

## Abstract (Thai)

การพัฒนาความก้าวหน้าของเทคนิคเคมีไฟฟ้า 3 เทคนิค ได้แก่ (1) scanning electrochemical microscopy (SECM), (2) electrochemical scanning tunneling microscopy (EC-STM) และ (3) macro- and microelectrode (trace) voltammetry คือ เป้าหมายของโครงการ TRF-BRG นี้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งการประยุกต์ใช้ไมโครอิเล็กโทรดปลายเข็มของ SECM และ EC-STM ในการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคโวลแทมเมตรี การประยุกต์ใช้เซ็นเซอร์ เซลล์เคมีไฟฟ้า และ/หรือ กระบวนการตรวจสอบแบบต่างๆ เพื่อเพิ่มความสะดวก เพิ่มประสิทธิภาพ และเพิ่มความน่าเชื่อถือมากยิ่งขึ้น.

สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณของ นิกเกิลไอออน ( $\text{Ni}^{2+}$ ) ในระดับความเข้มข้น ppb ในสารละลายนั้นสามารถใช้เทคนิควิธีสตริบิงโวลแทมเมตรีภายใต้ศักย์ไฟฟ้าต่ำ ซึ่งเป็นการสะสมนิกเกิลไอออนที่ขั้วไฟฟ้าใช้งาน และเทคนิคเอนไซม์กลูโคสออกซิเดสไบโอเซนเซอร์ ซึ่งเป็นการวิเคราะห์การยับยั้งเอนไซม์ที่เกิดจากนิกเกิลไอออน ด้วยขั้วไฟฟ้าใช้งานแพลทินัม (Pt working electrode) ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดมิลลิเมตร แม้ว่าการวัดปริมาณความเข้มข้นของโลหะหนักที่เป็นพิษนิกเกิลไอออนที่มีการละลายออกมาจากผิวของโลหะผสม Ni/Ti ในตัวอย่างวัสดุที่ใช้ในทางการแพทย์ โดยใช้เครื่อง SECM ในการวัดร่วมกับเซนเซอร์ขนาดจุลภาคยังไม่สัมฤทธิ์ผล แต่เครื่องมือสำหรับการทำหัตถตรวจสอบหรือเซนเซอร์ของเคมีไฟฟ้าที่ได้ถูกปรับแต่งขึ้นมา ทั้งในส่วนของโลหะ (ทังสเตน) และแกรไฟต์ (ไส้ดินสอด) นั้นจะเป็นลักษณะปลายแหลม ซึ่งโครงสร้างและรูปร่างของเซนเซอร์ที่ได้มีความเหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ในการเป็นหัตถตรวจสอบของ STM และ EC-STM.

และในที่นี่ได้มีการสร้างจนสำเร็จทั้งในด้านการพัฒนาการวิเคราะห์ความไวต่อตัวอย่างยาปฏิชีวนะด้วยเทคนิคแอมเพโรเมทรี, เทคนิคโรโบติกโวลแทมเมตรีในไมโครไดเตอร์เพลต 24 หลุม ใช้ร่วมกับเซ็นเซอร์ท่อนาโนคาร์บอน (carbon nanotube-based sensors), สายนำไฟฟ้าทองแดงเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานของออกซิเดสไบโอเซนเซอร์ที่เหมาะสมในการตรวจวัดในกระแสแคโทดิกของ  $\text{H}_2\text{O}_2$ , และสามอิเล็กโทรดขนาดเล็กที่ง่ายและประหยัด เพื่อใช้งานกับการวิเคราะห์โวลแทมเมตรีเพื่อหาสารจากนิกเกิลน้อยปริมาตร 15 ไมโครลิตร. การบรรลุเป้าหมายของโครงการนี้ได้มีการเผยแพร่สิ่งพิมพ์ 3 ฉบับ เป็นที่เรียบร้อยแล้วในวารสารที่มีคุณภาพ มีคะแนน impact factor ในระดับที่ดีเยี่ยม ซึ่งมีสิ่งพิมพ์สองเรื่องได้ถูกตีพิมพ์ใน Analytical Chemistry โดยมีวารสารฉบับ #1 ในสาขาวิชาเคมีวิเคราะห์ มีคะแนน impact factor เท่ากับ 6.320 ในปี 2016 และสิ่งพิมพ์อันดับที่สามได้ถูกเผยแพร่ในวารสาร Electroanalysis เนื่องในโอกาสพิเศษฉลองครบรอบ 60 ปี ของ Professor Dr. Wolfgang Schuhmann ซึ่งเป็นบุคคลที่ได้รับการยกย่องอย่างกว้างขวางในด้านของเคมีไฟฟ้า/การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า (electrochemistry/electroanalysis) สิ่งพิมพ์ที่ 4 และ 5 งานเกี่ยวกับเซลล์ไฟฟ้าขนาดไมโครเมตร คาดว่าจะอยู่ใน Analytical Chemistry (สิ่งพิมพ์ฉบับนี้ได้รับการตรวจสอบและได้รับการพิจารณาให้เผยแพร่ภายหลังการแก้ไข) และบทความของ scanning electrochemical microscopy (ส่วนที่หนึ่งของโครงการ) ได้รับเชิญเข้าร่วมสำหรับ RSC Proc. A.

**คำสำคัญ:** Scanning Probe Microscopy, Scanning Electrochemical Microscopy, Scanning Tunneling Microscopy, ขั้วไฟฟ้าขนาดไมโครเมตร เซลล์ไฟฟ้ายอส่วน โวลแทมเมตรีสำหรับปริมาณสารต่ำ โวลแทมเมตรีสำหรับโลหะหนัก ไฟฟ้าเคมีอัตโนมัติ

## Abstract (English)

Methodological advancements of three key electrochemical techniques, namely (1) scanning electrochemical microscopy (SECM), (2) electrochemical scanning tunneling microscopy (EC-STM) and (3) macro- and microelectrode (trace)) voltammetry were approached in this TRF-BRG project. Targets were actually novel SECM and EC-STM tips as well as a voltammetric analysis that, through adaptations of sensors, electrochemical cells and/or detection procedures, offered enhanced convenience, effectiveness and reliability.

For working electrodes with millimeter diameters, under-potential deposition nickel stripping voltammetry and nickel ion-induced glucose oxidase biosensor inhibition were identified in part (1) as analytical schemes that can measure trace (ppb) levels of  $\text{Ni}^{2+}$  in aqueous solution; not yet achieved adaptation of the strategies to micrometer-sized disk sensors could possibly lead to a Ni (II) analysis suitable for measurements of the local release of the toxic heavy metal from biomedical Ni/Ti alloys in an SECM setup. In part (2) an apparatus for electrochemical probe etching was constructed that allowed making of well-formed tapered (needled) metal (here: tungsten) and graphite (here: pencil lead) structures with tip shapes and curvatures suitable for further processing into STM and EC-STM tips. In part (3), an advanced amperometric respiration assay for antibiotic susceptibility testing, robotic 24-well microplate-based voltammetry with carbon nanotube-based sensors, an electrical cable copper-based oxidase biosensor platforms with favorable cathodic  $\text{H}_2\text{O}_2$  readout and a simple and economical three-electrode electrochemical mini cell for analytical voltammetry in 15  $\mu\text{L}$ -volumes were established in course of project efforts.

The project accomplishments generated 3 already published high-quality papers in journals with very good impact factor scores. Two studies were actually accepted for the journal *Analytical Chemistry*, which is the #1 periodical in the field of Analytical Chemistry with a 2016 impact factor of 6.320, while the third paper was placed in the journal *Electroanalysis*, as contribution to a special issue celebrating the 60st birthday anniversary of prominent Professor Dr. Wolfgang Schuhmann, which will be highly recognized in the field of electrochemistry/electroanalysis. The 4th and 5th outputs are expected to be another appearance in *Analytical Chemistry* on the work of microliter-volume voltammetry (the paper has been reviewed and was considered publishable after revision) and a review on scanning electrochemical microscopy (the 'part 1' subject) as invited contribution for *RSC Proc. A*.

**Keywords:** Scanning Probe Microscopy, Scanning Electrochemical Microscopy, Scanning Tunneling Microscopy, Microelectrodes, Small Volume Electroanalysis, Trace Voltammetry, Heavy Metal Voltammetry, Automated (Robotic) Electroanalysis