ [16] โดยนำสารละลายซิลเวอร์ไนเตรท ความเข้มข้น 1.00 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 250 มิลลิลิตร มาควนด้วยเครื่องกวนสารที่อุณหภูมิห้อง แล้วเติมสารละลายโซเดียมซิเตรทไตรเบสิกไดไฮเดรต 38.80 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร พร้อมทั้งกวนสารอย่างต่อเนื่อง จากนั้นค่อยๆ หยดสารละลายโซเดียมโบโรไฮไดรด์ ความเข้มข้น 112.00 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 5 มิลลิลิตร จากสารละลายที่ไม่มีสีจะเปลี่ยนเป็นสีเหลืองใส หลังจากนั้น ทำการแยกตะกอนโดยเครื่องเหวี่ยงตะกอน นำอนุภาคนาโนเงินทั้งหมดที่ได้ผสมกับน้ำปราศจากไอออน โดยจะมีปริมาตรรวมสุดท้ายเป็น 62.5 มิลลิลิตร นำไปเก็บไว้ที่อุณหภูมิต่ำก่อนนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป

2.2.2 การเตรียมนุภาคนาโนทองคำ

อนุภาคนาโนทองคำถูกเตรียมด้วยวิธีของ Frens และ คณะ [17] โดยปีเปตสารละลายไฮโดรเจนเตตระคลอโรออร์เตไตรไฮเดรต 1% ปริมาตร 0.50 มิลลิลิตร ผสมกับน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 50 มิลลิลิตร ให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนสารละลาย แล้วเติมสารละลายไซเดียมไซเตรทไตรเบสิกโคไฮเดรต 1% ปริมาตร 2.50 มิลลิลิตร กวนสารละลายและให้ความร้อนอย่างต่อเนื่อง โดยให้อุณหภูมิอยู่ที่ประมาณ 97-100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที จากสารละลายสีเหลืองใสจะกลายเป็นสีแดง จากนั้นหยุดให้ความร้อนพร้อมทั้งกวนสารละลายต่อไปอีก 15 นาที หลังจากนั้น ตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิของสารละลายที่ได้ใกล้เคียงกับอุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำไปหมุนเหวี่ยงที่ 4500 รอบต่อนาที เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง นำอนุภาคนาโนทองคำที่ตกตะกอนทั้งหมดที่ได้ผสมกับน้ำปราศจากไอออน โดยจะมีปริมาตรรวมสุดท้ายเป็น 25 มิลลิลิตร เก็บไว้ในที่อุณหภูมิต่ำ

2.2.3 การเตรียมนุภาคนาโนแพลทินัม

เตรียมนุภาคนาโนแพลทินัมตามเอกสารอ้างอิง [20] โดยจะนำสารละลายเฮกซะคลอโรแพลทินิกโฟแอซิดเฮกซะไฮเดรต ความเข้มข้น 1.00 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 3.46 มิลลิลิตร ไปกวนด้วยเครื่องกวนสารที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นเติมสารละลายกรดแอสคอร์บิก ความเข้มข้น 100.00 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 3.46 มิลลิลิตร แล้วกวนสารละลายต่อเนื่องเป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากสารละลายสีเหลืองใสกลายเป็นสีน้ำตาลใส หลังจากนั้นนำไปหมุนเหวี่ยงที่ 4500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำอนุภาคนาโนแพลทินัม ที่ตกตะกอนทั้งหมดที่ได้ผสมกับน้ำปราศจากไอออน โดยจะมีปริมาตรรวมสุดท้ายเป็น 10 มิลลิลิตร นำไปเก็บไว้ในที่อุณหภูมิต่ำ

2.2.4 การเตรียมนุภาคนาโนผสมของเงินและทองคำ

อนุภาคนาโนผสมของเงินและทองคำ (Ag/Au) จะถูกเตรียมขึ้นด้วยวิธีของ Cui และ คณะ [29] ซึ่งมีการปรับเปลี่ยนเล็กน้อยจากเอกสารอ้างอิง [77] โดยนำอนุภาคนาโนเงินที่เตรียมได้จากข้อ 2.2.1 ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ไปกวนด้วยเครื่องกวนสารที่อุณหภูมิห้อง แล้วเติมสารละลายไฮโดรเจนเตตระคลอโรออร์เตไตรไฮเดรต ความเข้มข้น 4.65×10^{-4} โมลาร์ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และสารละลายไฮดรอกซิลามีนไฮโดรคลอไรด์ ความเข้มข้น 6.25 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร พร้อมๆกัน โดยใช้หลอดหยดแยกกัน สารละลายจากสีเหลืองใสจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินอมม่วง กวนสารละลายต่อเนื่องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปหมุนเหวี่ยงที่ 4500 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อแยกสารละลายกับอนุภาคที่ตกตะกอนออก

จากกัน นำอนุภาคนาโนผสมของ Ag/Au ที่ตกตะกอนทั้งหมดที่ได้ผสมกับน้ำปราศจากไอออน โดยจะมีปริมาตรรวมสุดท้ายเป็น 50 มิลลิลิตร นำไปเก็บไว้ที่อุณหภูมิตำ่ก่อนนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป

2.2.5 การเตรียมอนุภาคนาโนผสมของเงิน ทองคำ แพลทินัม

อนุภาคนาโนผสมของเงิน ทองคำ และแพลทินัม (Ag/Au/Pt) จะทำการเตรียมตามเอกสารอ้างอิง [20] ซึ่งมีการปรับเปลี่ยนจากวิธีของ Frens และ คณะ [17] เล็กน้อย โดยนำอนุภาคนาโนผสมของ Ag/Au ที่เตรียมไว้ ใส่ในขวดรูปชมพู่ 4 ขวด ขวดละ 10 มิลลิลิตร กวนด้วยเครื่องกวนสารที่อุณหภูมิห้อง แล้วเติมสารละลายเฮกซะคลอโรแพลทินิกโฟแอซิดเฮกซะไฮเดรต ความเข้มข้น 1.00 มิลลิโมลาร์ โดยมีการเติมสารละลายเฮกซะคลอโรแพลทินิกโฟแอซิดเฮกซะไฮเดรตที่ปริมาตรแตกต่างกัน คือ 1.15 2.50 3.46 และ 4.62 มิลลิลิตร ลงไปในขวดรูปชมพู่ทั้ง 4 ขวดตามลำดับ จากนั้นเติมสารละลายกรดแอสคอร์บิก ความเข้มข้น 100.00 มิลลิโมลาร์ โดยจะมีการเติมสารละลายกรดแอสคอร์บิกที่แตกต่างกันคือ เติมปริมาตร 1.15 2.50 3.46 และ 4.62 มิลลิลิตร ลงไปในแต่ละขวดตามลำดับ กวนสารละลายต่อเนื่องประมาณ 10 ชั่วโมง สารละลายจากที่มีสีน้ำเงินอมม่วงจะเปลี่ยนเป็นสีดำ หลังจากนั้นนำไปหมุนเหวี่ยงที่ 4500 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำอนุภาคนาโนผสมของ Ag/Au/Pt ที่ตกตะกอนทั้งหมดที่ได้ผสมกับน้ำปราศจากไอออน เก็บไว้ในหลอดเซนตริฟิวก์ 4 หลอดตามลำดับ โดยแต่ละหลอดจะมีปริมาตรรวมสุดท้ายเป็น 10 มิลลิลิตร นำไปเก็บไว้ที่อุณหภูมิต่ำ เพื่อนำไปใช้ในการตรวจสอบลักษณะเฉพาะต่อไป

2.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนผสมของเงิน ทองคำ และแพลทินัม

2.3.1 การศึกษาสมบัติทางแสง (optical property)

อนุภาคนาโนที่เตรียมได้จะถูกศึกษาสมบัติทางแสง ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิลลิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์รุ่น lambda 25 ที่ความยาวคลื่นช่วง 200 ถึง 800 นาโนเมตร เตรียมตัวอย่างโดยการนำอนุภาคนาโนที่อยู่ในน้ำปราศจากไอออนใส่ลงในคิวเวทที่ทำจากควอตซ์ แล้วนำไปตรวจวัดการดูดกลืนแสงเพื่อหาความยาวคลื่นสูงสุด [9]

2.3.2 การศึกษาลักษณะสัณฐาน (morphology)

ทำการศึกษาพื้นผิวของอนุภาค การกระจายตัว รูปร่าง และขนาดอย่างละเอียดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านรุ่น JEM-2010 ที่กำลังขยาย 300,000 และ 500,000 เท่า เตรียมตัวอย่างโดยการนำอนุภาคนาโนที่อยู่ในน้ำปราศจากไอออนไปหยดให้กระจายตัวบนกริด (grid) ทองแดงที่เคลือบด้วยคาร์บอน แล้วทิ้งไว้ให้แห้ง [9, 37]

2.3.3 การศึกษาองค์ประกอบทางเคมี (chemical composition)

ทำการศึกษาองค์ประกอบโดยใช้เครื่องตรวจวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ติดตั้งอยู่ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านรุ่น JEM-2010 ซึ่งการเตรียมตัวอย่างเช่นเดียวกับข้อ 2.3.2 คือ หยดอนุภาคนาโนที่อยู่ในน้ำปราศจากไอออนให้กระจายตัวบนกริดทองแดงที่เคลือบด้วยคาร์บอน แล้วทิ้งไว้ให้แห้ง [9, 37]

นอกจากนี้ยังทำการศึกษาองค์ประกอบโดยใช้เครื่องตรวจวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ติดตั้งอยู่ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรุ่น JEOL JSM-6335F เตรียมตัวอย่างโดยนำอนุภาคนาโนที่อยู่ในน้ำปราศจากไอออนหยดลงบนเทปทองแดงที่มีเทปคาร์บอนติดด้านล่างซึ่งยึดติดไว้กับแท่งทองเหลือง (stub) แล้วทิ้งสารละลายตัวอย่างให้แห้งจากนั้นนำมาฉาบด้วยคาร์บอน [39]

2.4 การศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยา (catalytic property)

ไซคลิกโวลแทมเมตรีเป็นเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้าที่ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการศึกษาปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าในสารละลาย เช่น ในสารละลายเมทานอล โดยการให้ศักย์ไฟฟ้า (potential, E) ไปข้างหน้าและย้อนกลับแก่ขั้วไฟฟ้าทำงานที่จุ่มอยู่ในสารละลายที่นิ่ง (ไม่มีการคนสารละลาย) สารละลายรอบๆ จะเกิดปฏิกิริยาและถ่ายโอนอิเล็กตรอน (electron transfer) บนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าทำงาน นั่นคือ มีการให้และรับอิเล็กตรอนทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าไหลผ่านขั้วไฟฟ้าทำงานและตรวจวัดกระแสไฟฟ้า (current, i) ที่เกิดขึ้น จะได้ไซคลิกโวลแทมโมแกรมระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ ซึ่งไซคลิกโวลแทมโมแกรมที่ได้นี้เป็นพิกสัมพันธ์กับความเข้มข้นที่ผิวขั้วไฟฟ้า โดยเริ่มต้นทั่วทั้งสารละลายจะมีความเข้มข้นเท่ากันหมด เมื่อมีการสแกนไปทางค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นบวก (หรือการให้ศักย์ไฟฟ้าไปข้างหน้า) จนถึงศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและให้แอนอดิกพีด การดูดซับของสารละลายเมทานอลบนผิวขั้วไฟฟ้าทำงานจะให้กระแสไฟฟ้าสูงขึ้น (เมื่อสแกนซ้ำ) เนื่องจากมีสารไปดูดซับบนผิวขั้วไฟฟ้าทำให้มีความเข้มข้นสารที่ผิวขั้วไฟฟ้าสูงขึ้นจึง

ให้กระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น และเมื่อมีการสแกนไปทางค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นลบ (หรือการให้ศักย์ไฟฟ้าย้อนกลับ) จะเกิดปฏิกิริยารีดักชันและให้แคโทดิกพีค ความเข้มข้นที่ผิวขั้วไฟฟ้าลดลง สารที่อยู่รอบนอกซึ่งมีความเข้มข้นมากกว่าจะเคลื่อนที่เข้าไปรอบๆ ผิวขั้วไฟฟ้า [72]

ทำการศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยาสำหรับออกซิเดชันของเมทานอล โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีซึ่งวิธีการมีดังนี้

2.4.1 การเตรียมสารผสมท่อนานาโนคาร์บอน (carbon nanotube) และอนุภาคนาโน

2.4.1.1 การเตรียมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 7 ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ โดยชั่งไคโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4) ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ มา 1.742 กรัม แล้วนำไปละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และชั่งโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($KHPO_4$) ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ มา 1.361 กรัม แล้วนำไปละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้น นำสารละลายทั้งสองมาผสมกัน

2.4.1.2 การเตรียมสารละลาย 0.5% แนฟฟิออน โดยบีเบต 10% แนฟฟิออน มาปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่เตรียมได้จากข้อ 2.4.1.1 ปริมาตร 9.5 มิลลิลิตร และเขย่าสารให้กระจายตัวโดยใช้เครื่องเขย่าด้วยคลื่นความถี่สูง

2.4.1.3 การเตรียมสารผสมท่อนานาโนคาร์บอนและอนุภาคนาโน โดยนำท่อนานาโนคาร์บอน 1 กรัม เติมลงในสารผสมของกรดซัลฟิวริกและไนตริก (ที่อัตราส่วนของซัลฟิวริกต่อไนตริกเป็น 3:1 ปริมาตรรวมคือ 40 มิลลิลิตร) แล้วนำมากวนด้วยเครื่องกวนสารที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลาประมาณ 4 ชั่วโมง จากนั้น นำท่อนานาโนคาร์บอนที่อยู่ในสารผสมไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยผ่านการกรองจนกระทั่งมีค่า pH อยู่ที่ประมาณ 7 แล้วจึงนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้น ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง [78] แล้วชั่งท่อนานาโนคาร์บอนที่ได้มา 0.0034 กรัม ผสมกับอนุภาคนาโนที่เตรียมได้ปริมาตร 2 มิลลิลิตร นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าด้วยคลื่นความถี่สูง เป็นเวลาประมาณ 10 นาที แล้วกวนด้วยเครื่องกวนสารที่อุณหภูมิห้องอย่างต่อเนื่อง ประมาณ 10 ชั่วโมง จากนั้น นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 90 องศา-

เซลเซียส แล้วทิ้งให้เย็นจึงนำมาเติมสารละลายแวนไฟออนความเข้มข้น 0.5% ปริมาตร 544 ไมโครลิตร และสารละลายฟอสเฟตบัพเฟอร์ 544 ไมโครลิตร ผสมสารให้เข้ากัน จะได้สารผสมท่อนาโนคาร์บอนและอนุภาคนาโน [20]

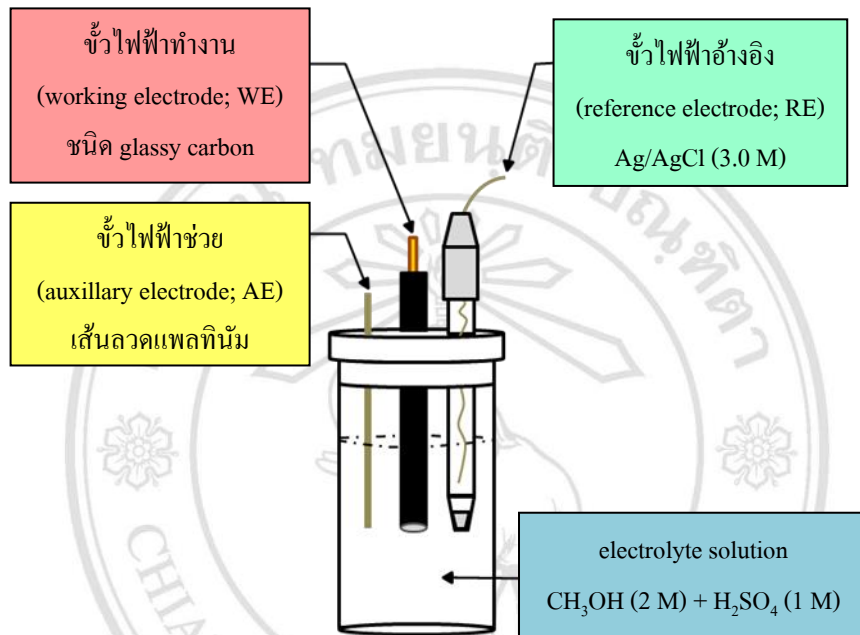
2.4.2 การเตรียมศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยาสำหรับออกซิเดชันของเมทานอล

2.4.2.1 การเตรียมสารละลายเมทานอล ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ในสารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ (สารละลายอิเล็กโทรไลต์) โดยปีเปตกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 98% ปริมาตร 27.06 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วทำการปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ จากนั้น ปีเปตเมทานอลมา 20.23 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วทำการปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ จะได้สารละลายเมทานอล ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ในสารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์

2.4.2.2 การเตรียมสารผสมท่อนาโนคาร์บอนและอนุภาคนาโนให้ฉาบบนผิวขั้วไฟฟ้าทำงาน โดยขัดผิวหน้าขั้วไฟฟ้าทำงานชนิด glassy carbon และล้างให้สะอาดด้วยเอทานอล ความเข้มข้น 95% แล้วทิ้งไว้ให้แห้ง จากนั้น นำสารผสมท่อนาโนคาร์บอนและอนุภาคนาโนที่เตรียมได้จากข้อ 2.4.1 ไปเขย่าโดยเครื่องเขย่าด้วยคลื่นความถี่สูง เป็นเวลาประมาณ 10 นาที แล้วปีเปตสารผสมท่อนาโนคาร์บอนและอนุภาคนาโนมา ปริมาตร 20 ไมโครลิตร หยดลงบนผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงาน ทิ้งไว้ให้แห้ง ประมาณ 40 นาที จะได้สารผสมท่อนาโนคาร์บอนและอนุภาคนาโนฉาบบนผิวขั้วไฟฟ้าทำงานที่เรียบเสมอกัน แต่ถ้าหากเกิดการแยก หรือฉาบไม่ทั่วผิวขั้วไฟฟ้าให้ทำการฉาบใหม่

2.4.2.3 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับตรวจสอบการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของเมทานอลด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี โดยติดตั้งขั้วไฟฟ้าทำงานชนิด glassy carbon ที่ผ่านการฉาบสารผสมท่อนาโนคาร์บอนและอนุภาคนาโนที่ผิวหน้าแล้ว ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง Ag/AgCl และขั้วไฟฟ้าช่วย (เส้นลวดแพลทินัม) ลงในสารละลายเมทานอล ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ในกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 1 โมลาร์ (ที่เตรียมได้จากข้อที่ 2.4.2.1) ดังภาพที่ 2.1 และใส่แก๊สออกซิเจน โดย

ปล่อยไนโตรเจนแก๊สในภาชนะของสารละลาย แล้วทำการตรวจสอบการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของเมทานอล ด้วยเครื่องโพเทนชิโอมิเตอร์ พร้อมโปรแกรม EChem V.2.0.13 โดยเลือกโหมดเป็นเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ตั้งค่าอัตราการสแกนที่ 50 มิลลิโวลต์ต่อวินาที และช่วงสแกนศักย์ไฟฟ้า 0 ถึง 1000 มิลลิโวลต์ [20]



ภาพที่ 2.1 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับตรวจสอบการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของเมทานอลด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved