

อภินันทนาการ



สำนักหอสมุด



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การประยุกต์ใช้วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่มีความพรุนระดับนาโนเมตรในการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

โดย ดร. อัจฉรา อิ่มคำ และคณะ

สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์
วันที่มอบให้..... 17 ส.ย. 2558
เลขทะเบียน..... 1-6782693
เลขเรียกหนังสือ..... 9 TA 419
..... 62 04945 1597

กรกฎาคม 2557

สัญญาเลขที่ R2556C029

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การประยุกต์ใช้วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่มีความพรุน
ระดับนาโนเมตรในการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอน
ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

คณะผู้วิจัย

- 1.ดร. อัจฉรา อิ่มคำ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร
- 2.ดร. อภิพงษ์ พุฒคำ คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์
มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

สนับสนุนโดยกองทุนวิจัยมหาวิทยาลัยนเรศวร

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง “การประยุกต์ใช้วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่มีความพรุนระดับนาโนเมตร ในการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี” ดำเนินการสำเร็จลุล่วงไปได้ ด้วยดีด้วยทุนอุดหนุนการวิจัยจากงบประมาณ เงินรายได้ มหาวิทยาลัยนเรศวร ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2556 คณะผู้วิจัยขอขอบคุณภาควิชาเคมี และศูนย์ปฏิบัติการกลางวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่อำนวยความสะดวกในเรื่องสถานที่ เครื่องมือ และอุปกรณ์ วิทยาศาสตร์ ตลอดจนบุคลากรทุกท่านที่ให้ความแนะนำในการดำเนินการวิจัย

สุดท้ายนี้ ขอขอบพระคุณครอบครัวที่ให้ความสนใจและให้การสนับสนุนตลอดมา ประโยชน์อันใดซึ่งเกิดจากการทำงานการศึกษาชิ้นนี้ขอมอบแด่ผู้มีพระคุณข้างต้นทุกประการ

หากมีข้อผิดพลาดประการใดในรายงานการวิจัยฉบับนี้ คณะผู้วิจัยใคร่ขออภัยไว้ ณ ที่นี้ด้วย

คณะผู้วิจัย
กรกฎาคม 2557



ชื่อโครงการ การประยุกต์ใช้วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่มีความพรุนระดับนาโนเมตรในการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี
Application of nanoporous metal organic framework for separation of hydrocarbon Compounds by gas chromatographic technique

ชื่อผู้วิจัย ดร. อัจฉรา อิ่มคำ
หน่วยงานที่สังกัด ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

หมายเลขโทรศัพท์ 055-963439

ได้รับเงินอุดหนุนการวิจัยสาขา เคมี

งบประมาณประจำปี 2556

จำนวนเงิน 180,000 บาท **ระยะเวลาในการทำวิจัย** 1 ปี 6 เดือน

ตั้งแต่วันที่ 1 กุมภาพันธ์ 2556 **ถึงวันที่** 31 กรกฎาคม 2557

บทคัดย่อ

การวิจัยครั้งนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อทำการศึกษาวิธีการและปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์และเปรียบเทียบกับวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ NEW-1 โดยปัจจัยที่ทำการศึกษา คือ ขนาดของภาชนะ อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ จากนั้นทำการศึกษาคอร์สสร้างของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน ศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ศึกษาพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการศึกษาพบว่า วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์โดยใช้ภาชนะให้ความร้อนขนาดเล็ก ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 ชั่วโมง มีลักษณะโครงสร้างความเป็นผลึก และมีหมู่ฟังก์ชันใกล้เคียงกับวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ NEW-1 จากนั้นนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้เองไปประยุกต์ใช้ในการบรรจุในแพคคอลัมน์แก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อทำการแยกสารผสมไฮโดรคาร์บอน คือ เพนเทน เอกเซน เฮปเทน และไซลีน โดยใช้ Thermal Conductivity เป็นดีเทคเตอร์ ด้วยระบบ temperature program พบว่าสามารถทำการแยกสารผสมดังกล่าวได้ แต่ยังคงใช้เวลานานและมีค่าการแยกค่อนข้างต่ำ เมื่อเทียบกับคอลัมน์ 10% Carbowax แต่เหมาะสมกับการแยกแก๊สผสมไฮโดรคาร์บอนผสมประเภท มีเทน อีเทน โพรเพน บิวเทน และเพนเทน

Abstract

The first objective of this research is determining the effect of synthesis condition on physical and chemical properties of Metal-organic frameworks, named NEW-1. The synthesis conditions include type size of round bottle, synthesis temperature and reaction time. Second objective of this research is to determine the performance of GC packing column of NEW-1 on hydrocarbon and gas separation. The results indicated that the product obtained from facile synthesis of MOFs by using round bottle 50 ml at 130 °C for 7 hours were micro-crystalline. The XRD patterns and FTIR profiles of the obtained products were similar to NEW-1. The products were packed in gas chromatographic column and then the separation of hydrocarbon mixture including pentane, hexane, heptane and xylene were determined by thermal conductivity detector and temperature program in GC. The GC profile indicated that all species of hydrocarbon were separated from the mixtures. However, separation time of the hydrocarbon mixture using NEW-1 packed column were longer than using 10% Carbowax packed column. However, the MOFs packed column showed relatively high separation performance for separating hydrocarbon gas standard which includes methane, ethane, propane, butane and pentane.

สรุปผลการดำเนินงานของโครงการโดยย่อ (Exclusive Summary)

งานวิจัยนี้สามารถทำการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs) ได้เองในห้องปฏิบัติการทั่วไป และพบว่าในการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์มีปัจจัยหลายอย่างที่มีผลต่อการสังเคราะห์ อาทิเช่น ขนาดของภาชนะที่ใช้ในการสังเคราะห์ อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ เป็นต้น จากการศึกษาพบว่าปัจจัยที่เหมาะสมในการทดลองคือ ใช้ภาชนะขนาด 50 มิลลิลิตร อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 130 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการสังเคราะห์ 7 ชั่วโมง พบว่าได้ผลึกสีน้ำเงินเข้ม และจากการศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีด้วยเทคนิค XRD จะให้พีคในตำแหน่งเดียวกันกับ New-1 จากนั้นยืนยันหมู่ฟังก์ชันของ MOFs ด้วยเทคนิค FT-IR ให้พีคที่ใกล้เคียงกันและมีหมู่ฟังก์ชันตรงกับ New-1 ที่ได้ทำการสังเคราะห์ไว้แต่ยังไม่ได้นำมาประยุกต์ใช้ และใช้เทคนิค SEM เป็นการดูพื้นผิวโดยรวมของ MOFs พบว่า MOFs ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะดังกล่าวมีความเป็นผลึกและมีรูพรุนมาก การทดสอบความแม่นยำในการสังเคราะห์อยู่ในเกณฑ์พอใช้

เมื่อนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ไปบรรจุในแพคเกจก๊าสโครมาโทกราฟีที่ทำจากโลหะ และทำการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่เป็นสารละลาย คือ เพนเทน เอกเซน เฮกเซน และไซลีน ที่มีในห้องปฏิบัติการ โดยใช้ Thermal Conductivity เป็นดีเทคเตอร์ พบว่าการ equilibrate อุณหภูมิของคอลัมน์ค่อนข้างใช้เวลานาน base line ไม่เรียบและสม่าเสมอ และยังไม่มาสารจากการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนได้ หลังจากปรับสภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เช่น โปรแกรมควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์เป็นระบบ temperature program ชนิดของแก๊สพาที่ใช้ (H₂ และ He) พบว่าสามารถทำการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนดังกล่าวได้ โดยเทียบกับสารมาตรฐานแต่ละชนิด แต่ผลการทดลองที่ได้ยังคงใช้เวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนานและมีค่าการแยกค่อนข้างต่ำแต่พอยอมรับได้ เมื่อเทียบกับ 10% Carbowax ซึ่งเป็นคอลัมน์ทั่วไปที่ใช้ในห้องปฏิบัติการเคมีทั่วไปที่ทำการบรรจุเองเช่นกัน และเนื่องจากคุณสมบัติทางเคมีของคอลัมน์แตกต่างกัน จากนั้นได้ทำการทดสอบการแยกแก๊สไฮโดรคาร์บอนผสม คือ มีเทน อีเทน โพรเพน บิวเทน และเพนเทน พบว่าสามารถทำการแยกได้ค่อนข้างดี ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าคอลัมน์ซึ่งทำการบรรจุวัสดุโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้เองเหมาะสำหรับการแยกสารผสมซึ่งเป็นแก๊สมากกว่า แต่เนื่องจากแก๊สผสมดังกล่าวมีราคาแพงมาก การเก็บตัวอย่างและการรักษา อย่างไรก็ตามในการศึกษาครั้งนี้ถือเป็นแนวทางในการพัฒนาคอลัมน์ให้มีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้นซึ่งจำเป็นต้องใช้เวลาในการปรับสภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีต่อไป

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
Exclusive Summary	ง
สารบัญ	จ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญภาพ	ซ
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ	ฎ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 โครงข่ายโลหะอินทรีย์	3
1.3 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์	7
1.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี	8
1.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเอกซเรย์สเปกโตรสโคปีแบบพลังงาน	10
1.6 แก๊สโครมาโทกราฟี	11
1.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	14
1.8 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	16
1.9 ขอบเขตของงานวิจัย	16
1.10 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	
บทที่ 2 การดำเนินงานวิจัย	
2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	17
2.2 สารเคมี	17
2.3 วิธีการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์	18
2.4 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ MOFs	18
2.5 การศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์	19
2.6 การวิเคราะห์ข้อมูลจากการสังเคราะห์	19
2.7 การนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้มาประยุกต์ ใช้ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี	20
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	
3.1 ผลการศึกษาสมบัติของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ New-1	22
3.2 ผลการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์	26
3.3 การศึกษาผลทางกายภาพของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ด้วยเทคนิค SEM	39
3.4 การวิเคราะห์ผลความแม่นยำในการสังเคราะห์ MOFs	40

3.5 การประยุกต์ใช้วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี	41
บทที่ 4 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง	54
บรรณานุกรม	56
ภาคผนวก 1	59
ภาคผนวก ก การคำนวณน้ำหนักของสารตั้งต้น	60
ภาคผนวก ข การคำนวณค่า Precision	61
ภาคผนวก ค การคำนวณสารมาตรฐานไฮโดรคาร์บอน	62
ภาคผนวก ง การคำนวณหา % yield	63
ภาคผนวก จ ภาพการสังเคราะห์	64
ภาคผนวก 2	66
Output ที่ได้จากโครงการ	67



สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
ตาราง 1.1 แสดงขนาดโมเลกุลและลักษณะทางเคมีบางประการของสาร	6
ตาราง 2.1 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์	19
ตาราง 3.1 เลขคลื่นอินฟราเรดสเปกตรัม FT-IR และหมู่ฟังก์ชันของ Isonicotinic acid, <i>N, N</i> -Dimethylformamide และวัสดุโครงข่าย โลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1)	25
ตาราง 3.2 ผลของขนาดของภาชนะที่ใช้ในการให้ความร้อน	26
ตาราง 3.3 เลขคลื่นอินฟราเรดสเปกตรัม FT-IR และหมู่ฟังก์ชันของ MOFs (New-1) และ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่ขนาดภาชนะ 50 มิลลิลิตร และ 100 มิลลิลิตร	29
ตาราง 3.4 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์	30
ตาราง 3.5 เลขคลื่นอินฟราเรดสเปกตรัม FT-IR และหมู่ฟังก์ชันของ MOFs (NEW-1) และ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 80 130 และ 150 องศาเซลเซียส	34
ตาราง 3.6 ผลของเวลาที่ใช้ให้ความร้อน	34
ตาราง 3.7 เลขคลื่นอินฟราเรดสเปกตรัม FT-IR และหมู่ฟังก์ชันของ MOFs (NEW-1) และ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลา 5 ชั่วโมง 7 ชั่วโมง และ 9 ชั่วโมง	38
ตาราง 3.8 ค่าข้อมูลจากการวิเคราะห์ความแม่นยำในการสังเคราะห์ MOFs	41
ตาราง 3.9 สรุปสมบัติและค่า Retention time ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน	45
ตาราง 3.10 สรุปค่า Resolution ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน โดยใช้คอลัมน์ MOFs	46
ตาราง 3.11 สรุปค่า Retention time และค่า Resolution ของสารประกอบไฮโดร คาร์บอน โดยใช้คอลัมน์ 10% Carbowax	52
ตาราง 3.12 แสดงส่วนประกอบและค่า Retention time ของแก๊สผสม โดยใช้คอลัมน์ MOFs	52

สารบัญภาพ

ภาพ	หน้า
ภาพ 1.1 หน่วยประกอบย่อยของ MOFs ประกอบด้วย ไอออนโลหะ (M) และ โมเลกุลของสารอินทรีย์ (เส้นสีดำเข้ม) ต่อเชื่อมสร้างโครงข่ายด้วยพันธะโควาเลนต์ ผ่านออกซิเจน ไนโตรเจน หรือ ซัลเฟอร์อะตอม	3
ภาพ 1.2 โครงข่ายสามมิติของ MOFs โดยสีเหลืองแสดงถึง โพรงหรือรูพรุนในโครงข่าย สีน้ำเงินคือ หน่วยโครงข่ายย่อยของโลหะ (Secondary building unit) สีดำคือลิแกนด์สารอินทรีย์ (Organic ligand)	4
ภาพ 1.3 หน่วยสร้างพันธะลำดับที่สองที่เกิดจาก Zn ₄ O ใน Metal-Organic Framework MOF-5	4
ภาพ 1.4 แสดงตัวอย่างโครงข่ายของลิแกนด์อินทรีย์ที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์ วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์	5
ภาพ 1.5 แสดงรูปแบบ (ก) การคัดแยกด้วยขนาด และ (ข) การคัดแยกด้วยจลนพลศาสตร์ของการดูดซับ	6
ภาพ 1.6 แสดงส่วนประกอบของเครื่อง X-ray Powder Diffractometer	8
ภาพ 1.7 แสดงแผนผังแสดงส่วนประกอบของ FT-IR	9
ภาพ 1.8 แสดงส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM	10
ภาพ 1.9 ส่วนประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี	12
ภาพ 1.10 Thermal Conductivity Detector (TCD)	13
ภาพ 1.11 โครมาโทแกรมที่แสดง retention time และการคำนวณหาค่าการแยก (Resolution, R _s)	14
ภาพ 1.12 MOFs (New-1) ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่มีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็กสีฟ้า (Micro crystal) มีโมเลกุลของตัวทำละลายอยู่ภายในโครงข่าย	15
ภาพ 1.13 ปฏิกริยาการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ Cu-isonicotinate	16
ภาพ 2.1 ปฏิกริยาการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ Cu-isonicotinate	18
ภาพ 3.1 ลักษณะผลึกของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1)	22
ภาพ 3.2 SEM/EDS ของ MOFs (NEW-1)	23
ภาพ 3.3 สเปกตรัม XRD ของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1)	24
ภาพ 3.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของ Isonicotinic acid, N,N-Dimethylformamide และวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (New-1)	25
ภาพ 3.5 ลักษณะของผลึก MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ภาชนะในการสังเคราะห์ขนาด (a) 50 มิลลิลิตร และ (b) 100 มิลลิลิตร	27
ภาพ 3.6 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ภาชนะในการสังเคราะห์ขนาด 50 มิลลิลิตร (MOFs-20)	27

ภาพ 3.7 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ภาชนะในการสังเคราะห์ขนาด 100 มิลลิลิตร (MOFs-16)	28
ภาพ 3.8 ผลการศึกษาอินฟราเรดสเปกตรัมของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่ภาชนะขนาด 50 มิลลิลิตร (MOFs-20) และภาชนะขนาด 100 มิลลิลิตร (MOFs-16)	29
ภาพ 3.9 ลักษณะทางกายภาพของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้อุณหภูมิ (a) 80 °C (b) 130 °C และ (c) 150 °C ในการสังเคราะห์	31
ภาพ 3.10 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้อุณหภูมิ 80 °C (MOFs-4)	31
ภาพ 3.11 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้อุณหภูมิ 130 °C (MOFs-20)	32
ภาพ 3.12 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้อุณหภูมิ 150 °C (MOFs-17)	32
ภาพ 3.13 ผลการศึกษาอินฟราเรดสเปกตรัมของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 80, 130 และ 150 องศาเซลเซียส (MOFs-4, MOFs-20, และ MOFs-17)	33
ภาพ 3.14 ลักษณะทางกายภาพของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เวลา (a) 5 ชั่วโมง (b) 6 ชั่วโมง และ (c) 7 ชั่วโมง ในการสังเคราะห์	35
ภาพ 3.15 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เวลา 5 ชั่วโมง (MOFs-14)	36
ภาพ 3.16 XRD สเปกตรัม จากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เวลา 7 ชั่วโมง (MOFs-22)	36
ภาพ 3.17 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เวลา 9 ชั่วโมง (MOFs-13)	37
ภาพ 3.18 ผลการศึกษาอินฟราเรดสเปกตรัมของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ ที่เวลา 5 ชั่วโมง 7 ชั่วโมง และ 9 ชั่วโมง (MOFs-14, MOFs-22 และ MOFs-13)	38
ภาพ 3.19 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของ MOFs (New-1) ที่กำลังขยาย (ก) 500 เท่า (ข) 2000 เท่า	39
ภาพ 3.20 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ภาชนะขนาด 50 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เวลา 7 ชั่วโมง (MOFs-22) ที่กำลังขยาย (ค) 500 เท่า (ง) 3000 เท่า	40
ภาพ 3.21 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของ MOFs ที่สังเคราะห์รวมกันทั้งหมด 6 ครั้ง ที่กำลังขยาย (จ) 3000 เท่า (ฉ) 10000 เท่า	40
ภาพ 3.22 โครมาโทแกรมของผสมเพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H ₂ gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ isocratic ครั้งที่ 1	42
ภาพ 3.23 โครมาโทแกรมของผสมเพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H ₂ gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ isocratic program หลังใช้เวลานานขึ้น	42
ภาพ 3.24 โครมาโทแกรมของสารผสมไฮโดรคาร์บอน โดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H ₂ gas	43

	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 1	
ภาพ 3.25	โครมาโทแกรมของสารผสมไฮโดรคาร์บอน โดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H ₂ gas	43
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 2	
ภาพ 3.26	โครมาโทแกรมของเพนเทนโดยใช้คอลัมน์ MOFs ที่มี H ₂ gas	44
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.27	โครมาโทแกรมของเฮกเซนโดยใช้คอลัมน์ MOFs ที่มี H ₂ gas	44
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.28	โครมาโทแกรมของเฮปเทนโดยใช้คอลัมน์ MOFs ที่มี H ₂ gas	45
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.29	โครมาโทแกรมของไซลีนโดยใช้คอลัมน์ MOFs ที่มี H ₂ gas เป็นแก๊สพา	45
	ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.30	โครมาโทแกรมของผสมเพนเทนกับเฮกเซนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H ₂ gas	46
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.31	โครมาโทแกรมของผสมเพนเทนกับเฮกเซนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H ₂ gas	47
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 2	
ภาพ 3.32	โครมาโทแกรมของผสมเฮกเซนและเฮปเทนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H ₂ gas	47
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.33	โครมาโทแกรมของผสมเฮปเทนและไซลีนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H ₂ gas	48
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.34	โครมาโทแกรมของผสมเพนเทนกับเฮกเซนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี He gas	48
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 1	
ภาพ 3.35	โครมาโทแกรมของผสมเพนเทนกับเฮกเซนโดยใช้ MOFs มี He gas	49
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 2	
ภาพ 3.36	โครมาโทแกรมของเพนเทนที่ใช้คอลัมน์ 10% Carbowax มี H ₂ gas	49
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.37	โครมาโทแกรมของเฮกเซนที่ใช้คอลัมน์ 10% Carbowax มี H ₂ gas	50
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.38	โครมาโทแกรมของเฮปเทนที่ใช้คอลัมน์ 10% Carbowax มี H ₂ gas	50
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.39	โครมาโทแกรมของไซลีนที่ใช้คอลัมน์ 10% Carbowax มี H ₂ gas	51
	เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.40	โครมาโทแกรมของผสมเพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีนที่ใช้คอลัมน์	51
	10% Carbowax มี H ₂ gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	
ภาพ 3.41	โครมาโทแกรมของแก๊สผสมมีเทน อีเทน โพรเพน บิวเทน และเพนเทน	53
	โดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H ₂ gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program	

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

MOFs	=	Metal-Organic Frameworks
SBU	=	metal clusters or secondary building unit
XRD	=	X-ray Diffractometer
FT-IR	=	Fourier Transform Infrared
kV	=	kilovolt
cm ⁻¹	=	Wavenumber
SEM	=	Scanning Electron Microscope
EDS	=	Energy dispersive X-ray spectroscopy
GC	=	Gas Chromatography
FID	=	Flame Ionization Detector
DMF	=	N,N-Dimethylformamide
IN	=	Isonicotinic acid
°C	=	Celsius degree
mmol	=	millimole
mL	=	milliliter
SD	=	standard deviation
RSD	=	Relative standard deviation
Å	=	Angstrom
CGS	=	Centimetre-gram-second

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (Metal organic frameworks, MOFs) เป็นวัสดุใหม่ที่มีการศึกษาคุณสมบัติความพรุนในปี ค.ศ. 1999[1] ด้วยแนวคิดในการออกแบบวัสดุให้มีโครงสร้างที่แข็งแรงมีความหนาแน่นต่ำมีความเป็นรูพรุนสูงและมีพื้นที่ผิวมาก สาร MOFs ปกติจะอยู่ในรูปของผงหรือผลึกขนาดเล็ก (Powder or micro crystal) โดยส่วนใหญ่ประกอบด้วยอนุภาคโลหะออกไซด์ยึดติดกันเป็นโครงสร้างสามมิติด้วยโมเลกุลสารอินทรีย์เป็นโครงสร้างเป็นผลึก มีรูพรุนที่เป็นระบบและโพรงที่มีขนาดแน่นอนสามารถสังเคราะห์ให้มีปริมาตรรูพรุนมากกว่า $1 \text{ cm}^3/\text{g}$ [1] ทนต่ออุณหภูมิได้ดีพอสมควร โดยการเลือกใช้อุณหภูมิและโมเลกุลสารอินทรีย์ชนิดต่างๆ มาประกอบเป็นโครงสร้าง ทำให้สามารถออกแบบโครงสร้างต่างๆ ที่เหมาะสมในการประยุกต์ในกระบวนการแยกแก๊สและการเก็บกักแก๊สพลังงาน (Energy storage) เช่น CH_4 , H_2 และยังสามารถใช้ตัวตรวจวัดสาร (Sensor)[1-3]

วัสดุ MOFs มีคุณสมบัติเฉพาะตัวที่สำคัญคือ MOFs สามารถออกแบบและสังเคราะห์โครงสร้างขนาดรูพรุนให้เหมาะสมต่อการประยุกต์ใช้ในงานอุตสาหกรรม เช่น MOFs ที่มีรูพรุนระดับนาโนเมตรมีศักยภาพในการนำไปใช้แยกโมเลกุล (molecular sieve) เช่น ใช้แยกอะซีโตนออกจากคาร์บอนไดออกไซด์ แยกไนโตรเจนออกจากอากาศ (air separation) เป็นต้น นอกจากนี้ MOFs ยังใช้สังเคราะห์ให้มีหมู่ฟังก์ชัน เพื่อให้เกิดการดูดซับที่จำเพาะมากขึ้น เช่น MOFs ที่มีออกซิเจนเป็นหมู่ฟังก์ชันสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับน้ำได้ดี ซึ่งอาจนำไปใช้ในการจับไอน้ำที่เจือปนมาในแก๊สเชื้อเพลิงได้ ขณะเดียวกันโลหะที่เป็นองค์ประกอบของ MOFs บางชนิดแสดงคุณสมบัติ แอนติเฟอร์โรแมกเนติก (anti-ferromagnetic) และฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence) ซึ่งคุณสมบัติเหล่านี้ทำให้ MOFs มีศักยภาพในการพัฒนาเป็นเซ็นเซอร์ได้ นอกจากนี้ MOFs บางชนิดจัดเป็นวัสดุที่มีความพรุนสูงที่สุดในกลุ่มวัสดุที่มีความพรุน และเป็นวัสดุชนิดเดียวที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนหรือโพรงมีความยืดหยุ่น (flexible structure) สามารถหดหรือขยายตัวตามสภาวะแวดล้อมที่มากกระตุ้นได้ จากคุณสมบัติเฉพาะตัวของ MOFs ดังที่กล่าวมาข้างต้น ทำให้นักวิจัยหันมาให้ความสนใจในการสังเคราะห์และพัฒนา MOFs เพื่อเพิ่มศักยภาพในการนำไปใช้ในงานอุตสาหกรรม รวมถึงการดักและกักเก็บแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ให้ได้ประสิทธิภาพสูงยิ่งขึ้น[4-9]

ซึ่งในงานวิจัยนี้สนใจในการนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์มาประยุกต์ใช้ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี สำหรับเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography) เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้สำหรับแยกสารผสมที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นสถานะแก๊ส (gas phase) ได้ที่อุณหภูมิหนึ่ง (ไม่เกิน $450 \text{ }^\circ\text{C}$) เมื่อสารนั้นถูกเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของแก๊สหรือไอของสารแล้ว สารเหล่านั้นก็จะเข้าไปในคอลัมน์ที่บรรจุด้วยเฟสคงที่ (stationary phase) โดยอาศัยการพาไปของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) หรือ carrier gas เช่น N_2 , He, Ar สารผสมเหล่านั้นจะเกิดการแยกขึ้น ตามหลักการแก๊สโครมาโทกราฟีสามารถแบ่งออกเป็น 2 วิธีด้วยกันคือ 1) แก๊ส-ของแข็งโครมาโทกราฟี (Gas-Solid

Chromatography หรือ GSC) วิธีนี้ใช้เฟสคงที่เป็นของแข็งที่สามารถดูดซับ (adsorption) สารที่มีสถานะเป็นแก๊สที่ต้องการแยกได้ คอลัมน์ที่ใช้มักบรรจุด้วย active solids หรืออนุภาคของสารดูดซับ (adsorptive particles) เช่น Molecular sieves, porous polymers, silica gel, alumina และ activated carbon เป็นต้น และ 2) แก๊ส-ของเหลวโครมาโทกราฟี (Gas-Liquid Chromatography หรือ GLC) สำหรับวิธีนี้สารที่เป็นแก๊สหรือไอของสารที่ผสมกันอยู่ เมื่อผ่านคอลัมน์จะสามารถแยกออกจากกันได้ด้วยการกระจายตัวที่แตกต่างกันของแก๊สหรือไอระหว่างเฟสเคลื่อนที่กับเฟสคงที่ที่มีของเหลว (liquid phase) ฉาบอยู่บนของแข็ง โดยทั่วไปคอลัมน์ถือเป็นหัวใจของการแยกสารด้วยเทคนิคทางแก๊สโครมาโทกราฟี เมื่อก๊าซผสมหรือไอของสารที่ปนกันอยู่ในสารตัวอย่าง ผ่านคอลัมน์สารหรือวัสดุที่บรรจุในคอลัมน์เปล่านั้นจะทำหน้าที่เป็นตัวแยกแก๊สหรือไอผสมเหล่านั้นออกจากกันเป็นส่วน ๆ และโดยทั่วไปคอลัมน์ที่ใช้กันอยู่ใน GC มี 2 ประเภท คือ Packed columns ซึ่งอาศัยหลักการ Partition และ adsorption มีทั้งแบบ GSC และ GLC สำหรับ Capillary Columns นิยมเป็นแบบ GLC ซึ่งคอลัมน์จะมีขนาดยาวและเล็กมาก มีรัศมีภายในประมาณ 0.3-0.6 mm การใช้งานแต่ละประเภทของคอลัมน์จึงขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์การใช้งานและสารที่ต้องการแยก ดังนั้นโครมาโทแกรมของสารที่ต้องการแยกที่ได้จะดีหรือไม่จึงขึ้นอยู่กับวัสดุที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์และเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารด้วย[10]

จากการศึกษาคุณสมบัติของวัสดุที่ใช้แยกสารที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์จะต้องอาศัย 2 กลไกหลัก คือ กลไกการดูดซับ (Adsorption) และ/หรือ กลไกการแยก (Separation) โดยกลไกการดูดซับนั้นเป็นกลไกที่อาศัยหลักในการดักจับโมเลกุลของแก๊สให้ยึดติดที่ผิวของวัสดุทั่วไปที่มีความพรุน ส่วนกลไกการแยกนั้นขึ้นกับวัสดุบางชนิดที่มีขนาดของรูพรุนที่มีความจำเพาะ มีผลทำให้เกิดการแยกขึ้น ดังนั้นปัจจุบันจึงได้มีการศึกษา ปรับปรุง และประยุกต์ใช้วัสดุสารต่างๆ มาใช้ในการแยกสารทางเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีมากมาย รวมทั้งมีการใช้วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่มีรูพรุนระดับนาโนเมตร (Metal-Organic-Framework, MOFs) ที่มีการประดิษฐ์คิดค้นและมีชื่อทางการค้าต่าง ๆ กัน เพื่อบรรจุในคอลัมน์ทั้งแบบ Packed columns และ Capillary Columns และอาศัยการออกแบบความมีรูพรุนต่างๆ กันในการแยกสารทางเทคนิคโครมาโทกราฟีทั้งทางแก๊สและของเหลวโครมาโทกราฟี ซึ่งให้ผลเป็นที่น่าพอใจและใช้กันอย่างกว้างขวาง[11]

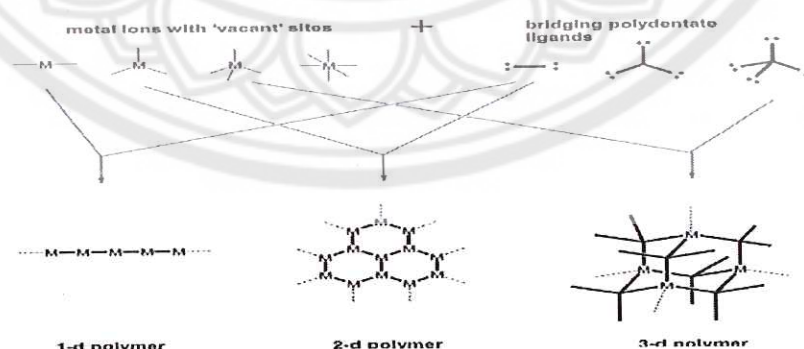
อย่างไรก็ตามคอลัมน์แบบ Capillary Columns จะมีประสิทธิภาพการแยกและใช้เวลาสั้นกว่าคอลัมน์แบบ Packed columns เพราะมีคอลัมน์ที่ยาวกว่าแต่ Packed columns สามารถเตรียมขึ้นเองได้ในห้องปฏิบัติการทั่วไป ซึ่ง Capillary Columns ต้องใช้เทคนิคอุปกรณ์ในการบรรจุวัสดุ (material packing) ลงในคอลัมน์ และการฉาบของเหลว (liquid phase coating) บนของแข็ง (solid support) ในคอลัมน์ ยังมีความยุ่งยากและค่าใช้จ่ายสูง ดังนั้น สำหรับงานวิจัยนี้จึงมีความสนใจในคุณสมบัติวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่มีรูพรุนระดับนาโนเมตร (Metal-Organic-Framework, MOFs) เพื่อศึกษาและประยุกต์ใช้วัสดุดังกล่าวบรรจุในคอลัมน์ Packed columns ที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการเพื่อทำการแยกสารประเภทสารประกอบไฮโดรคาร์บอนต่างๆ เช่น เพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และ ไสลิโน เป็นต้น ซึ่งมีจุดเดือดใกล้เคียงกันด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี นอกจากนี้จะมีการพัฒนาและหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อเพิ่มการแยก (Resolution) ในเวลาสั้นๆ ต่อไป รวมทั้ง

ตระหนักถึงวิธีการสังเคราะห์ วัสดุสังเคราะห์ เทคนิค และ อุปกรณ์ที่ใช้ที่มีราคาไม่สูง และสามารถทำได้โดยง่ายในห้องปฏิบัติการเคมีทั่วไปและสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้

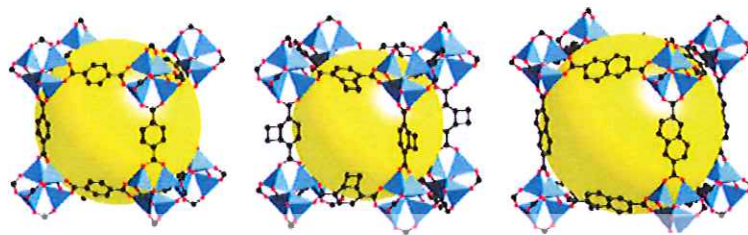
จากที่กล่าวมาข้างต้นนี้ ผู้วิจัยได้สังเคราะห์สารประกอบในกลุ่ม MOFs ขึ้นมาเพื่อศึกษาการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ให้เหมือนกับงานวิจัยก่อนหน้าคือ NEW-1 โดยทำการสังเคราะห์ในห้องปฏิบัติทั่วไป เพื่อช่วยลดต้นทุนในการสังเคราะห์ ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่ต่างกันอีกด้วย นอกจากนี้ยังศึกษาการนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ไปประยุกต์ใช้ในการแทนอนุภาคดูดซับของแข็งเดิมที่ใช้ในการ Packed columns ของเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีที่มีราคาแพง โดยทำการศึกษาปัจจัยที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ ดังนี้คือ อุณหภูมิ ความดัน เวลา อัตราส่วนของสารตั้งต้น และ ขนาดของขดก้นกลมนอกจากนี้ยังได้พิสูจน์เอกลักษณ์ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค X-ray Diffractometer (XRD) เพื่อหาชนิดและปริมาณสาร เทคนิค Fourier Transform Infrared (FTIR) เพื่อหาชนิดและปริมาณสาร ด้วยการวัดการดูดกลืนแสงของสาร และ เทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) เพื่อศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง จากนั้นได้นำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ไปใช้บรรจุในคอลัมน์ของแก๊สโครมาโทกราฟีเพื่อทดสอบการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอน

1.2 วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (Metal-Organic Frameworks, MOFs)

วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์หรือพอลิเมอร์แบบโคออดิเนต เป็นวัสดุที่มีความเป็นผลึกสูงมีหน่วยย่อยประกอบด้วย ไอออนโลหะต่อเชื่อมกับกับลิแกนด์สารอินทรีย์ (organic ligand) ด้วยพันธะโควาเลนต์ผ่านอะตอมออกซิเจน ไนโตรเจน หรือซัลเฟอร์ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์[4][12] ดังแสดงในภาพ 1.1 วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์เป็นพอลิเมอร์ที่มีโครงข่ายทั้งในลักษณะ 1 มิติ 2 มิติ และ 3 มิติ (1-, 2-, 3-dimensional framework) ปกติแล้วพื้นที่ในโครงข่ายโลหะอินทรีย์แบบ 3 มิติจะมีโมเลกุลตัวทำละลายบรรจุอยู่ (guest molecule) เมื่อให้ความร้อนกับ MOFs โมเลกุลที่บรรจุอยู่จะระเหยออก หาก MOFs มีโครงข่ายที่แข็งแรงสามารถคงสภาพโครงข่ายได้จะพบรูพรุนขึ้นในโครงสร้าง (void or cavity) ดังแสดงในภาพ 1.2



ภาพ 1.1 หน่วยประกอบย่อยของ MOFs ประกอบด้วย ไอออนโลหะ (M) และ โมเลกุลของสารอินทรีย์ (เส้นสีดำเข้ม) ต่อเชื่อมสร้างโครงข่ายด้วยพันธะโควาเลนต์ ผ่านออกซิเจน ไนโตรเจน หรือซัลเฟอร์อะตอม[5]



ภาพ 1.2 โครงข่ายสามมิติของ MOFs โดยสีเหลืองแสดงถึง โพรงหรือรูพรุนในโครงสร้าง สีน้ำเงินคือ หน่วยโครงสร้างย่อยของโลหะ (Secondary building unit) สีดำคือลิแกนด์สารอินทรีย์ (Organic ligand)[6]

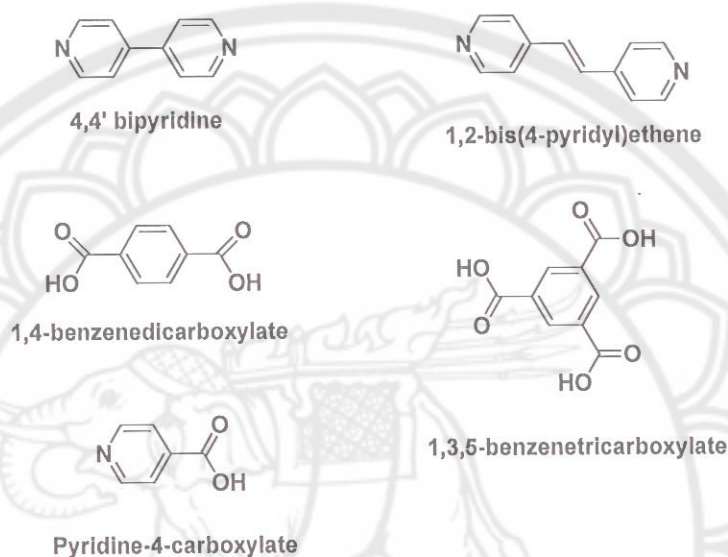
โดยทั่วไปแล้วการสังเคราะห์ MOFs ทำได้โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล/โซลโวเทอร์มัล (hydro/solvothermal synthesis) โดยผสมสารที่จะสังเคราะห์เข้าด้วยกันและนำเข้าอโตคลอฟ (autoclave) เพื่อให้ความร้อนในสภาวะที่มีน้ำหรือสารอินทรีย์เป็นตัวทำละลาย ขณะให้ความร้อนที่อุณหภูมิที่เหมาะสมสารจะรวมตัวกันเองเป็นโครงข่าย (Self-assembly) โดยทั่วไปแล้วไอออนโลหะทรานซิชันและโลหะแลนทาไนด์จะอยู่ในรูปสารประกอบไนเตรท ฟอสเฟตและซัลไฟด์ เป็นสารที่นิยมมาใช้ในการสังเคราะห์วัสดุ MOFs เนื่องจากโลหะเหล่านี้จะก่อตัวเป็นกลุ่มหรือหน่วยสร้างทุติยภูมิ (metal clusters or secondary building unit : SBU) ตัวอย่างของหน่วยการสร้างทุติยภูมิได้แก่ หน่วยสร้างทุติยภูมิที่เกิดจาก Zn_4O ในโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs-5 (ภาพ 1.3) หน่วยสร้างทุติยภูมินี้จะทำหน้าที่สร้างพันธะต่อกับลิแกนด์อินทรีย์จึงส่งผลให้เกิดเป็นโครงข่ายพอลิเมอร์ 3 มิติขึ้น[4-7]



ภาพ 1.3 หน่วยสร้างพันธะลำดับที่สองที่เกิดจาก Zn_4O ใน Metal-Organic Framework MOF-5[8]

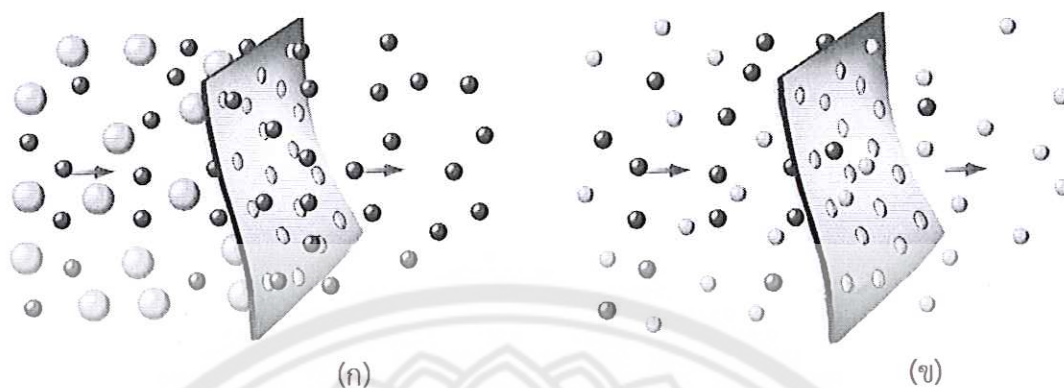
โดยทั่วไปแล้วลิแกนด์อินทรีย์ที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์ MOFs สามารถแบ่งได้เป็นสามประเภท คือ 1) ลิแกนด์อินทรีย์ที่มีไนโตรเจนเป็นตัวให้อิเล็กตรอนกับโลหะในการสร้างพันธะ (nitrogen-donor organic ligands) เช่น 4,4'-bipyridine และ 1,2-bis(4-pyridyl)ethane 2) ลิแกนด์อินทรีย์ที่ให้ออกซิเจนเป็นตัวสร้างพันธะ (oxygen-donor-organic ligands) เช่น 1,4-benzenedicarboxylic acid และ 1,3,5-benzenetricarboxylic acid และ 3) ลิแกนด์อินทรีย์ที่มี

ทั้งออกซิเจนและไนโตรเจนเป็นตัวให้อิเล็กตรอนกับโลหะในการสร้างพันธะ เช่น pyridine-4-carboxylic acid เป็นต้น ทั้งนี้เนื่องจากลิแกนด์ข้างต้นสามารถก่อบंधะได้หลายพันธะ (multidentate) จึงมีโอกาสร่างโครงข่ายพอลิเมอร์ขึ้นเป็น 3 มิติ ทำให้เกิดวัสดุที่มีรูพรุนขึ้น [4-9] ตัวอย่างโครงสร้างของลิแกนด์อินทรีย์ที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์[13] แสดงดังภาพ 1.4



ภาพ 1.4 ตัวอย่างโครงสร้างของลิแกนด์อินทรีย์ที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ [13]

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ ผู้วิจัยสามารถออกแบบโครงสร้างและสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ให้มีขนาดรูพรุนที่ต้องการได้ และหากนำไปใช้ในกระบวนการแยกอย่างเหมาะสมจะทำให้เกิดกลไกการแยกซึ่งสามารถนำไปใช้งานได้ทั้งในการแยกสารเคมีอุตสาหกรรม ระบบบำบัดของเสีย รวมถึงงานด้านโครมาโทกราฟีด้วย กลไกการแยกนี้แบ่งได้เป็นสองประเภทหลักคือกลไกที่อาศัยลักษณะทางกายภาพ โดยเฉพาะขนาดของรูพรุน (pore size) และขนาดของโมเลกุลแก๊สที่จะนำมาดูดซับ (kinetic diameter) หากขนาดของโมเลกุลแก๊สมีขนาดใหญ่กว่าขนาดของรูพรุนมากทำให้โมเลกุลแก๊สไม่สามารถเข้าไปดูดซับในรูพรุนได้ เรียกกลไกนี้ว่าการคัดแยกด้วยขนาด (size exclusion) หากขนาดของโมเลกุลแก๊สมีขนาดใกล้เคียงกับขนาดของรูพรุนอาจเกิดการคัดแยกด้วยจลนพลศาสตร์ของการดูดซับ (kinetics separation) โดยแก๊สที่มีขนาดเล็กกว่าจะเคลื่อนที่เข้าไปดูดซับที่ผิวได้เร็วกว่าแก๊สที่มีขนาดใหญ่กว่าขนาดของรูพรุน ดังแสดงในภาพ 1.5 แสดงกลไกการแยกคาร์บอนไดออกไซด์มีความซับซ้อนและอาจมีกลไกร่วมอย่างอื่นทำให้เกิดการคัดแยกขึ้น เช่น ความยืดหยุ่นของโครงข่ายโลหะอินทรีย์ เป็นต้น และตารางที่ 1 แสดงขนาดโมเลกุลและลักษณะทางเคมีบางประการของสาร[14-16]



ภาพ 1.5 แสดงรูปแบบ (ก) การคัดแยกด้วยขนาด และ (ข) การคัดแยกด้วยจลนพลศาสตร์ของการดูดซับ[16][17]

ตาราง 1.1 แสดงขนาดโมเลกุลและลักษณะทางเคมีบางประการของสาร[17]

Molecule	Polarisability $\times 10^{25} / \text{mL}$	Kinetic diameter (pm)	Molecular dimensions x, y, z (pm)
O ₂	15.812	346.7	298.5, 293.0, 405.2
N ₂	17.403	368.0	305.4, 299.1, 404.6
Ar	16.411	354.2	363, 351
CO ₂	29.11	330.0	333.9, 318.9, 536.1
H ₂ O	82.3-95.0	264.1	322.6, 291.7, 388.8
Alcohol series			
Methanol	32.3-33.2	362.6	381.0, 418.0, 495.0
Ethanol	51.1-54.5	453.0	416.0, 427.0, 633.0
<i>n</i> -Propanol	65	498.0	n/a
<i>n</i> -Butanol	89.9	540.0	416, 446, 891
Chloromethane series			
Methyl chloride	47.2-53.5	418.2	n/a
Chloroform	82.3-95.0	538.9	618.1, 571.3, 461.3
Dichloromethane	64.8-79.3	489.8	n/a
Alkane series			
Methane	25.93	375.8	382.9, 410.1, 394.2
Ethane	44.3-44.7	443	380.9, 407.9, 482.1
Propane	33.3-39.3	430-511	660.6, 451.6, 402.0
<i>n</i> -Butane	82.0	468.7	785.5, 451.9, 401.4

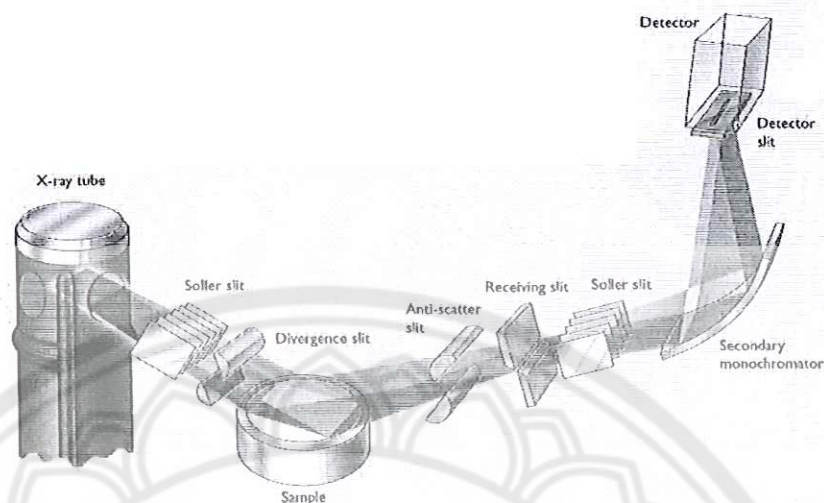
<i>n</i> -Pentane	99.9	450.0	910.1, 452.2, 401.4
<i>n</i> -Hexane	119	430.0	1034.4, 453.6, 401.4
<i>n</i> -Heptane	136.1	430.0	1158.9, 452.3, 401.4
<i>n</i> -Octane	159	430.0	1283.3, 401.4, 452.4
<i>n</i> -Nonane	174	n/a	1407.6, 401.4, 453.7
<i>m</i> -Xylene			899.4, 394.9, 7315
<i>o</i> -Xylene			726.9, 383.4 7.826
<i>p</i> -Xylene			661.8 381.0 914.6
Aromatic series			
Benzene	100-107.4	534.9	662.8, 733.7, 327.7
Toluene	118-123	525.0	662.5, 401.2, 825.2

1.3 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD)

รังสีเอกซ์เป็นรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าความยาวคลื่นสั้น รังสีเอกซ์เกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงลดความเร็วหรือเกิดจากอิเล็กตรอนิกแทรนซิชั่นของอิเล็กตรอนที่วงในสุด รังสีเอกซ์มีช่วงความยาวคลื่นจาก 10^{-5} ถึง 25 อังสตรอม (1 อังสตรอมเท่ากับ 0.1 นาโนเมตร เท่ากับ 10^{-10}) เมื่อปี ค.ศ. 1895 W.C. Rontgen ได้ค้นพบรังสีเอกซ์ (X-ray) ซึ่งเป็นสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าช่วงหนึ่ง มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.1-100 อังสตรอม (Å) หรือ 0.01-10 nm แต่ที่ใช้ในทางเคมีวิเคราะห์จะอยู่ในช่วง 0.07-0.2 nm รังสีเอกซ์จัดเป็นแหล่งพลังงานที่สำคัญในการศึกษาทางวิทยาศาสตร์หลาย ๆ อย่าง ดังที่มีผู้ได้รับรางวัลโนเบลไปแล้วหลายท่าน ซึ่งล้วนแต่ศึกษาเกี่ยวกับสมบัติและการเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารทั้งสิ้น การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น เกิดการเปล่งแสงบางชนิด (emission) การดูดกลืน (absorption) การกระเจิง (scattering) หรือเกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) เป็นต้น ปรากฏการณ์เหล่านี้เป็นลักษณะเฉพาะ (characteristic) ของแต่ละสารที่เราสามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีได้[10][18]

เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) มีส่วนประกอบที่สำคัญ 3 ส่วน คือ

1. แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray source) เป็นส่วนผลิตรังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่ใช้อย่างไปยั้งตัวอย่างที่มุมตกกระทบ θ ซึ่งเป็นไปตามทฤษฎีของ Bragg ก็จะทำให้เกิดดิฟแฟรกชันออกไปยังหัวอ่าน
2. หัวอ่าน (Detector) เป็นส่วนที่ตรวจจับสัญญาณของรังสีเอกซ์ที่ดิฟแฟรกชันออกมาจากตัวอย่างแล้วเปลี่ยนให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าแล้วส่งตรงไปยังส่วนบันทึกผลของเครื่องต่อไป
3. ที่ใส่ตัวอย่าง (sample holder) เป็นที่สำหรับใส่ผงของตัวอย่างที่จะนำมาวิเคราะห์ โดยที่ตัวอย่างมักจะถูกบดให้เป็นผงละเอียดแล้วอัดให้เป็นก้อนแบน ๆ ขนาดประมาณ 1x1 เซนติเมตร ใส่ในที่ใส่ตัวอย่างที่ทำมาจากแก้วหรือพลาสติกซึ่งเป็นวัสดุอสัณฐานที่ไม่ดิฟแฟรกชันรังสีเอกซ์[19]



ภาพ 1.6 ส่วนประกอบของเครื่อง X-ray Powder Diffractometer[20]

เทคนิคที่ใช้หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในงานวิจัยขั้นนี้คือ Powder Methods เบื้องต้นแล้ววิธีการนี้จะใช้ในการระบุแร่ธาตุ โดยจะใช้บอกร่องประกอบและตรวจวัดความสัมพันธ์ของธาตุที่มีอยู่ในสารผสม เช่นเดียวกับ Single-Crystal Methods คือ แต่เดิมนั้นจะใช้เทคนิคของการถ่ายภาพในการบันทึกข้อมูลการเลี้ยวเบน แต่ในปัจจุบันจะใช้เครื่องมือที่เรียกว่า X-ray Powder Diffractometer และยังสามารถช่วยแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นในการเตรียมตัวอย่างผลึกแล้วไม่สามารถใช้วิธีการแรกในการตรวจวัดได้[20]

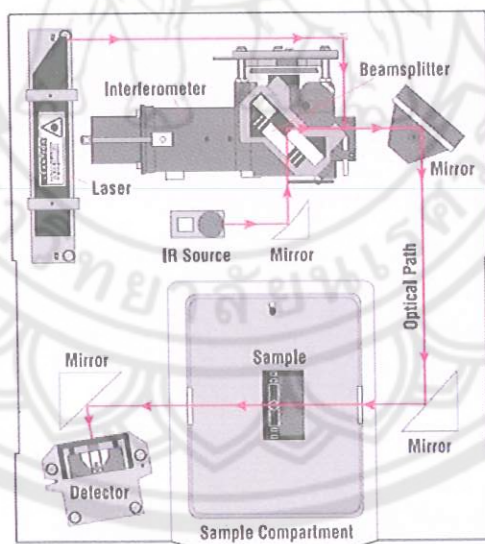
เทคนิค X-ray Powder Diffractometry นั้นจะใช้ลำรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวฉายลงบนตัวอย่างที่ถูกวาง อยู่บนแท่นหมุนเป็นมุม θ เท่ากับ $0-90$ องศา รังสีที่เลี้ยวเบนจะถูกตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัดแล้วบันทึกบน inked strip chart เครื่องตรวจวัดจะหมุนไปพร้อม ๆ กับแท่นหมุน แต่จะหมุนเป็นมุม 2θ และ strip chart จะหมุนไป พร้อมกับแท่นหมุนและเครื่องตรวจวัดด้วยความเร็วคงที่ เพื่อบันทึกค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เครื่องตรวจวัดวัดได้แล้วนำมาพล็อตกราฟ diffractogram ซึ่งประกอบด้วยพีคต่าง ๆ โดยที่พีคแต่ละพีคจะเป็นลักษณะเฉพาะของเฟสอะตอมต่าง ๆ จากความสัมพันธ์ ของสมการของ Bragg จะสามารถหาค่า d ของแต่ละพีคแล้วนำไปเปรียบเทียบกับมาตรฐานที่มีอยู่ เช่น JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) เป็นต้น [21]

1.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectroscopy เป็นหนึ่งในเทคนิคทางด้าน Infrared Spectroscopic ที่มีประสิทธิภาพในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์และพันธะเคมี ในโมเลกุลรวมถึงสามารถบอกถึงองค์ประกอบที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารผสมตัวอย่างที่ไม่ทราบชนิด เทคนิค FTIR นี้มีความไวใช้ระยะเวลาในการตรวจสอบน้อยกว่าเทคนิคอื่น ๆ

ในระบบของ FTIR มีส่วนประกอบหลักด้วยกัน 3 ส่วน คือ ริงกำเนิดรังสี Interferometer และเครื่องตรวจวัด[22]

เครื่องมือหลัก ๆ จะถูกออกแบบมาอย่างง่าย ๆ ริงอินฟราเรดจากแหล่งกำเนิดจะถูกฉายไปยัง Interferometer ซึ่งตัวที่นิยมใช้ คือ ประกอบด้วยกระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้ และกระจกที่ตรึงอยู่กับที่ โดยทั้งสองตั้งฉากซึ่งกันและกันและตัวแยกแสงซึ่งเป็นอุปกรณ์กึ่งสะท้อนแสง โดยส่วนใหญ่ทำมาจากการนำฟิล์มบางของเจอร์มาเนียมวางลงบน KBr ที่ตัวแยกแสงลำรังสีครึ่งหนึ่งจะทะลุผ่านไปยังกระจกที่ตรึงอยู่กับที่และอีกครึ่งหนึ่งจะสะท้อนไปยังกระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้หลังจากนั้นลำรังสีก็จะสะท้อนจากกระจกกลับมารวมกันที่ตัวแยกแสง เกิดการแทรกสอดขึ้นหลังจากนั้นลำรังสีก็จะผ่านไปยังตัวอย่างและในที่สุดก็จะตกลงบนเครื่องตรวจวัด Path difference ระหว่างลำรังสีที่ถูกแยกออกเกิดขึ้นจากระยะทางสัมพันธ์ระหว่างกระจกทั้งสอง ถ้าแขนยึดกระจกทั้งสองข้างของ Interferometer ยาวเท่ากันลำรังสีทั้งสองก็จะเดินทางด้วยระยะทางที่เท่ากัน มีเฟสตรงกันทำให้สัญญาณที่ไปถึงเครื่องตรวจวัดมีค่ามากที่สุด ความเข้มของสัญญาณที่เครื่องตรวจวัดวัดได้จะมีลักษณะของ Interferogram เป็นรูปคลื่น sine โดยกราฟจะพล็อตระหว่างการตอบสนองที่เครื่องตรวจวัดบันทึกได้และเวลาที่กระจกมีการเคลื่อนที่ถ้าตัวอย่างเกิดการดูดกลืนรังสีที่ค่าความถี่นี้ ขนาดของแอมพลิจูดจะลดลงโดยสัมพันธ์กับปริมาณของตัวอย่าง หลังจากนั้นใช้ Fourier Transform ซึ่งเป็นฟังก์ชันทางคณิตศาสตร์ในการแปลงผลที่ได้ (ขึ้นกับเวลา) ให้กลายเป็นค่าความเข้มกับความถี่[23-24]



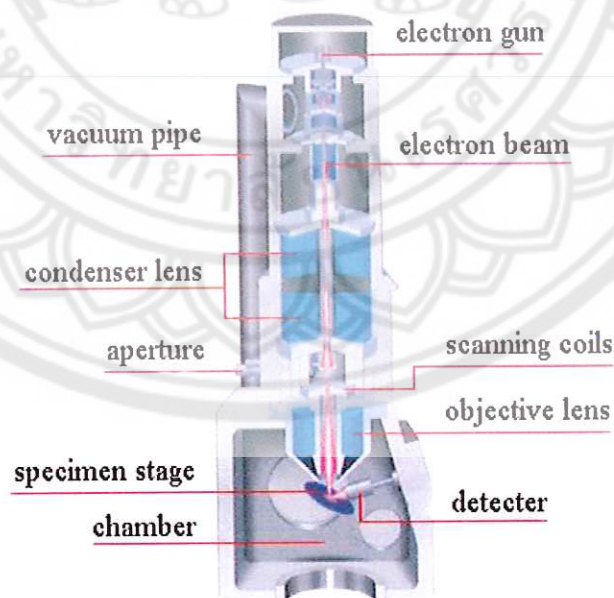
ภาพ 1.7 แสดงแผนผังแสดงส่วนประกอบของ FT-IR[25]

สัญญาณความเข้มของการแทรกสอดที่วัดได้จะถูกประมวลผลโดยการแปลงแบบฟูเรียร์ (Fourier transformation) ซึ่งจะได้เป็นสเปกตรัมของการส่งผ่านรังสีอินฟราเรด (Transmission spectrum) ในสารตัวอย่าง

1.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเอกซ์เรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (Scanning Electron Microscope, SEM and Energy dispersive X-ray spectroscopy, EDS)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope SEM): เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดหนึ่ง ที่ถ่ายภาพชิ้นงานโดยอาศัยหลักการกราดไปบนพื้นผิวตัวอย่างด้วยลำอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงที่ถูกปล่อยจากแหล่งกำเนิด (Electron gun) เมื่ออิเล็กตรอนดังกล่าวกระทบกับผิวชิ้นงานที่ประกอบไปด้วยอะตอมต่าง ๆ จะปล่อยสัญญาณที่สามารถนำไปประมวลผลและให้ข้อมูลเป็นภาพพื้นผิวของวัตถุองค์ประกอบของพื้นผิว และคุณสมบัติอื่น ๆ เช่น คุณสมบัติการนำไฟฟ้า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดติดตั้ง Spray Aperture เพื่อควบคุมปริมาณอิเล็กตรอนและระบบเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อใช้ในการควบคุมลำอิเล็กตรอนและโฟกัส และนับตั้งแต่ปี ค.ศ. 1960 กล้องจุลทรรศน์ดังกล่าวติดตั้งอุปกรณ์ที่ทำให้สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ บนพื้นผิวตัวอย่างได้[26]

ส่วนประกอบและหลักการทำงานของ SEM ในภาพ 1.8 ส่วนบนสุด เป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนที่เรียกว่า ปืนอิเล็กตรอน (electron gun) อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งและเคลื่อนที่ลงมาตามคอลัมน์สุญญากาศ ด้วยความต่างศักย์เร่ง (Accelerating Voltage) ในช่วง 0-30 kV (บางเครื่องอาจทำได้สูงถึง 50 kV) โดยทิศทางการเคลื่อนที่จะถูกควบคุมด้วยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic lens) 2 ชุดหรือมากกว่า และปริมาณของอิเล็กตรอนจะถูกควบคุมโดยแอฟเพอเจอร์ (aperture) หรือช่องเปิดช่องมีขนาดต่าง ๆ กัน ตามลักษณะการใช้งาน[26]



ภาพ 1.8 ส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM[26]

เลนส์แม่เหล็กชุดแรก ที่เรียกว่า เลนส์คอนเดนเซอร์ (Condenser lens) นับว่าเป็นอุปกรณ์ที่มีความสำคัญที่สุดต่อการควบคุมทัศนศาสตร์อิเล็กตรอน (electron optic) เพราะเป็นเลนส์ที่ทำ

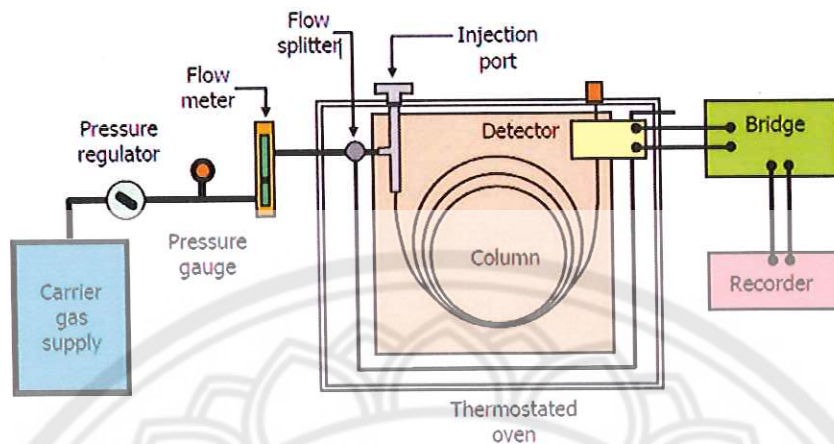
หน้าที่ป้อนอิเล็กตรอนให้วิ่งลงมาจากแหล่งกำเนิดให้เป็นลำให้มีพื้นที่หน้าตัดเล็กลง ส่วนเลนส์วัตถุ (Objective lens) เป็นเลนส์ชุดสุดท้าย จะทำหน้าที่โฟกัสลำอิเล็กตรอน (electron beam) ให้ไปตกบนพื้นผิวของตัวอย่าง โดยมีสแกนคอยล์ (scan coil) ทำหน้าที่กราดลำอิเล็กตรอนให้ไปบนผิวของสารตัวอย่างภายในกรอบสี่เหลี่ยมเล็ก ๆ ซึ่งพื้นที่ผิวของตัวอย่างบริเวณที่ถูกยิงด้วยลำอิเล็กตรอนนี้ จะเกิดสัญญาณ (signal) ต่าง ๆ ขึ้นหลายชนิดในเวลาเดียวกัน และ SEM จะมีอุปกรณ์สำหรับตรวจจับสัญญาณ (Detector) ชนิดต่าง ๆ เหล่านี้ แล้วส่งไปประมวลผลเป็นภาพแสดงบนจอต่อไป[26]

สำหรับเอกซ์เรย์สเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน (Energy dispersive X-ray spectroscopy, EDS) ใช้สำหรับการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์ เป็นระบบที่นิยมใช้กันมากในกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) เนื่องจากสามารถวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของวัตถุและใช้เวลาไม่นานในการวิเคราะห์โดยเทคนิค EDS มีหลักการวิเคราะห์คือ เมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนในชั้นที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงกว่า พลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) ของชั้นโคจรอิเล็กตรอนจึงหลุดจากวงโคจรทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจรหลังจากนั้นอะตอมที่อยู่ในสภาวะถูกกระตุ้นจะลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดออกไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน โดยการปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของรังสีเอกซ์แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับความแตกต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอน และเฉพาะของธาตุนั้นๆ[10][26]

1.6 แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography)[10]

แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography) แก๊สโครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคที่ใช้แยกสารผสมโดยใช้แยกสารที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นแก๊สเฟสได้ที่อุณหภูมิหนึ่งภายในคอลัมน์จะบรรจุด้วยตัวที่ทำหน้าที่แยกเรียกว่า เฟสคงที่ (stationary phase) เมื่อนำสารผสมเข้าไปในคอลัมน์ซึ่งจะมีแก๊สพา (carrier gas) หรือเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) ไหลผ่านด้วยอัตราเร็วที่เหมาะสม ทำให้สารละลายแยกออกจากกันด้วยการกระจายตัวที่แตกต่างกันของแก็สระหว่างเฟสเคลื่อนที่และเฟสคงที่ สารผสมจะถูกแยกที่คอลัมน์หลังจากนั้นสารแต่ละตัวจะถูกแยกมายังหน่วยตรวจวัดสัญญาณ (Detector) สัญญาณที่เกิดขึ้น สามารถเขียนออกมาเป็นโครมาโทแกรมด้วยเครื่อง recorder ที่ต่อเข้ากับ printer จึงสามารถทำให้ทราบถึงองค์ประกอบของสารตัวอย่างได้

แก๊สโครมาโทกราฟีประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังต่อไปนี้



ภาพ 1.9 ส่วนประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี[27]

1. แก๊สพา (Carrier gas) แก๊สพาทำหน้าที่พาไอของสารตัวอย่างผ่านเข้าไปในคอลัมน์ แก๊สพานี้จะต้องมีการควบคุมอัตราการไหลให้คงที่เสมอ ซึ่งสามารถเลือกใช้อัตราการไหลที่เหมาะสมได้ตามต้องการโดยใช้ตัวควบคุมความดัน โดยปกติจะอยู่ในช่วง 10-50 psi หรือ 25-150 มิลลิลิตรต่อนาที เพราะอัตราการไหลจะมีความสำคัญ คือ

- มีผลต่อค่า Retention time ขององค์ประกอบของสารที่ผ่านคอลัมน์ ถ้าอัตราการไหลเร็วจะทำให้องค์ประกอบของสารออกจากคอลัมน์ได้เร็ว และพีคที่ได้จะมีลักษณะแคบ

- มีผลต่อขนาดของสัญญาณของเครื่องดีเทคเตอร์ คือ ถ้าไหลช้าจะทำให้ความสูงของพีคเพิ่มขึ้น โดยทั่วไปแล้วแก๊สพาที่นิยมใช้ได้แก่ ไนโตรเจน ฮีเลียม ไฮโดรเจน เป็นต้น

2. ระบบฉีดตัวอย่าง (injection port system) การฉีดตัวอย่างเข้าไปในคอลัมน์โดยผ่าน septum ที่ทำจากยางซิลิโคนที่มีความยืดหยุ่นต้องใช้ในปริมาณที่น้อยที่สุดและรวดเร็วที่สุด ดังนั้นสารตัวอย่างที่ถูกฉีดเข้าไปจะกลายเป็นไออย่างรวดเร็วที่บริเวณ sample chamber ที่ต้องมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของสารตัวอย่างแต่ต้องไม่สูงจนทำให้สารตัวอย่างเกิดการสลายตัว ดังนั้น septum ที่ดีควรจะเกิดจากการขยายตัวต่ำ มีความต้านทานในการรั่ว โดยสามารถใช้ได้ที่อุณหภูมิมากกว่า 375 องศาเซลเซียส ซึ่งง่ายต่อการใช้เข็มฉีด (syringe) แทงลงไปได้ และที่สำคัญสามารถผ่านการฉีดสารได้หลาย ๆ ครั้ง

3. คอลัมน์ (Column) คอลัมน์เป็นส่วนที่สำคัญที่สุดในการแยกสารด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี เมื่อแก๊สผสมหรือไอของสารที่ปนกันอยู่ในสารตัวอย่างผ่านคอลัมน์ สารที่ใช้บรรจุในคอลัมน์จะทำหน้าที่เป็นตัวแยกแก๊สหรือไอของสารผสมเหล่านั้นออกจากกันเป็นส่วน ๆ

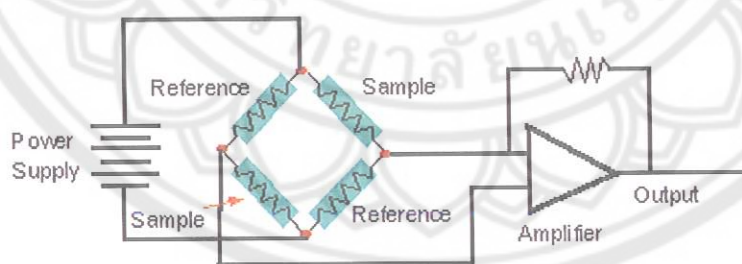
คอลัมน์ที่ใช้ในแก๊สโครมาโทกราฟีมี 2 ประเภท คือ

1. Packed column มีอยู่ 2 ชนิดคือ partition column และ adsorption column สำหรับ partition column เป็นคอลัมน์ที่บรรจุด้วยอนุภาคของแข็งที่มีสมบัติเฉื่อย (inert solid) แล้วฉาบด้วยสารอินทรีย์ที่เรียกว่า liquid phase สำหรับอีกชนิดหนึ่งเป็นคอลัมน์ที่บรรจุด้วยอนุภาคของสารดูดซับ เช่น alumina active charcoal silica gel หรือ molecular sieves เป็นต้น

2. Capillary column คอลัมน์ชนิดนี้โดยทั่วไปเป็นหลอดรูเล็ก ๆ กลวง ทำด้วยเหล็กกล้าหรือเหล็กไร้สนิมคือ แก้ว quartz (fused silica) มีรัศมีภายใน 0.3-0.6 มิลลิเมตร ภายในฉาบผิวด้วย liquid phase เป็นฟิล์มบาง ๆ หลอดรู โดยอาจจะมีความยาว 25-100 เมตร ซึ่งคอลัมน์ชนิดนี้มีประสิทธิภาพในการแยกที่ดี

4. ดีเทคเตอร์ (Detector) ดีเทคเตอร์เป็นส่วนที่ทำหน้าที่สำหรับตรวจวัดสารแต่ละชนิดที่จะถูกแยกออกมาจากคอลัมน์ ซึ่งดีเทคเตอร์ควรจะมียุทธศาสตร์เฉพาะในการตอบสนองต่อสารเคมีที่ต้องวิเคราะห์ มีสภาพไวสูง (high sensitivity) สัญญาณรบกวนที่เกิดขึ้นควรมีน้อยมาก (noise) มีความเฉพาะเจาะจงต่อสารที่ต้องวิเคราะห์ มีการตอบสนองต่อสารบางอย่างรวดเร็วแม้สารจะมีปริมาณน้อย และไม่ทำลายหรือเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของสารที่ต้องการวิเคราะห์ และผลที่ได้จากเครื่องดีเทคเตอร์จะต้องเหมือนกันทุกครั้ง เมื่อใช้สารตัวอย่างชนิดเดียวกัน ดีเทคเตอร์ที่ใช้ทางแก๊สโครมาโทกราฟีมีหลายชนิดขึ้นกับวัตถุประสงค์การใช้งานและคุณสมบัติของสารตัวอย่าง

สำหรับงานวิจัยนี้ใช้ Thermal Conductivity Detector (TCD) เป็นดีเทคเตอร์ เพราะเป็นเครื่องที่ทำง่าย ราคาถูก และใช้ได้กว้างขวาง หลักการของดีเทคเตอร์ชนิดนี้อยู่บนพื้นฐานที่ว่าวัตถุที่ร้อนจะมีการเสียความร้อนไปด้วย อัตราเร็วมากขึ้นขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของแก๊สที่อยู่รอบๆ จากอัตราการเสียความร้อนนี้ สามารถนำไปใช้ในการวัดหรือหาค่าประกอบของแก๊สได้ ลักษณะของดีเทคเตอร์จะมีลักษณะเป็นเส้นลวด (filament) ถูกทำให้ร้อนด้วยอุณหภูมิคงที่จากการผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไป เส้นลวดนี้จะสอดไว้ในช่อง ของแท่งโลหะ (metal block) ที่ทำให้ร้อนที่อุณหภูมิหนึ่ง และอุณหภูมิที่ต่างกันของเส้นลวดกับแท่งโลหะ มีผลต่อสภาพไวของดีเทคเตอร์ด้วย แสดงดังภาพ 1.10 สำหรับแก๊สพาที่ใช้กับ TCD นั้น ควรจะเป็นแก๊สไฮโดรเจน (H_2) หรือแก๊สฮีเลียม (He) ซึ่งมีค่าสภาพนำความร้อนสูง 41.6×10^5 และ 34.8×10^5 CGS Unit ตามลำดับ (สภาพนำความร้อนคือ ค่า mobility หรือ speed ของโมเลกุลที่เกิดการแพร่)[10]



© CHP 1995

ภาพ 1.10 Thermal Conductivity Detector (TCD)[28]

Detector เป็นอีกส่วนหนึ่งของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่จะทำให้การวิเคราะห์เกิดขึ้นสมบูรณ์ ปัจจัยอีกอันหนึ่งที่มีผลต่อการแยกสารโดยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี คืออุณหภูมิภายในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีจะมีส่วนที่ทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิเรียกว่า Thermostated Oven ซึ่งจะทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิของ injection port column และ detector การควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์สามารถทำได้ 2 แบบ คือ

1. Isothermal temperature program เป็นการควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ให้คงที่ตลอดการวิเคราะห์ ใช้สำหรับแยกสารที่มีจุดเดือดต่างกันไม่มาก
2. Temperature program ใช้สำหรับแยกสารที่มีจุดเดือดใกล้เคียงกันและต่างกันผสมรวมกันอยู่

นอกจากนี้การวิเคราะห์ข้อมูลทางแก๊สโครมาโตกราฟีแบ่งเป็น 2 ประเภท คือ

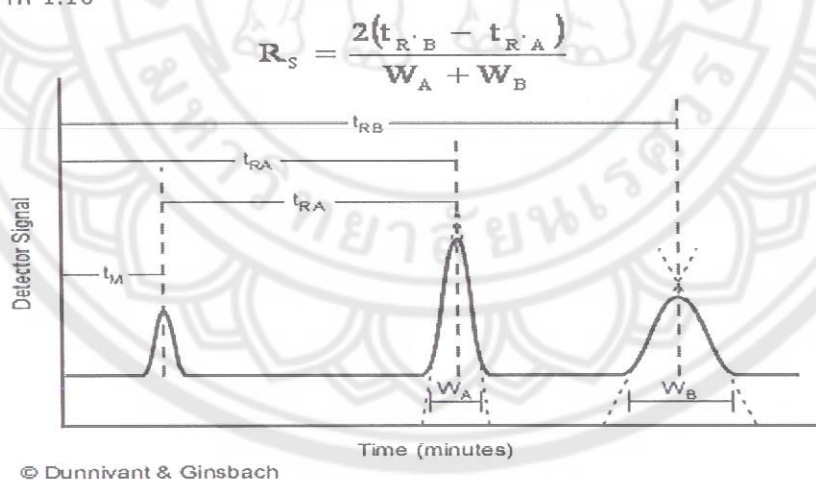
ก. การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

Retention time (R_T หรือ t_R) คือ เวลาที่สารแต่ละชนิดใช้ในการเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์นับจากเวลาเริ่มต้นของการวิเคราะห์ถึงตำแหน่งเวลาที่ detector อ่านสัญญาณสูงสุดของพีคจากการตรวจวัดสารนั้นๆ

ข. การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

การวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วย GC ได้รับความนิยมสูงมากโดยเทคนิคต่างๆที่ใช้ในการหาปริมาณของสารมี 3 เทคนิคคือ external standard method, internal standard method และ standard addition method

โดย retention time เป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละชนิดในสภาวะการวิเคราะห์เดียวกัน ทั้งชนิดของคอลัมน์และอุณหภูมิที่ใช้ค่า retention time ของสารชนิดเดียวกันที่วิเคราะห์ได้ควรจะต้องคงที่หรือมีค่าใกล้เคียงกันมากที่สุด ดังนั้นการตรวจพิสูจน์ชนิดของสารองค์ประกอบใดๆ ในของผสมสามารถทำได้โดยการเปรียบเทียบค่า retention time ระหว่างสารผสมกับสารมาตรฐาน อย่างไรก็ตามพีคที่ได้จากโครมาโทแกรมที่ต้องการจะต้องมีลักษณะและการแยกที่เหมาะสมซึ่งสามารถทราบได้จากภาพ 1.10



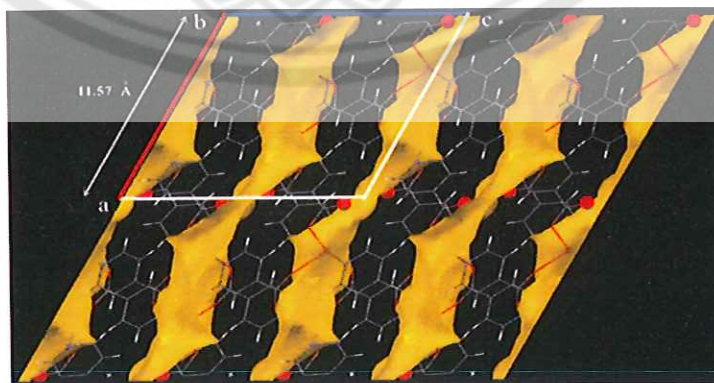
ภาพ 1.11 โครมาโทแกรมที่แสดง retention time และการคำนวณหาค่าการแยก(Resolution)[27]

1.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

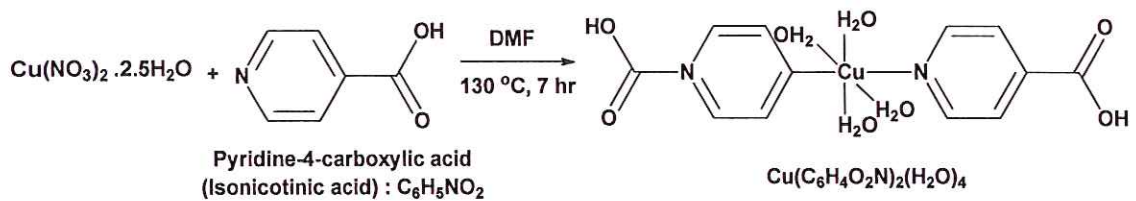
Banglin Chen และคณะ ได้ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์สำหรับแยกสารประกอบแอลเคนโดยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี เนื่องจาก MOFs เป็นสารตระกูลซีโอไลต์ชนิดใหม่ ซึ่งสามารถออกแบบโครงสร้างสารและขนาดของรูพรุนได้ ดังนั้น MOFs จึงมีคุณสมบัติใน

การกักเก็บแก๊ส แยกแก๊สและเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ เนื่องจากสาร MOFs เป็นสารที่มีรูพรุนมากทำให้สามารถดูดซับและมีความเสถียรที่อุณหภูมิสูง ๆ ได้ ในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม การแยกไอโซเมอร์ของแอลเคนเป็นกระบวนการที่สำคัญมาก ดังนั้นทางผู้วิจัยจึงสนใจทำการศึกษาเกี่ยวกับการแยกสารประกอบแอลเคน โดยสังเคราะห์สารที่มีชื่อว่า MOF-508a ซึ่งสังเคราะห์ได้จาก $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ และ H_2BDC และ 4,4'-Bipy โดยมี DMF เป็นทำละลาย สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $90\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำ MOF-508a ที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี พบว่าสามารถแยกไอโซเมอร์ต่าง ๆ ของสารประกอบแอลเคนได้[12]

จากรายงานการวิจัยที่ผ่านมา มีการนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs ไปประยุกต์ใช้งานวิจัยด้วยเทคนิคต่าง ๆ มากมาย[29-34] อาทิเช่น การเก็บสารตัวอย่าง (Sample Collection) การแยกทางโครมาโทกราฟีซึ่งมีทั้งแบบแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC) และโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) เพื่อปรับปรุงความไว ความจำเพาะ และขีดจำกัดการตรวจวัดของ MOFs และออกแบบให้เหมาะสมกับการใช้งานในด้านต่าง ๆ ต่อไปนี้ทางแก๊สโครมาโทกราฟีได้มีนักวิจัยพยายามปรับปรุงและพัฒนาการสังเคราะห์วัสดุดังกล่าว เช่น MOF-5 ซึ่งมีคุณสมบัติใกล้เคียงกับซีโอไลต์มาประยุกต์ใช้ในการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอน เช่น ไอโซเมอร์อัลเคน[11] ดังนั้นในการวิจัยนี้จึงมีความสนใจในการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs) ซึ่งเป็นวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ในกลุ่ม Cu-Isonicotinate ซึ่งสังเคราะห์ได้จากทองแดงและสารอินทรีย์ที่เป็นตัวเชื่อม Isonicotinic acid ได้ใช้ชื่อว่า NEW-1 (ผู้วิจัยตั้งชื่อ MOFs ชนิดใหม่นี้เพื่อเป็นเกียรติแก่ Newcastle University : UK) [13] วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ NEW-1 ($Cu(4-C_5H_4N-COO)_2(H_2O)_4$) สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคโซลโวเทอร์มอล มีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็กสี่เหลี่ยม (Micro crystal) โครงสร้างของ MOFs (NEW-1) เป็นแบบโมโนคลินิกกลุ่ม $P2_1/c$ และเป็นโครงข่ายสามมิติซึ่งอะตอมของทองแดงจะจับกับลิแกนด์ของ isonicotinic acid โครงสร้างของ MOFs (New-1) จะต่อกันโครงข่ายโดยมีขนาดของช่องหรือรูพรุน $6.092 \times 6.092\text{ \AA}$ โดยในช่องว่าง *N,N*-Dimethylformamide อยู่ภายใน และเมื่อให้ความร้อนจนโมเลกุลของตัวทำละลายระเหยไปจะทำให้เกิดโพรงหรือรูพรุนขึ้น โดยมีความหนาแน่นและขนาดของรูพรุน คือ 1.319 g cm^{-3} และ $0.269\text{ cm}^3\text{ g}^{-1}$ ตามลำดับ เมื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยวิธี BET มีพื้นที่ผิวคือ $308\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$ ดังภาพ 1.12 และ 1.13[2][3][13][14][35]



ภาพ 1.12 MOFs (New-1) ที่ได้จากการสังเคราะห์มีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็กสี่เหลี่ยม (Micro crystal) มีโมเลกุลของตัวทำละลายอยู่ภายในโครงสร้าง[13]



ภาพ 1.13 ปฏิกิริยาของการเกิดผลิตภัณฑ์ของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ Cu-isonicotinate[35]

งานวิจัยนี้จึงได้นำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1) ดังกล่าวมาพัฒนาและประยุกต์ใช้ในการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนเช่น ไอโซเมอร์ของอัลเคน ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี โดยใช้คอลัมน์แบบ Packed column ที่มีในห้องปฏิบัติการเคมีทั่วไป เพื่อเป็นแนวทางในการศึกษาและพัฒนาปรับปรุงประสิทธิภาพการแยกด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีต่อไป

1.8 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (Metal Organic Framework, MOFs)
2. เพื่อศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ และตรวจสอบคุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs) ด้วยเทคนิคต่างๆ เช่น XRD, FTIR, SEM/EDS
3. เพื่อประยุกต์ใช้วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs) ในทางแก๊สโครมาโทกราฟี

1.9 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ทำการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (Metal Organic Framework, MOFs)
2. ศึกษาปัจจัยที่มีผลในการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs)
3. วิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR, XRD และ SEM/EDS
4. นำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs) ไปทดสอบใช้ในคอลัมน์ทางแก๊สโครมาโทกราฟี

1.10 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้วิธีการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs) ที่เหมาะสม
2. ทำให้ทราบคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs)
3. สามารถนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs) ที่สังเคราะห์ได้ ไปทดแทนวัสดุที่ใช้ในการ Packed columns ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีได้

บทที่ 2 วิธีดำเนินงานวิจัย

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

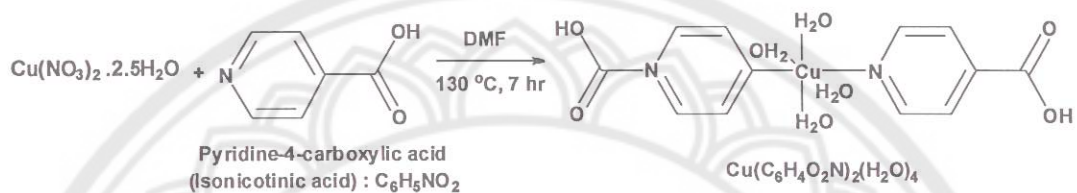
1. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffactometer, XRD) Expert; Panalytical, Netherlands
2. เครื่องอินฟราเรดสเปคโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy) พร้อมเครื่องตรวจวัดแบบ DTGS Mid-IR (KBr) and DTGS Far-IR, Spectrum GX; Perkin Elmer, USA
3. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography ,GC) พร้อมเครื่องตรวจวัดแบบ Flam ionization detector (FID), STAR 3400; varian, USA
4. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron ,SEM) รุ่น Leo1455VP และติดตั้งอุปกรณ์พิเศษ (EDS) เพื่อตรวจหาธาตุในตัวอย่าง
5. คอลัมน์ขนาด 1/8 inch x 2.1 mm ID 2 m Stanless Steel Tubing
6. 10% Carbowax 20 M on Chromasorb W HP Packed column
7. โถดูดความชื้น (Desicator)
8. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ: Adventurer รุ่น: DNAUS
9. Hot plate ยี่ห้อ : IKA C-MAG รุ่น : Hs7
10. ชุดกรองสูญญากาศ
11. กระดาษกรอง เบอร์ 1 ยี่ห้อ: Whatsman No.1
12. อุปกรณ์เครื่องแก้วพื้นฐาน

2.2 สารเคมี

1. *N,N*-Dimethyl formamide: $\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$ (MW 73.09) Assay(GLG) 99.8%; บริษัท Ajax Finechem Pty Ltd
2. Pyridine-4-carboxylic acid (Isonicotinic acid) : $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$ (MW 123.11) Assay 99% °C ; บริษัท Sigma-Aldrich Chemistry
3. Copper (II) nitrate (himipentahydrate) $\text{CuN}_2\text{O}_6 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$; บริษัท Sigma-Aldrich Chemistry
4. Ethanol: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (M.W.=46.07) A.R.grade, 99.9% ; ACL Labscan
5. Pentane: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$ (M.W.=72.15) A.R.grade, 99.0% ; Carloerba
6. Hexane: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$ (M.W.=86.18) A.R.grade, 95.0% ; ACL Labscan
7. Heptane: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}_3$ (M.W.=100.20) A.R.grade, 97.0% ; ORGANICS
8. Xylene: $\text{C}_5\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$ (M.W.=106.2) A.R.grade,97.0% ; ACL Labscan
9. Acetone: $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ (M.W.=58.08) A.R.grade, 99.0% ; ORGANICS

2.3 วิธีการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์

การสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ จะทำตามวิธีการสังเคราะห์ NEW-1 ที่เคยมีงานวิจัยก่อนหน้านี้มาแล้ว สังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิ 130 °C เป็นเวลา 7 ชั่วโมงและทำการกรองด้วยวิธีการกรองสุญญากาศตามวิธีมาตรฐาน โดยในงานนี้ได้ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ เพื่อยืนยันการสังเคราะห์ของงานวิจัยก่อนหน้านี้ว่าสามารถทำได้จริง และเพื่อศึกษาหาวิธีการสังเคราะห์ที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์นี้



ภาพ 2.1 ปฏิกริยาการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ Cu-isonicotinate[35]

2.3.1 ขั้นตอนการการละลาย Isonicotinic acid กับ *N,N*-Dimethyl formamide

ซึ่ง Isonicotinic acid 0.15XX กรัม ละลายด้วย *N,N*-Dimethyl formamide 20 ml ในบีกเกอร์ 50 ml โดยต้องใส่ปริมาณ *N,N*-Dimethyl formamide ให้มากเกินพอ เพื่อละลาย Isonicotinic acid จนหมด จะได้สารละลายสีขาวขุ่น จากนั้นให้ความร้อนแก่สารละลายที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จะได้สารละลายใส

2.3.2 ขั้นตอนการผสมสารละลายกับ Copper (II) nitrate

ซึ่ง Copper (II) nitrate 0.11XX กรัม แล้วนำมาผสมลงในสารละลายข้างต้น คนจนสารละลายเข้ากัน แล้วให้ความร้อนต่อที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2-3 นาที จะได้สารละลายสีฟ้าขุ่น เมื่อให้อุณหภูมิสักพักสารจะสีเข้มขึ้น

2.3.3 ขั้นตอนการให้ความร้อนแก่สารละลายในขวดก้นกลม

นำสารละลายใส่ขวดก้นกลม ปิดขวดให้สนิท และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 ชั่วโมง เมื่อให้อุณหภูมิสักระยะหนึ่ง จะเห็นว่าสารเกิดการแยกชั้นกัน โดยด้านล่างจะเป็นผลึกสีน้ำเงิน ด้านบนจะเป็นสารละลายใส แยกชัดเจนอย่างชัดเจน

2.3.4 ขั้นตอนการกรองสาร

เมื่อให้ความร้อนครบ 7 ชั่วโมงแล้ว ปล่อยให้เย็นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปกรองด้วยการกรองแบบสุญญากาศ จะได้ผลึกสีน้ำเงินเข้ม

2.4 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ MOFs

2.4.1 ขนาดภาชนะที่ใช้ในการสังเคราะห์ MOFs

- ขวดก้นกลมขนาด 50 มิลลิลิตร
- ขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร

*หมายเหตุ : ทำตามวิธีการสังเคราะห์ข้างต้นโดยเปลี่ยนขนาดของขวดก้นกลมตามขนาดที่กำหนด

**หมายเหตุ : ใช้ปริมาณสารตั้งต้นเท่ากันทั้งสองภาชนะที่ใช้ในการสังเคราะห์

2.4.2 อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ MOFs

- อุณหภูมิ 80 °C
- อุณหภูมิ 130 °C
- อุณหภูมิ 150 °C

*หมายเหตุ : ทำตามวิธีการสังเคราะห์ข้างต้นโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการให้ความร้อนตามที่กำหนด

**หมายเหตุ : ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่โดยใช้กระบะทราย และใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิตลอดเวลา

2.4.3 เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ MOFs

- เวลา 5 ชั่วโมง
- เวลา 7 ชั่วโมง
- เวลา 9 ชั่วโมง

*หมายเหตุ : ทำตามวิธีการสังเคราะห์ข้างต้นโดยเปลี่ยนเวลาในการให้ความร้อนตามที่กำหนด

ตาราง 2.1 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์

วิธีการทดลอง	ขนาดภาชนะ (mL)	อุณหภูมิที่ใช้ (°C)	เวลาที่ใช้ (ชั่วโมง)
1	50	130	7
2	100	130	7
3	50	80	7
4	50	130	7
5	50	150	7
6	50	130	5
7	50	130	7
8	50	130	9

2.5 การศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์

2.5.1 วิเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

2.5.2 วิเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตร

มิเตอร์

2.5.3 วิเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2.6 การวิเคราะห์ข้อมูลจากการสังเคราะห์

ในการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์จำเป็นต้องมีความแม่นยำในการสังเคราะห์ เพื่อให้ได้วัสดุที่มีคุณภาพและมีคุณลักษณะแบบที่ต้องการ โดยความแม่นยำของการสังเคราะห์แต่ละ

ครั้งอาจเกิดจากการซึมน้ำหนักของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง หรือเกิดจากผู้ทำการทดลอง ดังนั้นเพื่อให้การสังเคราะห์มีประสิทธิภาพสูงสุดจึงทำการหาความแม่นยำในการสังเคราะห์วัสดุแต่ละครั้ง โดยนำน้ำหนักของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ที่ใช้ปัจจัยเดียวกัน มาใช้ในการคำนวณหาความแม่นยำของการสังเคราะห์ โดยจะคำนวณหาค่าเฉลี่ยของน้ำหนักผลึก (average) ค่าพิสัย (Range) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, SD) ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Deviation, RSD)

2.7 การนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้มาประยุกต์ใช้ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

2.7.1 การทำ packed column แก๊สโครมาโทกราฟี

ทำการบรรจุวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ลงในคอลัมน์ที่ทำด้วย Stainless steel ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.1 มิลลิเมตร กว้าง 1/8 นิ้ว และยาว 2 เมตร

2.7.2 การเตรียมสารประกอบไฮโดรคาร์บอน

ทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานของเพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีน ที่ความเข้มข้น 1% ในขวดปริมาตร 10 มิลลิลิตร

2.7.3 การแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

1) ทำการเปิดแก๊ส และตั้ง parameter ต่างๆ ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยใช้เทอร์มัลคอนดักติวิตี (Thermal Conductivity Detector, TCD) เป็นดีเทคเตอร์ จากนั้นทิ้งไว้ประมาณ 1 ชั่วโมงหรือรอจนอุณหภูมิได้ตามที่กำหนดไว้

การทดลองนี้ใช้ระบบการตั้งอุณหภูมิของคอลัมน์เป็น 2 แบบ คือ isocratic program และ temperature program ภายใต้สภาวะการทดลองดังนี้

- isocratic program

แก๊สพา: H₂ อัตราการไหล: 30 มิลลิลิตร/นาที

อุณหภูมิคอลัมน์ : 80 องศาเซลเซียส

อุณหภูมิของอินเจคเตอร์ : 160 องศาเซลเซียส

อุณหภูมิของดีเทคเตอร์ : 170 องศาเซลเซียส

- temperature program

แก๊สพา: H₂ อัตราการไหล: 30 มิลลิลิตร/นาที

อุณหภูมิคอลัมน์: 40 องศาเซลเซียส, 1 นาที

: 150 องศาเซลเซียส, rate 4 องศาเซลเซียส/นาที

: 150 องศาเซลเซียส, 7 นาที

อุณหภูมิของอินเจคเตอร์ : 160 องศาเซลเซียส

อุณหภูมิของดีเทคเตอร์ : 170 องศาเซลเซียส

2) ก่อนทำการฉีดควรทำการล้าง microsyringe ขนาด 10 μ L ด้วยอะซิโตน ประมาณ 3-4 ครั้ง และตามด้วยน้ำ DI ประมาณ 3-4 ครั้ง จากนั้นตามด้วยสารที่จะฉีดอีก 3-4 ครั้ง และเช็ดปลายเข็มให้แห้ง ก่อนฉีดเข้าเครื่อง GC

3) จากนั้นทำการฉีดสารต่างๆ ด้วยระบบ isocratic program

- 4) ทำการฉีดสารละลายผสมของสารมาตรฐานทั้ง 4 ชนิด ด้วย microsyringe จำนวน 1 μL ที่ตำแหน่ง injection port เข้าเครื่อง GC รอกนโครมาโทแกรม เกิดพีคของสารขึ้นสมบูรณ์
- 5) เครื่องจะทำการประมวลผลข้อมูล ทำการศึกษา Retention Time และลักษณะการแยกของสารละลายผสมของสารมาตรฐานทั้ง 4 ชนิด จากนั้นรอกนเครื่องพร้อมใช้งาน ทำการฉีดสารซ้ำอีกครั้ง
- 6) ทำการฉีดสารเป็นสารมาตรฐานแต่ละชนิด คือ เพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีนตามลำดับ เพื่อตรวจสอบค่า Retention Time เทียบกับสารละลายมาตรฐานผสม
- 7) ทำการเปลี่ยนอุณหภูมิของคอลัมน์เป็นระบบ temperature program จากนั้นทำการฉีดสารตามขั้นตอนข้อ 4-6



บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

ในการทดลองครั้งนี้แบ่งการศึกษาออกเป็น 4 ส่วน คือ 1) การศึกษาสมบัติของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์จากวิธีการสังเคราะห์ที่เหมาะสมแล้ว และนำผลที่ได้มาใช้ในการอ้างอิง MOFs (NEW-1) 2) การศึกษาปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการสังเคราะห์ที่ทำให้ได้ผลึกเหมือนกับ MOFs (NEW-1) โดยใช้เทคนิค XRD, FTIR และ SEM ในการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและทางเคมี 3) การวิเคราะห์ความแม่นยำของวิธีการสังเคราะห์นี้ 4) การนำไปประยุกต์ใช้ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

3.1 ผลการศึกษาสมบัติของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1)

เนื่องจากผู้วิจัยมีวัตถุประสงค์ที่จะนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์มาประยุกต์ใช้ในทางโครมาโทกราฟี และจะนำวิธีการสังเคราะห์ที่เหมาะสมแล้วมาใช้ในการสังเคราะห์ต่อไป จึงต้องมีการศึกษาคูณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่ใช้อ้างอิง MOFs (NEW-1) เพื่อใช้เปรียบเทียบกับวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้

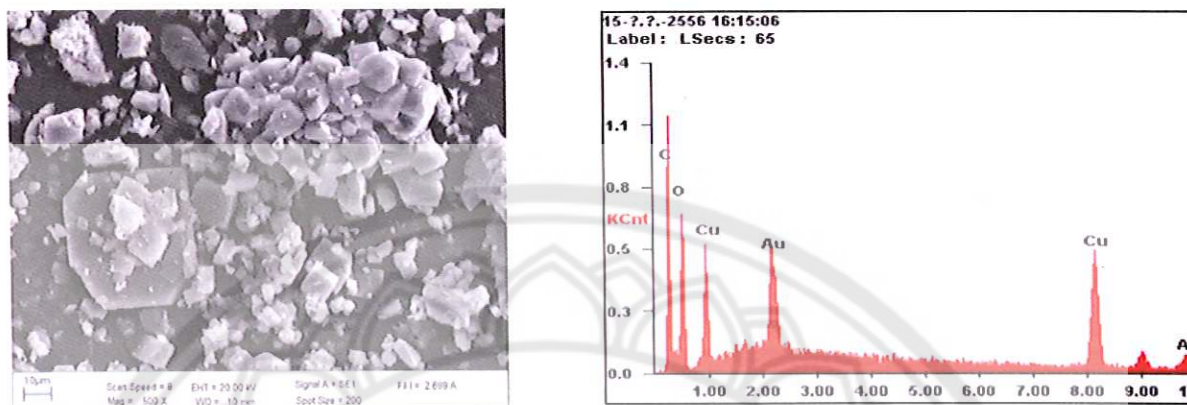
3.1.1 ผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1)

โครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1) ที่สังเคราะห์ได้จากห้องปฏิบัติการคณะสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยมหาสารคาม มีลักษณะเป็นผลึกสีน้ำเงินเข้ม แสดงดังภาพ 3.1



ภาพ 3.1 ลักษณะผลึกของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1)

3.1.2 ผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพของ MOFs (NEW-1) ด้วยเทคนิค SEM/EDS

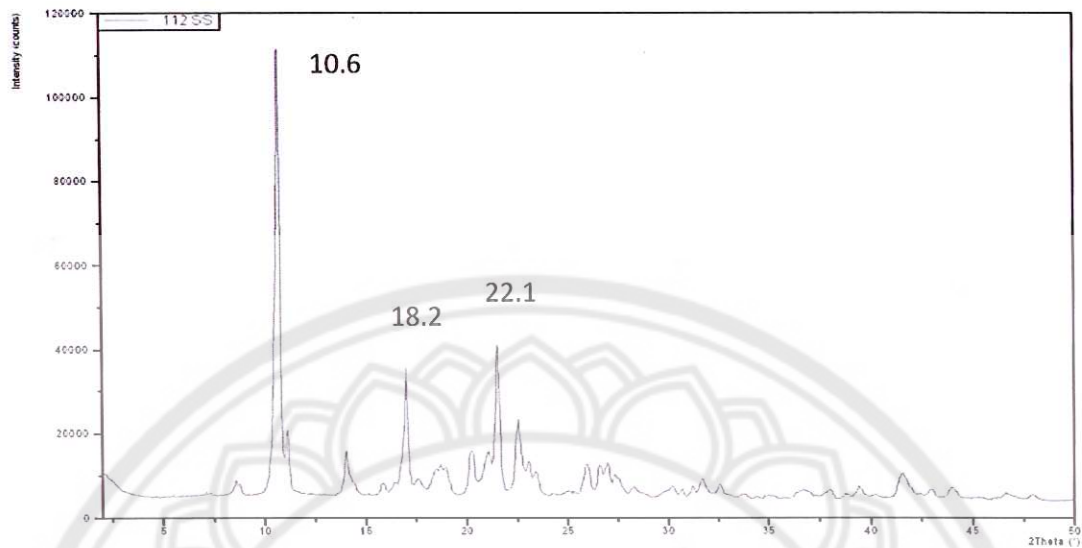


ภาพ 3.2 SEM/EDS ของ MOFs (NEW-1)

จากภาพ 3.2 ผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพของ MOFs (NEW-1) ด้วยเทคนิค SEM เพื่อศึกษาพื้นผิวของ MOFs (NEW-1) จากภาพถ่าย MOFs (NEW-1) ด้วยเทคนิค SEM พบว่า MOFs (NEW-1) มีลักษณะเป็นผลึกกระจายทั่วพื้นผิวของสาร และจากเทคนิค EDS ซึ่งสามารถวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของนั้น พบว่าเกิดพีคของคอปเปอร์เนื่องจากเป็นองค์ประกอบหลักในการเกิดผลึกของ MOFs (NEW-1) อีกทั้งยังพบพีคของคาร์บอนและออกซิเจนซึ่งเป็นองค์ประกอบอื่นในโครงสร้างของ MOFs (NEW-1) อีกด้วย

3.1.3 ผลการศึกษาโครงสร้างของ MOFs (NEW-1) ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)

X-ray Diffraction เป็นเทคนิคที่ใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกของสารตัวอย่าง ซึ่งจะให้ข้อมูลเกี่ยวกับวิภาคของสารตัวอย่างว่ามีลักษณะเป็นอสัณฐานหรือเป็นผลึก สามารถศึกษาโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง อีกทั้งยังสามารถหาลำดับขององค์ประกอบของสารตัวอย่าง และตำแหน่งของพีคจะแสดงถึงลักษณะเฉพาะของธาตุ

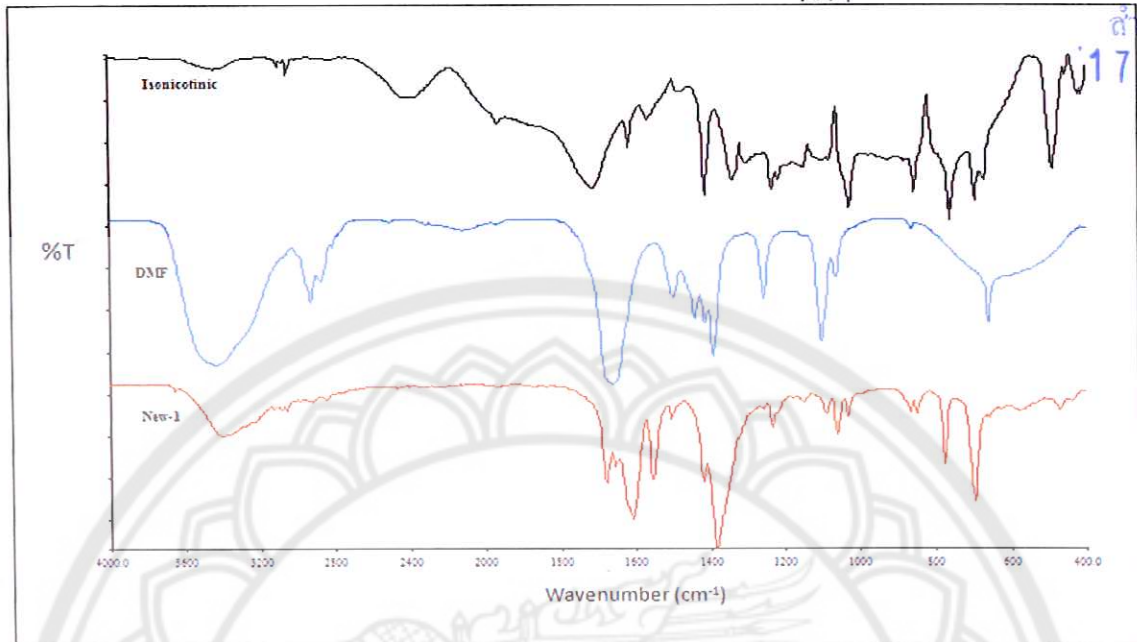


ภาพ 3.3 สเปกตรัม XRD ของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1)

ผลการศึกษาสเปกตรัม XRD ของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1) ให้พิกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 10.6° , 18.2° และ 22.1° จากค่าของตำแหน่ง 2θ นั้นจะแสดงถึงระนาบผลึกของสาร เนื่องจากสารแต่ละตัวจะมีระนาบผลึกเฉพาะตัว ดังนั้นเมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้มาทำการศึกษามีระนาบผลึกด้วยเทคนิค XRD สเปกตรัมของสารที่สังเคราะห์จะต้องให้ค่าตำแหน่ง 2θ ใกล้เคียงกับ MOFs (NEW-1) จึงจะสามารถบอกได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้ เป็นสารกลุ่ม Cu-isonicotinate เช่นเดียวกับ MOFs (NEW-1)

3.1.4 ผลการศึกษาลักษณะหมู่โครงสร้างและหมู่ฟังก์ชันเฉพาะของ MOFs (New-1) ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

ผลการศึกษาวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (New-1) ด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี เป็นเทคนิคที่สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันได้อย่างคร่าว ๆ เป็นการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันซึ่งจะมีลักษณะของสเปกตรัมที่เฉพาะเจาะจงของสารแต่ละตัว เนื่องจากจะมีพิกเกิดขึ้นที่ตำแหน่งต่าง ๆ ตามหมู่ฟังก์ชันแล้วนำผลที่ได้ซึ่งเป็นสเปกตรัมของสารนั้นไปเทียบกับสเปกตรัมของสารที่ทราบอยู่แล้ว ถ้ามีสเปกตรัมเหมือนกันก็จะเป็นสารชนิดเดียวกัน และเทคนิคนี้สามารถศึกษาโครงสร้างทางเคมีของสาร และศึกษาเกี่ยวกับโมเลกุลของสาร



ภาพ 3.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของ Isonicotinic acid, *N,N*-Dimethylformamide และวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (New-1)

ตาราง 3.1 เลขคลื่นอินฟราเรดสเปกตรัม FT-IR และหมู่ฟังก์ชันของ Isonicotinic acid, *N,N*-Dimethylformamide และวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1)

ช่วงความถี่ของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (cm ⁻¹) [41]	Isonicotinic acid (cm ⁻¹)	DMF (cm ⁻¹)	MOFs (NEW-1) (cm ⁻¹)	หมู่ฟังก์ชันที่พบ
3600-3200	3441	3644	3460	-OH
2975-2860	3103, 3053	2933, 2876	3103, 3061	-CH
1715-1645	1714	1669	1678	-C=O
1690-1520	1616	-	1606	-C=N, -C=C
1470-1365	1412, 1336	1413, 1390	1417, 1383	-CH
1020-1220	-	1101, 1063	-	-CN

ผลจากการศึกษาสเปกตรัม FT-IR และหมู่ฟังก์ชันของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1) เป็นการศึกษาเพื่อหาหมู่ฟังก์ชันของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (NEW-1) เพื่อเปรียบเทียบกับวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้น จากภาพ 3.4 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของ Isonicotinic acid, *N,N*-Dimethylformamide และวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ MOFs (New-1) เนื่องจาก Isonicotinic acid เป็นสารตั้งต้นที่ทำปฏิกิริยากับ Cu(NO₃)₂·2.5H₂O โดยมี *N,N*-Dimethylformamide เป็นตัวทำละลายและได้ผลิตภัณฑ์เป็น Cu-isonicotinate ซึ่งจะปรากฏที่คหมู่

ฟังก์ชันของ OH-stretching จากโมเลกุลของคาร์บอกซิลิกที่เชื่อมต่อกับวงไพริดีนและโมเลกุลของ H_2O ที่สร้างพันธะกับไอออนของโลหะคอปเปอร์ ปรากฏพีคของ C=O stretching จากโมเลกุลคาร์บอกซิลิก ปรากฏพีคซ้อนทับกันของ C=C, C=N stretching และพีคของ CH-bending จากโมเลกุลของไพริดีนที่สร้างพันธะผ่านอะตอมไนโตรเจนกับไอออนของคอปเปอร์ และเนื่องจากสารตั้งต้นมีหมู่ไนเตรท (NO_3^-) ดังนั้นจะปรากฏพีคของ N-O stretching มีค่าเลขคลื่นเท่ากับ $867, 851\text{ cm}^{-1}$ เพื่อแสดงถึงการเข้าทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นทั้ง 2 ชนิด ได้เป็นสารประกอบ Cu-isonicotinic หรือ MOFs (NEW-1)

3.2 ผลการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์

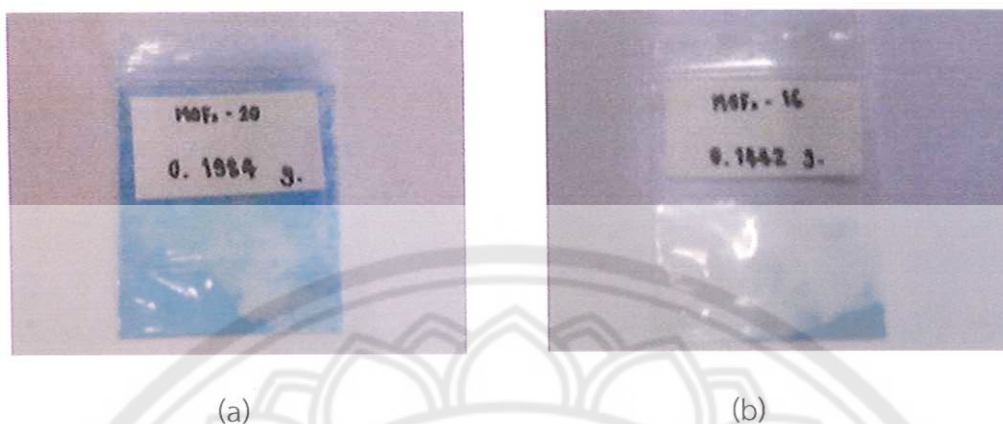
ในการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์เพื่อให้มีประสิทธิภาพสูงสุดจำเป็นต้องศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ดีที่สุด และเป็นการยืนยันวิธีการสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่ใช้อ้างอิง MOFs (New-1) นอกจากนี้เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เพื่อใช้ในการปรับปรุงต่อไป โดยปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ คือ ขนาดของภาชนะ อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์

3.2.1 ผลของภาชนะที่ใช้ในการสังเคราะห์

ทำการศึกษาวิธีการสังเคราะห์ตามขั้นตอน (2.3) โดยทำการเปรียบเทียบภาชนะที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ ขวดก้นกลมขนาด 50 มิลลิลิตรและ 100 มิลลิลิตรและทำการตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้นได้ เช่น สี %yield ลักษณะของผลึกที่ได้ ให้มีลักษณะใกล้เคียงกับ MOFs (NEW-1) ผลการทดลองแสดงดังตาราง 3.2 และภาพ 3.5 (a) และ (b)

ตาราง 3.2 ผลของขนาดของภาชนะที่ใช้ในการให้ความร้อน

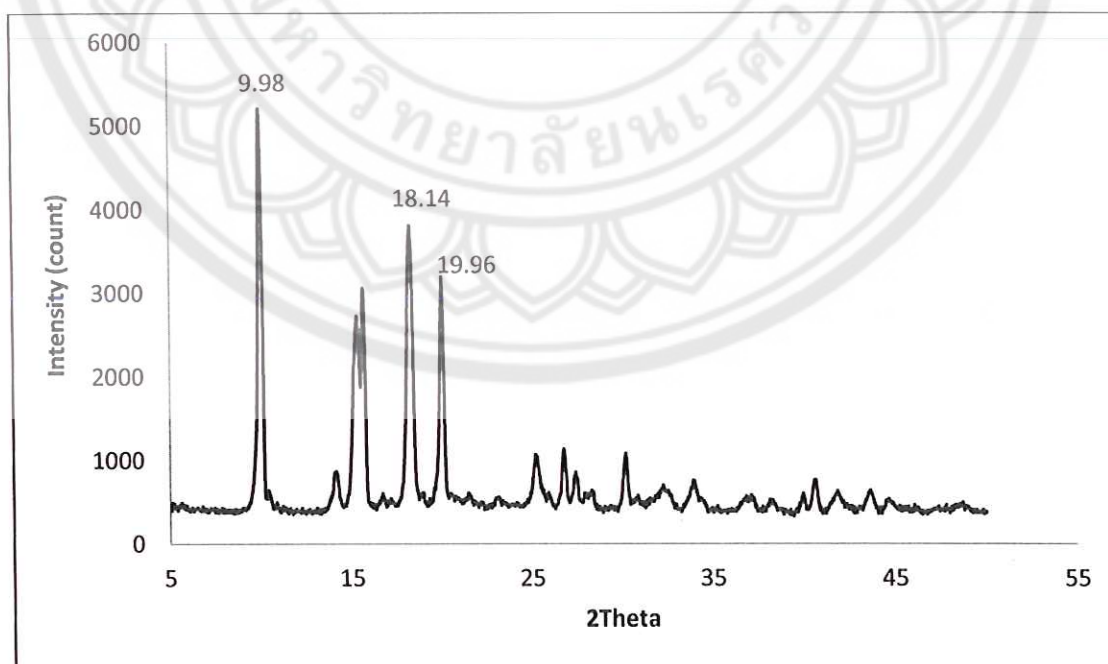
ชื่อ	ภาชนะที่ใช้	%yield	ลักษณะของ MOFs ที่ได้
MOFs-20	50 mL	82%	ได้ผลึกสีฟ้าละเอียด
MOFs-16	100 mL	74%	ได้ผลึกสีฟ้าเข้มละเอียด



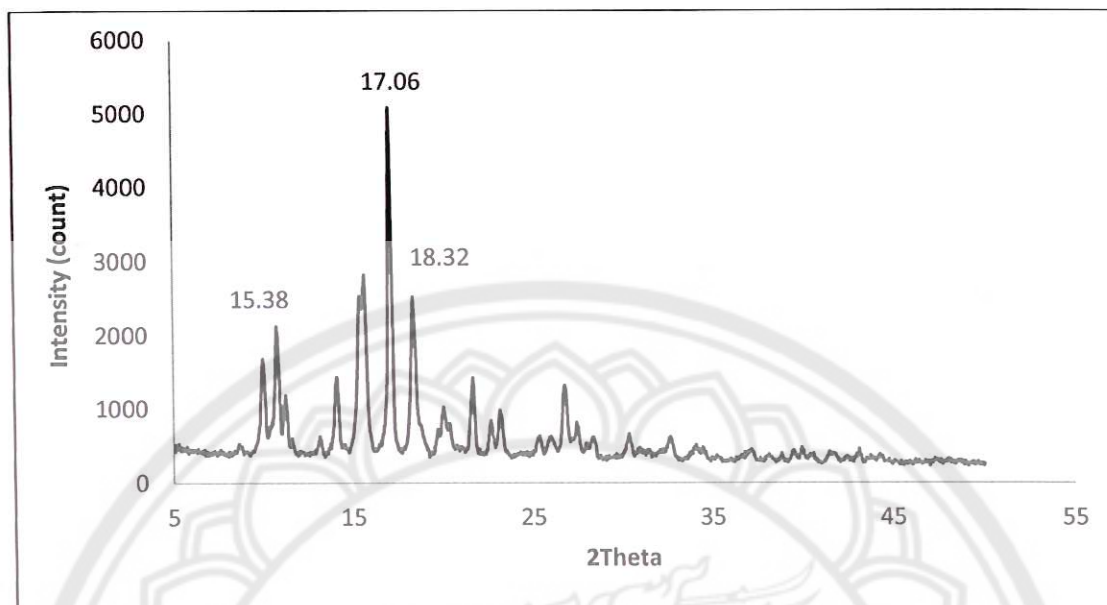
ภาพ 3.5 ลักษณะของผลึก MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ภาชนะในการสังเคราะห์ขนาด (a) 50 มิลลิลิตร และ (b) 100 มิลลิลิตร

ผลการศึกษาโครงสร้างของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ที่ขนาดภาชนะ 50 มิลลิลิตรและ 100 มิลลิลิตร ด้วยเทคนิค XRD

การศึกษาลักษณะทางเคมีของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่ขนาดภาชนะในการให้ความร้อน 50 มิลลิลิตรและ 100 มิลลิลิตรด้วยเทคนิค XRD ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกของสารตัวอย่าง ซึ่งจะให้ข้อมูลเกี่ยวกับวิฤภาคของสารตัวอย่างว่ามีลักษณะเป็นอสัณฐานหรือเป็นผลึกสามารถศึกษาโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง อีกทั้งยังสามารถหาค่าประกอบของสารตัวอย่าง และตำแหน่งของพีคจะแสดงถึงลักษณะเฉพาะของธาตุ ผล XRD ที่ได้แสดงดัง ภาพ 3.6 และภาพ 3.7



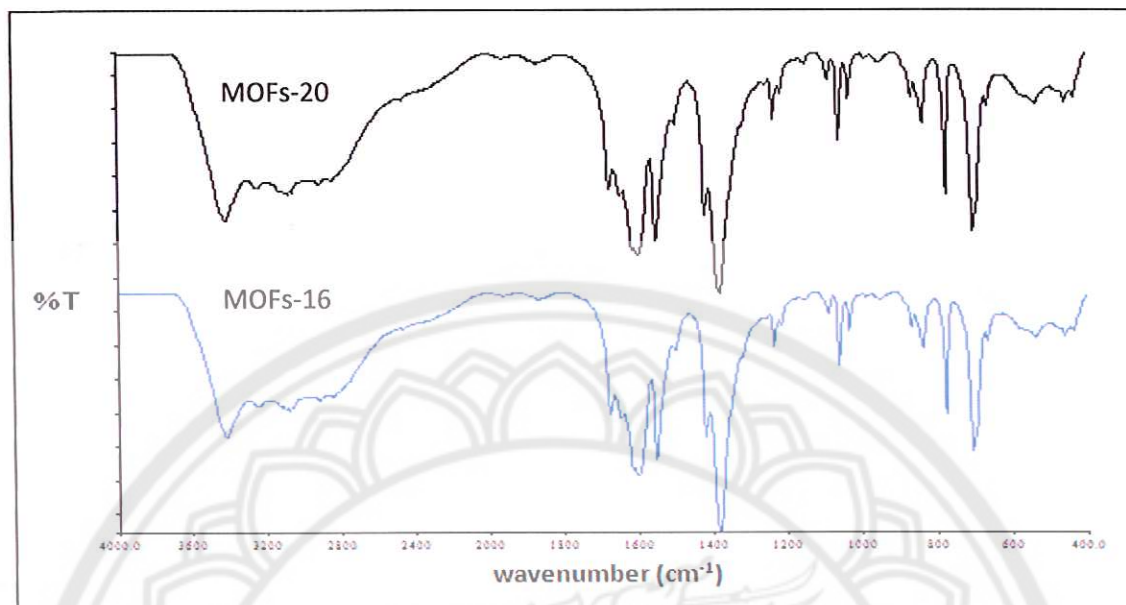
ภาพ 3.6 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ภาชนะในการสังเคราะห์ขนาด 50 มิลลิลิตร (MOFs-20)



ภาพ 3.7 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ภาชนะในการสังเคราะห์ขนาด 100 มิลลิลิตร (MOFs-16)

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของปัจจัยที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ ของภาชนะที่ใช้ในการให้ความร้อนที่ต่างกันโดยใช้ขวดก้นกลมขนาด 50 มิลลิลิตร ดังภาพ 3.6 พบว่าให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 9.98° , 18.14° และ 19.96° และใช้ขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร ดังภาพ 3.7 ให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 15.38° , 17.06° และ 18.32° ซึ่งเมื่อนำผลการวิเคราะห์มาเทียบกับ MOFs (NEW-1) ที่ให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 10° , 18° และ 22° พบว่า ภาพ 3.6 คือการใช้ขวดก้นกลมขนาด 50 มิลลิลิตร ให้ค่ามุมที่ใกล้เคียงกับสเปกตรัม XRD ของ MOFs (NEW-1) ที่สุดอีกทั้งลักษณะการขึ้นของพีคชัดเจน แผลมสูง ไม่ซ้อนกันซึ่งความสูงของพีคจะสามารถบ่งบอกถึงลักษณะการเกิดผลึกและความเป็นผลึกของ MOFs โดยพีคที่ขึ้นแผลมสูงจะมีความเป็นผลึกที่มากกว่า เนื่องจากการเกิดพีคของ XRD เกิดเนื่องจากมุมตกกระทบระนาบของผลึก ถ้ามุมตกกระทบมากหมายถึงการเกิดผลึกมาก ส่งผลให้พีคที่ออกมาสูงขึ้น

ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างและหมู่ฟังก์ชันของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ขนาดภาชนะขนาด 50 มิลลิลิตร และ 100 มิลลิลิตร ด้วยเทคนิค FT-IR



ภาพ 3.8 ผลการศึกษาอินฟราเรดสเปกตรัมของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่ภาชนะขนาด 50 มิลลิลิตร (MOFs-20) และภาชนะขนาด 100 มิลลิลิตร (MOFs-16)

ตาราง 3.3 เลขคลื่นอินฟราเรดสเปกตรัม FT-IR และหมู่ฟังก์ชันของ MOFs (New-1) และ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่ขนาดภาชนะ 50 มิลลิลิตร และ 100 มิลลิลิตร

ช่วงความถี่ของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (cm ⁻¹) [41]	New-1	ขนาดภาชนะ 50 มิลลิลิตร (MOFs-20)	ขนาดภาชนะ 100 มิลลิลิตร (MOFs-16)	หมู่ฟังก์ชันที่พบ
3600-3200	3460	3421	3420	-OH
3100-2860	3103, 3061	3103, 3065	3103, 3065	-CH
1715-1645	1678	1676	1677	-C=O
1690-1520	1606	1602	1618	-C=N, -C=C
1470-1365	1417, 1383	1421, 1384	1421, 1384	-CH
870-840	867, 851	870, 842	871, 841	-NO

ผลการศึกษาสเปกตรัม FT-IR ของ MOFs-20 และ MOFs-16 พบว่าปรากฏพีคที่ตำแหน่งในช่วงเลขคลื่นเดียวกันกับ MOFs (NEW-1) ดังนั้นหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ที่ขนาดภาชนะ 50 มิลลิลิตรและ 100 มิลลิลิตร เป็นสารในกลุ่ม Cu-isonicotinate

ดังนั้นในการศึกษาปัจจัยของภาชนะที่ใช้ในการให้ความร้อนที่ต่างกันคือ ขนาด 50 มิลลิลิตร และ 100 มิลลิลิตร มีผลต่อความดันที่เกิดขึ้นภายในภาชนะ คือเมื่อปริมาตรของภาชนะมาก ความดัน

จะน้อยตาม ดังนั้นความดันเป็นอีกหนึ่งปัจจัยสำคัญในการสังเคราะห์ MOFs เพื่อให้ได้ผลึกที่สวยงาม จึงจำเป็นต้องมีการควบคุมความดันให้ได้มากและคงที่ โดยความดันจะมากหรือน้อยนั้นจะอยู่กับขนาดของภาชนะที่ใช้ให้ความร้อน จากตาราง 3.2 จะเห็นได้ว่าการใช้ภาชนะขนาด 50 มิลลิลิตรในการให้ความร้อน ให้ปริมาณ MOFs ที่สังเคราะห์ได้มากกว่าการใช้ภาชนะขนาด 100 มิลลิลิตร และนอกจากนี้ลักษณะสีของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ของการใช้ภาชนะให้ความร้อนขนาด 50 มิลลิลิตร ดังภาพ 3.5 (a) และการใช้ภาชนะให้ความร้อนขนาด 100 มิลลิลิตร ดังภาพ 3.5 (b) ยังมีสีที่ค่อนข้างแตกต่างกัน ซึ่งความดันที่เกิดขึ้นจะส่งผลต่อปริมาณ MOFs และสีของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้

ดังนั้นขนาดภาชนะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ MOFs คือ 50 มิลลิลิตรซึ่งจะให้ความดันในการสังเคราะห์มากและเกิดเป็นผลึกมากกว่าภาชนะขนาด 100 มิลลิลิตร

3.2.2 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์

ทำการศึกษาวีธีการสังเคราะห์ตามขั้นตอน (2.3) โดยทำการเปรียบเทียบอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ 80 °C 100 °C 130 °C และ 150 °C และทำการตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้นได้ เช่น สี ปริมาณ ลักษณะของผลึกที่ได้ ให้มีลักษณะใกล้เคียงกับ MOFs (NEW-1) ผลการทดลองแสดงดังตาราง 3.4 และภาพ 3.9 (a), (b) และ (c)

ตาราง 3.4 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์

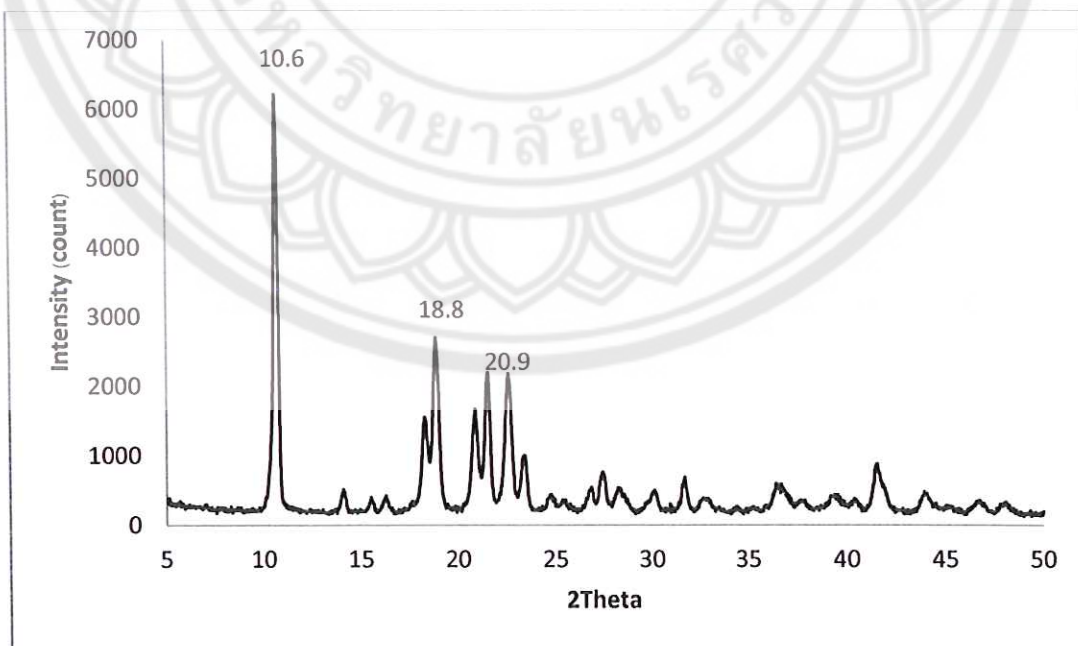
ชื่อ	อุณหภูมิ (°C)	%yield	สีของ MOFs ที่ได้
MOFs-4	80	106%	ผลึกสีฟ้าละเอียด
MOFs-20	130	82%	ผลึกสีฟ้าละเอียด
MOFs-17	150	120%	ผลึกสีฟ้าใหม่

ผลการศึกษาโครงสร้างของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 80, 130 และ 150 องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิค XRD

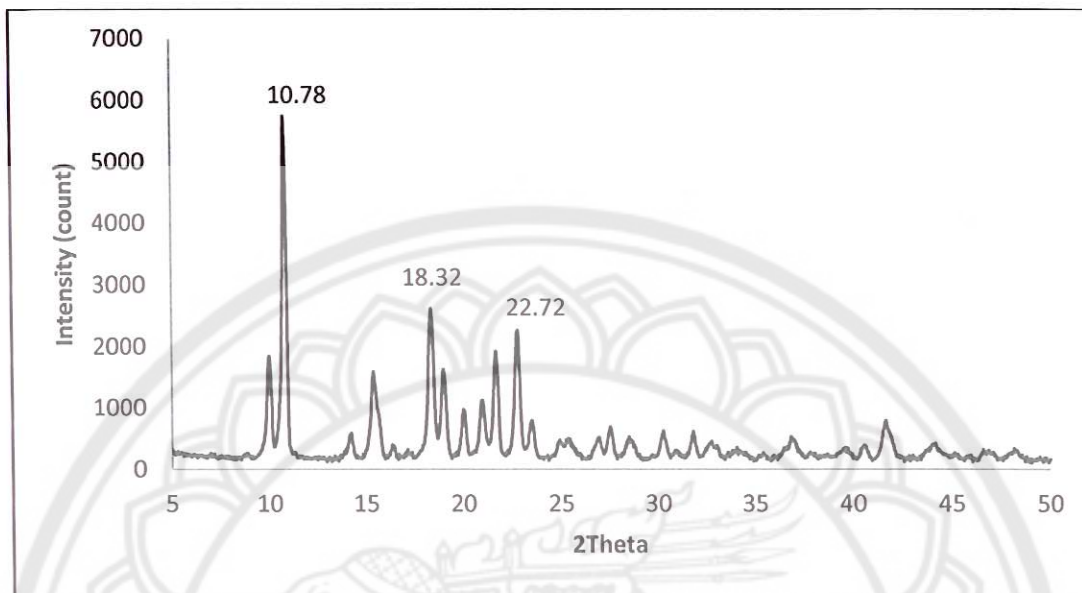
การศึกษาลักษณะทางเคมีของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ ที่อุณหภูมิในการให้ความร้อนที่ต่างกัน คือ ใช้อุณหภูมิ 80 °C 130 °C และ 150 °C ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกของสารตัวอย่าง ซึ่งจะให้ข้อมูลเกี่ยวกับวิภาคของสารตัวอย่างว่ามีลักษณะเป็นอสัณฐานหรือเป็นผลึกสามารถศึกษาโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง อีกทั้งยังสามารถหาค่าประกอบของสารตัวอย่าง และตำแหน่งของพีคจะแสดงถึงลักษณะเฉพาะของธาตุ ผล XRD ที่ได้แสดงดังภาพ 3.12, 3.13 และ 3.14 ตามลำดับ



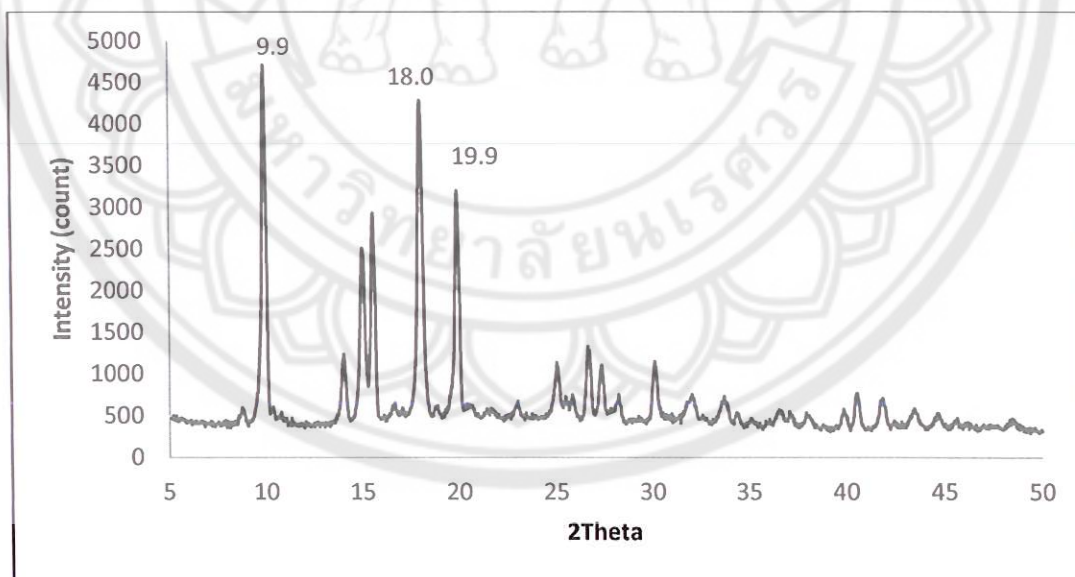
ภาพ 3.9 ลักษณะทางกายภาพของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้อุณหภูมิ (a) 80 °C (b) 130 °C และ (c) 150 °C ในการสังเคราะห์



ภาพ 3.10 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้อุณหภูมิ 80 °C (MOFs-4)



ภาพ 3.11 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้อุณหภูมิ 130 °C (MOFs-20)

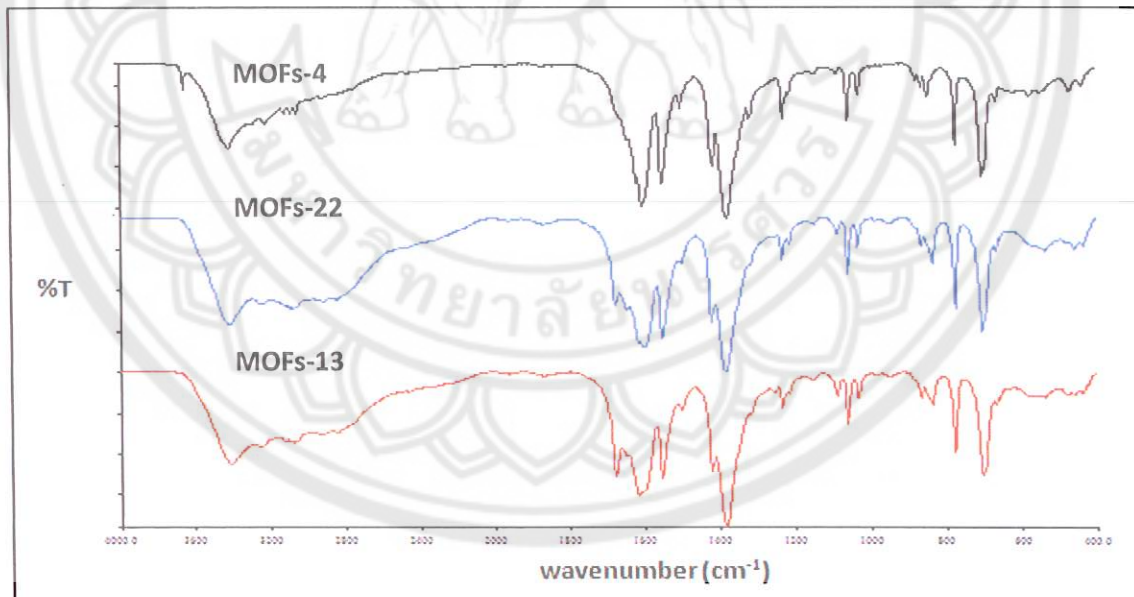


ภาพ 3.12 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้อุณหภูมิ 150 °C (MOFs-17)

จากการวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD ของอนุภาคนิวที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยใช้อุณหภูมิ 80 °C ดังภาพ 3.10 พบว่าให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 10.6°, 18.8° และ 20.9° ใช้ อุณหภูมิ 130 °C ดังภาพ 3.11 ให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 10.78°, 18.32° และ 22.72° ใช้ อุณหภูมิ 150 °C ดังภาพ 3.12 ให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 9.9° 18.0° และ 19.9° ซึ่งเมื่อนำผลการวิเคราะห์มาเทียบกับ MOFs (NEW-1) ที่ให้สเปกตรัมของ XRD ที่ ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 10°, 18° และ 20° พบว่าอนุภาคนิวทั้ง 4 ปัจจัยที่ศึกษาให้ค่ามุมที่ใกล้เคียงกับ สเปกตรัมของ XRD ของ MOFs (NEW-1) ทั้งหมด

แต่การใช้อุณหภูมิ 150 °C ถึงแม้ว่าจะได้สเปกตรัมที่แหลมสูงและใกล้เคียงสเปกตรัมของ MOFs (NEW-1) แต่การให้อุณหภูมิที่สูงเกินไปผลิตภัณฑ์ที่ได้จึงมีลักษณะใหม่เกิดจากขั้นตอนการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 150 °C ทำให้สารละลาย *N,N*-Dimethylformamide ที่ใช้เป็นตัวทำละลายระเหยไป เนื่องจากสารละลาย *N,N*-Dimethylformamide มีจุดเดือดเท่ากับ 150-153 °C ทำให้สารละลาย ผสมขณะการสังเคราะห์จะไหม้และจะไม่สามารถให้ผลทางกายภาพได้ การใช้อุณหภูมิดังกล่าวในการ ให้ความร้อนจึงไม่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์

ผลการศึกษาโครงสร้างของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่อุณหภูมิ 80, 130 และ 150 องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิค FT-IR แสดงดังภาพ 3.13



ภาพ 3.13 ผลการศึกษาอินฟราเรดสเปกตรัมของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 80, 130 และ 150 องศาเซลเซียส (MOFs-4, MOFs-20, และ MOFs-17)

ตาราง 3.5 เลขคลื่นอินฟราเรดสเปกตรัม FT-IR และหมู่ฟังก์ชันของ MOFs (NEW-1) และ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 80 130 และ 150 องศาเซลเซียส

ช่วงความถี่ของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (cm^{-1})	NEW-1	อุณหภูมิ 80 °C (MOFs-4)	อุณหภูมิ 130 °C (MOFs-20)	อุณหภูมิ 150 °C (MOFs-17)	หมู่ฟังก์ชันที่พบ
3600-3200	3460	3426	3415	3418	-OH
3100-2860	3103, 3061	3091, 3063	3103, 3064	3081, 2927	-CH
1715-1645	1678	1622	1677	1677	-C=O
1690-1520	1606	1606	1617	1617	-C=N, -C=C
1470-1365	1417, 1383	1417, 1383	1421, 1384	1421, 1384	-CH
870-840	867, 851	867, 851	871, 841	873, 841	-NO

ผลการศึกษาสเปกตรัม FT-IR ของ MOFs-4, MOFs-20 และ MOFs-17 พบว่าปรากฏพีคที่ตำแหน่งในช่วงเลขคลื่นเดียวกันกับ MOFs (NEW-1) ดังนั้นหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 80 130 และ 150 องศาเซลเซียส เป็นสารในกลุ่ม Cu-isonicotinate ซึ่งจะปรากฏพีคหมู่ฟังก์ชันของ OH-stretching จากโมเลกุลของคาร์บอกซิลิกที่เชื่อมต่อกับวงไพรีดีนและโมเลกุลของ H_2O ที่สร้างพันธะกับไอออนของโลหะคอปเปอร์ ปรากฏพีคของ CH-stretching ของวงอะโรมาติก ปรากฏพีคของ C=O stretching จากโมเลกุลคาร์บอกซิลิก ปรากฏพีคซ้อนทับกันของ C=C, C=N stretching และพีคของ CH-bending จากโมเลกุลของไพรีดีน ที่สร้างพันธะผ่านอะตอมไนโตรเจนกับไอออนของคอปเปอร์ และปรากฏพีคคู่ของ N-O stretching จากสารตั้งต้น $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ เช่นเดียวกับ MOFs (NEW-1)

3.2.3 ผลของเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์

ทำการศึกษาวิธีการสังเคราะห์ตามขั้นตอน (2.3) โดยทำการเปรียบเทียบเวลาที่ใช้ให้ความร้อน คือ 5 ชั่วโมง 7 ชั่วโมง และ 9 ชั่วโมง และทำการตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้นได้ เช่น สี ปริมาณ ลักษณะของผลิตภัณฑ์ได้ ให้มีลักษณะใกล้เคียงกับ MOFs (NEW-1) ผลการทดลองแสดงดังตาราง 3.6 และภาพ 3.14 (a), (b) และ (c)

ตาราง 3.6 ผลของเวลาที่ใช้ให้ความร้อน

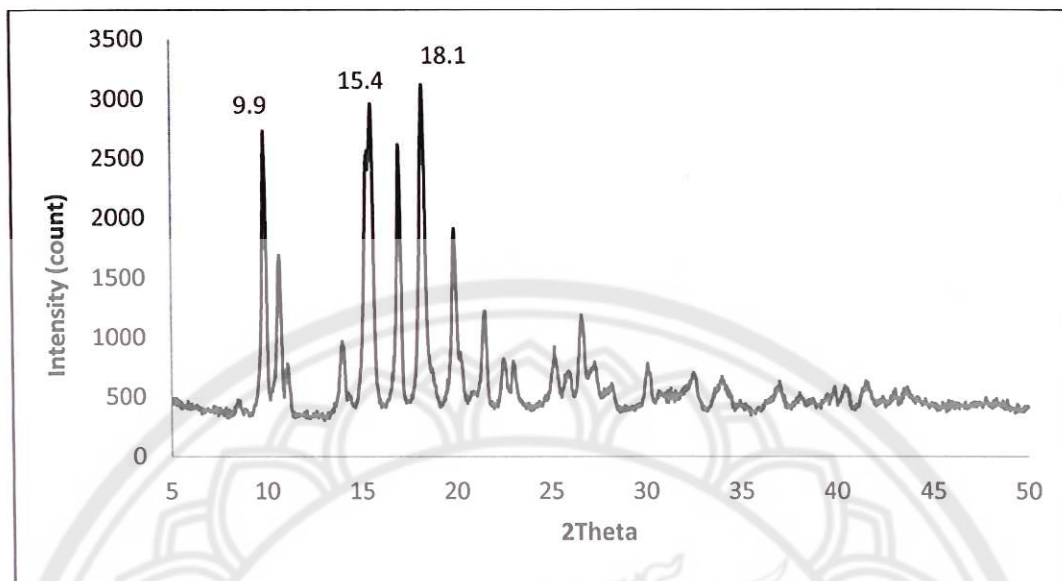
ชื่อ	เวลา (ชั่วโมง)	%yield	สีของ MOFs ที่ได้
MOFs-14	5 ชั่วโมง	82%	ผลิตภัณฑ์น้ำเงิน
MOFs-22	7 ชั่วโมง	82%	ได้ผลิตภัณฑ์น้ำเงินเข้ม
MOFs-13	9 ชั่วโมง	82%	ผลิตภัณฑ์ฟ้าเกือบไหม้



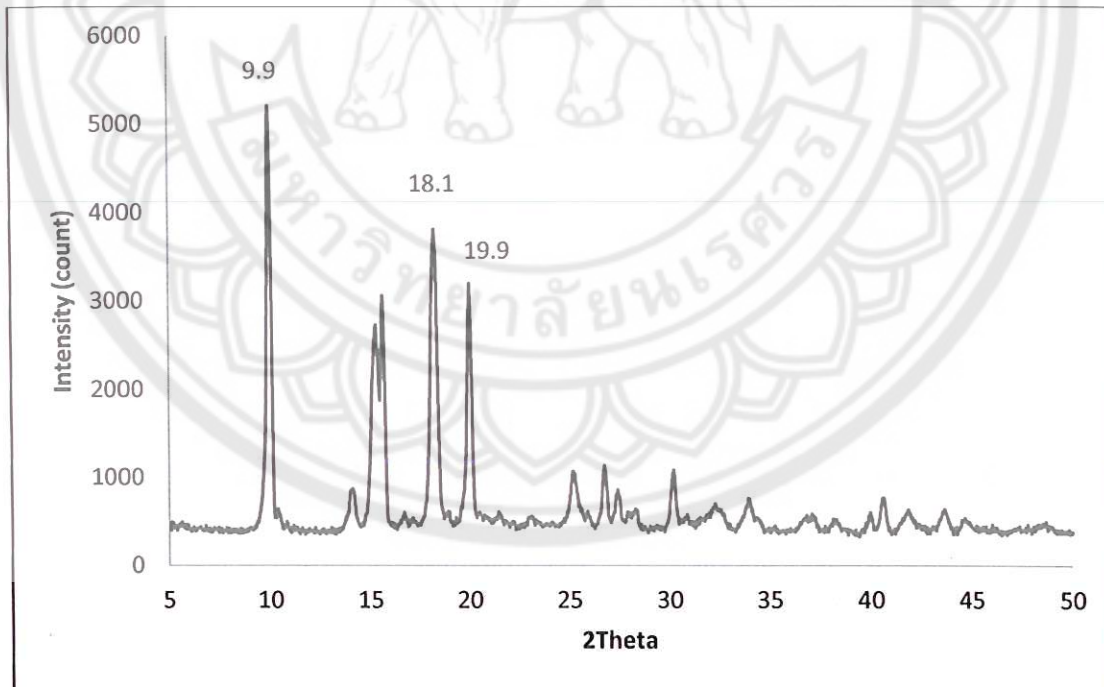
ภาพ 3.14 ลักษณะทางกายภาพของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เวลา (a) 5 ชั่วโมง (b) 6 ชั่วโมง และ (c) 7 ชั่วโมง ในการสังเคราะห์

ผลการศึกษาโครงสร้างของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลา 5 ชั่วโมง 7 ชั่วโมงและ 9 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XRD

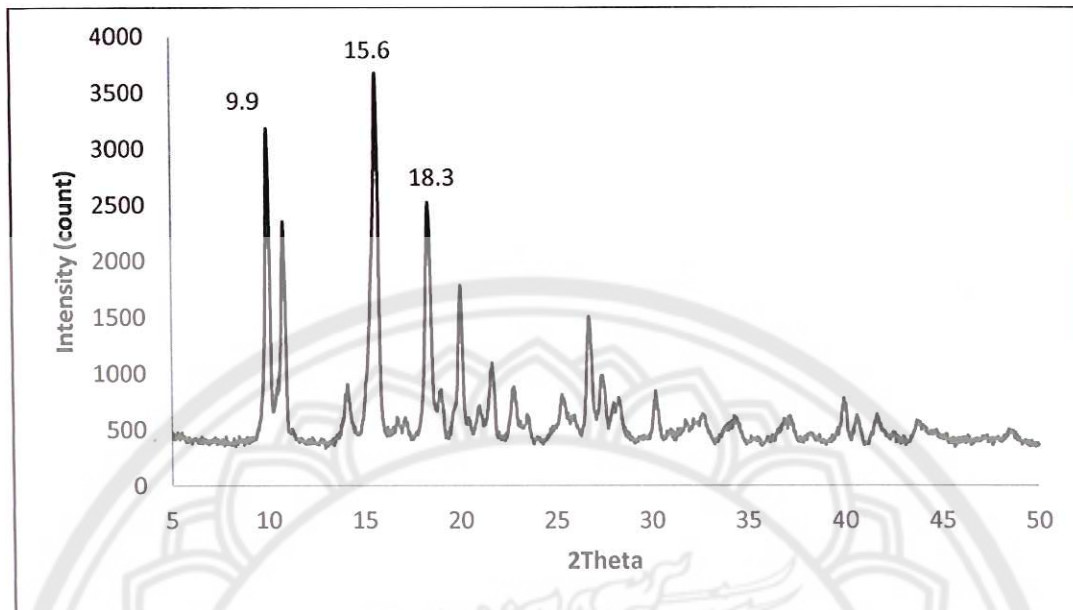
การศึกษาลักษณะทางเคมีของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ในการใช้ปัจจัยของเวลาในการให้ความร้อนที่ต่างกันคือ 5 ชั่วโมง 7 ชั่วโมง และ 9 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XRD ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกของสารตัวอย่าง ซึ่งจะให้ข้อมูลเกี่ยวกับวัฏภาคของสารตัวอย่างว่ามีลักษณะเป็นอสัณฐานหรือเป็นผลึก สามารถศึกษาโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง อีกทั้งยังสามารถหาลักษณะของสารตัวอย่าง และตำแหน่งของพีคจะแสดงถึงลักษณะเฉพาะของธาตุ ผล XRD ที่ได้แสดงดัง ภาพ 3.15, 3.16 และ 3.17



ภาพ 3.15 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เวลา 5 ชั่วโมง (MOFs-14)



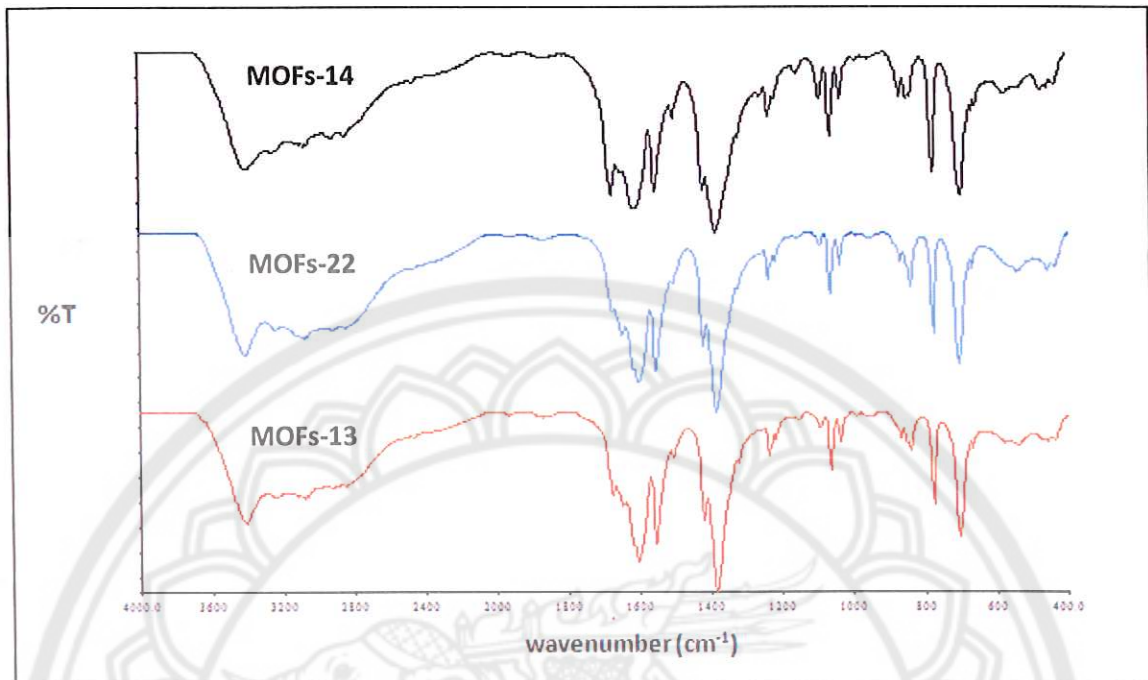
ภาพ 3.16 XRD สเปกตรัม จากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เวลา 7 ชั่วโมง (MOFs-22)



ภาพ 3.17 XRD สเปกตรัมจากการตรวจวัดด้วย XRD ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เวลา 9 ชั่วโมง (MOFs-13)

จากการวิเคราะห์ปัจจัยที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ของเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยใช้เวลา 5 ชั่วโมงดังภาพ 3.15 พบว่าให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 9.9° , 15.4° และ 18.1° ใช้เวลา 7 ชั่วโมงดังภาพ 3.16 ให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 9.9° , 18.1° และ 19.9° และใช้เวลา 9 ชั่วโมงดังภาพ 3.17 ให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 9.9° , 15.6° และ 18.3° ซึ่งเมื่อนำผลการวิเคราะห์มาเทียบกับ MOFs (NEW-1) ที่ให้สเปกตรัมของ XRD ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 10° , 18° และ 20° พบว่าภาพ 3.17 คือการใช้เวลา 7 ชั่วโมงให้ค่ามุมที่ใกล้เคียงกับสเปกตรัม XRD ของ NEW-1 ที่สุดเมื่อพิจารณาลักษณะของพีคพบว่า การใช้เวลา 7 ชั่วโมงให้พีคที่แหลมสูงและชัดเจนที่สุด

ผลการศึกษาโครงสร้างของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ ที่เวลา 5 ชั่วโมง 7 ชั่วโมง และ 9 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค FT-IR แสดงดังภาพ 3.18



ภาพ 3.18 ผลการศึกษาอินฟราเรดสเปกตร้าของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้ ที่เวลา 5 ชั่วโมง 7 ชั่วโมง และ 9 ชั่วโมง (MOFs-14, MOFs-22 และ MOFs-13)

ตาราง 3.7 เลขคลื่นอินฟราเรดสเปกตร้า FT-IR และหมู่ฟังก์ชันของ MOFs (NEW-1) และ MOFs ที่สังเคราะห์ได้เป็นเวลา 5 ชั่วโมง 7 ชั่วโมง และ 9 ชั่วโมง

ช่วงความถี่ของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (cm^{-1})	New-1	เวลา 5 ชั่วโมง (MOFs-14)	เวลา 7 ชั่วโมง (MOFs-22)	เวลา 9 ชั่วโมง (MOFs-13)	หมู่ฟังก์ชันที่พบ
3600-3200	3460	3425	3415	3421	-OH
3100-2860	3103, 3061	3091, 3062	3103, 3064	3088, 2936	-CH
1715-1645	1678	1622	1677	1676	-C=O
1690-1520	1606	1606	1617	1604	-C=N, -C=C
1470-1365	1417, 1383	1417, 1382	1421, 1384	1421, 1384	-CH
870-840	867,851	870, 837	871, 836	870, 843	-NO

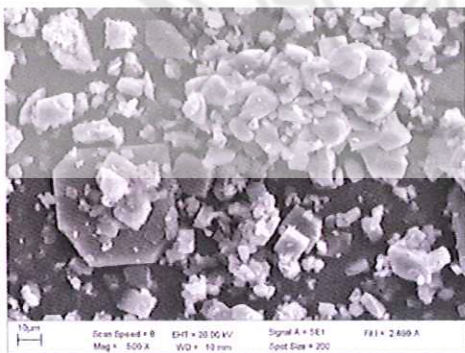
ผลการศึกษาสเปกตร้า FT-IR ของ MOFs-14, MOFs-22 และ MOFs-13 พบว่าปรากฏพีคที่ตำแหน่งในช่วงเลขคลื่นเดียวกันกับ MOFs (NEW-1) ดังนั้นหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เวลา 5 ชั่วโมง 7 ชั่วโมง และ 9 ชั่วโมง นั้นเป็นสารในกลุ่มของ Cu-isonicotinate และสำหรับเวลาที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์คือ 7 ชั่วโมงเนื่องจากหากใช้เวลาในการสังเคราะห์น้อยเกินไปจะทำให้การเกิดผลึกในโครงสร้างจะน้อยลง และหากใช้เวลาในการสังเคราะห์นานเกินไปจะทำให้ผลึกของสารที่สังเคราะห์ที่ได้มีลักษณะใหม่

ดังนั้นปัจจัยที่สำคัญในการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์คือ ขนาดภาชนะที่ใช้ในการสังเคราะห์ขนาดเท่ากับ 50 มิลลิลิตร อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่ 130 องศาเซลเซียส และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 7 ชั่วโมง ได้ผลิตภัณฑ์เป็นผลึกสีน้ำเงิน สามารถศึกษาโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นของ MOFs ได้โดยใช้เทคนิค XRD และเปรียบเทียบผลของหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นในโครงสร้างของสารโดยใช้เทคนิค FT-IR เมื่อได้ปัจจัยที่สำคัญในการสังเคราะห์แล้ว ทำการสังเคราะห์ซ้ำในสภาวะเดิมเพื่อเพิ่มปริมาณ MOFs จำนวนทั้งหมด 6 ครั้ง และนำไปประยุกต์ใช้ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี ซึ่งในแต่ละครั้งที่ทำการสังเคราะห์ควรมีค่าความแม่นยำสูงเนื่องจากสังเคราะห์ในสภาวะเดียวกัน

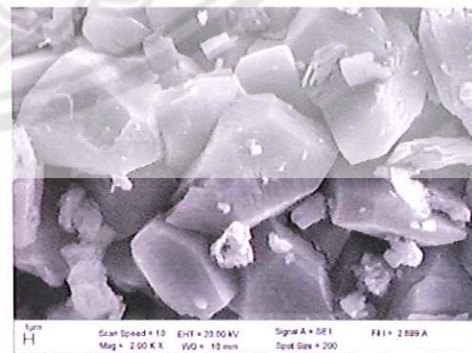
3.3 การศึกษาผลทางกายภาพของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์เองด้วยเทคนิค SEM

ผลการศึกษาพื้นผิวของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นเทคนิคที่ศึกษาพื้นผิวของสารและองค์ประกอบของสารร่วมด้วยในการศึกษาพื้นผิวโดยรวมของ MOFs เป็นการศึกษาเพื่อดูความเป็นผลึกและรูพรุนที่เกิดขึ้นใน MOFs ที่ได้จากการสังเคราะห์ เนื่องจากสมบัติทางกายภาพของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ต้องเป็นสารที่มีผลึกและมีความเป็นรูพรุนสูง ดังนั้นวิธีที่เหมาะสมในการสังเคราะห์คือวิธีที่ 1 และ 7 (ตาราง 2.1) คือขนาดภาชนะ 50 มิลลิลิตร อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ 130 องศาเซลเซียส ที่เวลา 7 ชั่วโมง ซึ่ง MOFs ที่สังเคราะห์ได้คือ MOFs-22

จากภาพ 3.19 แสดงภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของ MOFs (New-1) จะเห็นได้ว่า มีความเป็นผลึกและมีรูพรุนเกิดขึ้นภายในสารจำนวนมาก และจากภาพ 3.20 เป็นภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ภาชนะขนาด 50 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เวลา 7 ชั่วโมง (MOFs-22) พบว่า MOFs-22 มีความเป็นผลึกและมีรูพรุนมากเหมือนพื้นผิวทั่วไปของ MOFs (New-1) และจากภาพ 3.21 เป็นภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของ MOFs ที่สังเคราะห์ 6 ครั้งแล้วนำมารวมกันเพื่อเพิ่มปริมาณ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี จะเห็นได้ว่า MOFs ที่สังเคราะห์รวมกัน 6 ครั้ง มีความเป็นผลึกไม่เพียงพอ แต่ถ้าทำการสังเคราะห์ทีละครั้งและทำการวิเคราะห์ยังคงได้ MOFs ที่มีลักษณะตามที่ต้องการอยู่

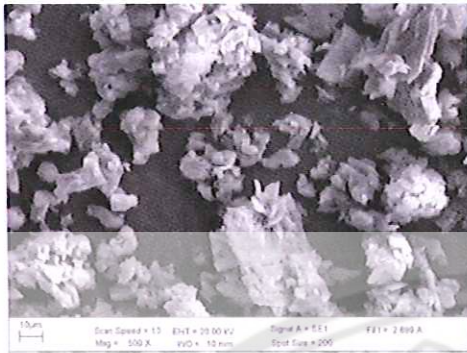


(ก)



(ข)

ภาพ 3.19 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของ MOFs (New-1) ที่กำลังขยาย (ก) 500 เท่า (ข) 2000 เท่า

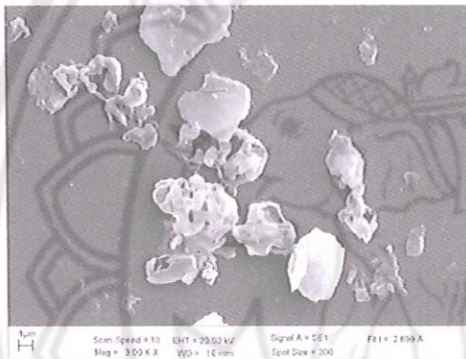


(ค)

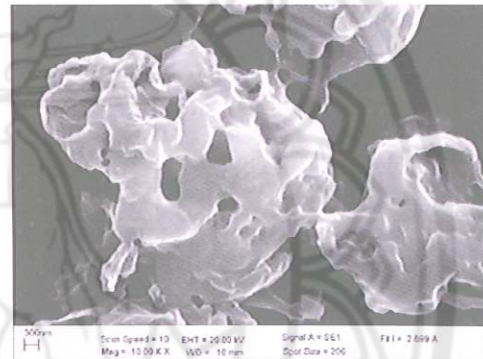


(ง)

ภาพ 3.20 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของ MOFs ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ภาชนะขนาด 50 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เวลา 7 ชั่วโมง (MOFs-22) ที่กำลังขยาย (ค) 500 เท่า (ง) 3000 เท่า



(จ)



(ฉ)

ภาพ 3.21 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของ MOFs ที่สังเคราะห์รวมกันทั้งหมด 6 ครั้ง ที่กำลังขยาย (จ) 3000 เท่า (ฉ) 10000 เท่า

3.4 การวิเคราะห์ผลความแม่นยำในการสังเคราะห์ MOFs (จากข้อ 2.6)

การวิเคราะห์ข้อมูลจากการสังเคราะห์ MOFs ที่สภาวะเดียวกันเพื่อตรวจสอบความแม่นยำในการวิเคราะห์แต่ละครั้ง เนื่องจากในขั้นตอนการทดลองแต่ละครั้งเพื่อเพิ่มปริมาณ MOFs สำหรับนำไปประยุกต์ใช้ในเทคนิคโครมาโทกราฟี ซึ่งความแม่นยำสามารถระบุได้หลายวิธี อาทิเช่น Relative Standard Deviation (RSD) และ Coefficient of Variation (CV) เป็นต้น

ถ้าค่าที่ได้จากการทดลองหลาย ๆ ครั้งเป็นค่าที่เท่ากันหรือใกล้เคียงกันทุกครั้งแสดงว่าการทดลองนั้นมีความแม่นยำสูง (high precision) หรือมี reproducibility ที่ดีและถ้าค่าที่ได้จากการทดลองหลาย ๆ ครั้งเป็นค่าที่ห่างไกลกันหรือไม่มีค่าที่ใกล้เคียงกันทุกครั้งแสดงว่าการทดลองนั้นมีความแม่นยำต่ำ (low precision) หรือมี reproducibility ที่ไม่ดี

จากการสังเคราะห์สารเพื่อเพิ่มปริมาณสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี เมื่อสังเคราะห์สารในสภาวะเดียวกันคือ ขนาดภาชนะที่ใช้ในการสังเคราะห์ 50 มิลลิลิตร อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ 130 องศาเซลเซียส และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ 7 ชั่วโมง ทั้งหมด 6 ครั้ง พบว่าได้น้ำหนักผลิตภัณฑ์ดังตาราง 3.8

ตาราง 3.8 ค่าข้อมูลจากการวิเคราะห์ความแม่นยำในการสังเคราะห์ MOFs

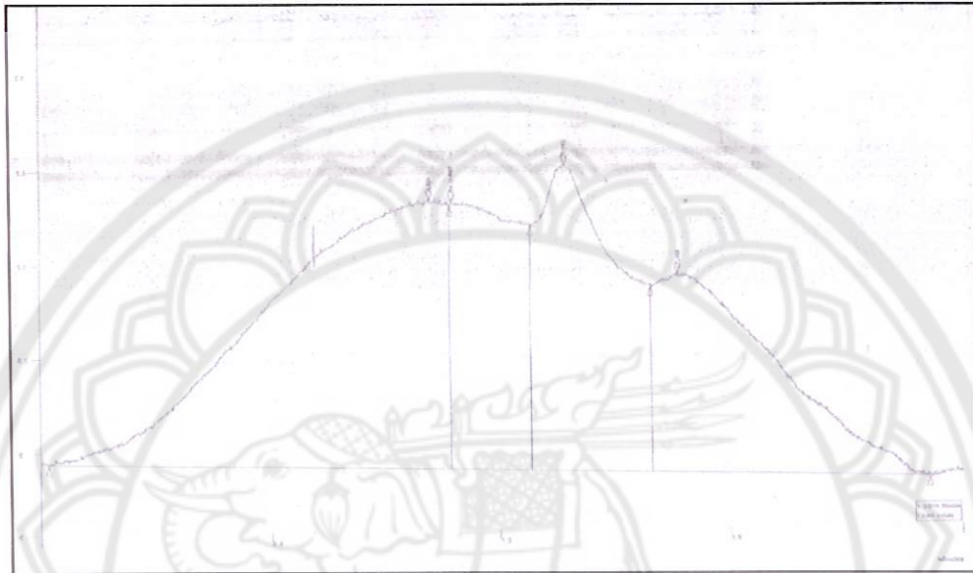
ครั้งที่	น้ำหนักผลึก (กรัม)
1	0.1451
2	0.2060
3	0.1579
4	0.0647
5	0.1358
6	0.1584
\bar{X}	0.1446
Range	0.1413
SD	0.0210
RSD	0.1452
%RSD	14.50

จากผลการทำ Precision ได้ค่า %RSD = 0.1446 \pm 0.021 (จากตาราง 3.8) ซึ่งค่าที่ได้เป็นค่าที่ไม่ใกล้เคียงกันกับน้ำหนักของผลึกในแต่ละครั้งการทดลองที่สภาวะเดียวกัน ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าการทดลองในแต่ละครั้งมีความแม่นยำน้อย (low precision) หรือมี reproducibility ที่ไม่ดี ซึ่งสาเหตุที่ทำให้เกิดข้อผิดพลาดในการทดลองอาจเกิดขึ้นได้หลายกรณี อาทิเช่น เครื่องมือในการวิเคราะห์อาจมีความไม่เหมาะสม เนื่องจากในขั้นตอนของการทดลองต้องควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ที่ 130 องศาเซลเซียส ตลอดเวลา 7 ชั่วโมง โดยใช้เทอร์โมมิเตอร์เป็นตัววัดอุณหภูมิจากกระบอกทรายหรือกระทั่งความผิดพลาดอันเนื่องมาจากการทดลองเอง จึงทำให้ส่งผลต่อค่าความแม่นยำในการทดลองในแต่ละครั้ง แต่จากการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและทางเคมียังคงเหมือนกับ MOFs (NEW-1) ถือว่ายอมรับได้

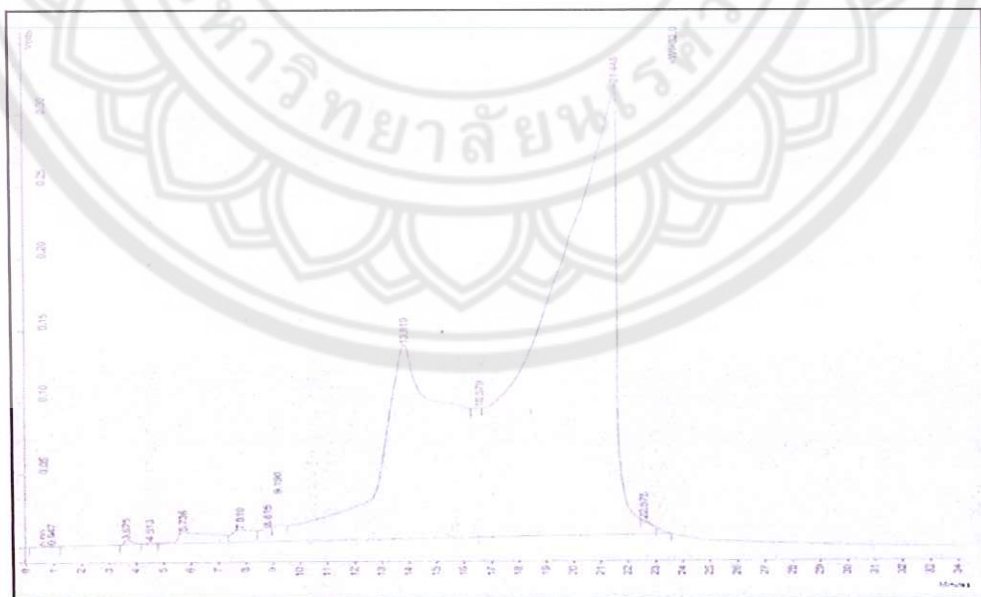
3.5 การประยุกต์ใช้วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ในเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

จากการนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs) ที่สังเคราะห์ขึ้นได้เองด้วยวิธีที่เหมาะสมและทำการบรรจุลงในคอลัมน์ที่ทำด้วยโลหะ เรียกว่า packed column โดยใช้อุณหภูมิของคอลัมน์แบบ isocratic program ที่อุณหภูมิคอลัมน์ 80 องศาเซลเซียส อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ 150 องศาเซลเซียส อุณหภูมิของดีเทคเตอร์ 150 องศาเซลเซียส ทำการฉีดสารผสมของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน คือ เพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีน ปริมาตรที่ฉีด 1.0 ไมโครลิตร พบว่าโครมาโทแกรมที่ได้ แสดงดังภาพ 3.22 พบว่าคอลัมน์ยังไม่สามารถแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนได้ และ base line ยังไม่เรียบและไม่คงที่ สาเหตุอาจเนื่องมาจากเวลาในการให้ความร้อนในคอลัมน์เพื่อให้วัสดุที่ใช้บรรจุในคอลัมน์ยังไม่เหมาะสมจึงทำการปรับสภาวะอุณหภูมิของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีให้

มีเวลามากขึ้น เช่น 3 ชั่วโมง 7 ชั่วโมง และ 1 คืน จากนั้นทำการฉีดสารผสมของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน และปรับสภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟต่างๆ พบว่าสามารถเห็นพีคของสารประกอบบางตัวแต่การแยกของสารยังไม่สมบูรณ์ แสดงดังภาพ 3.23

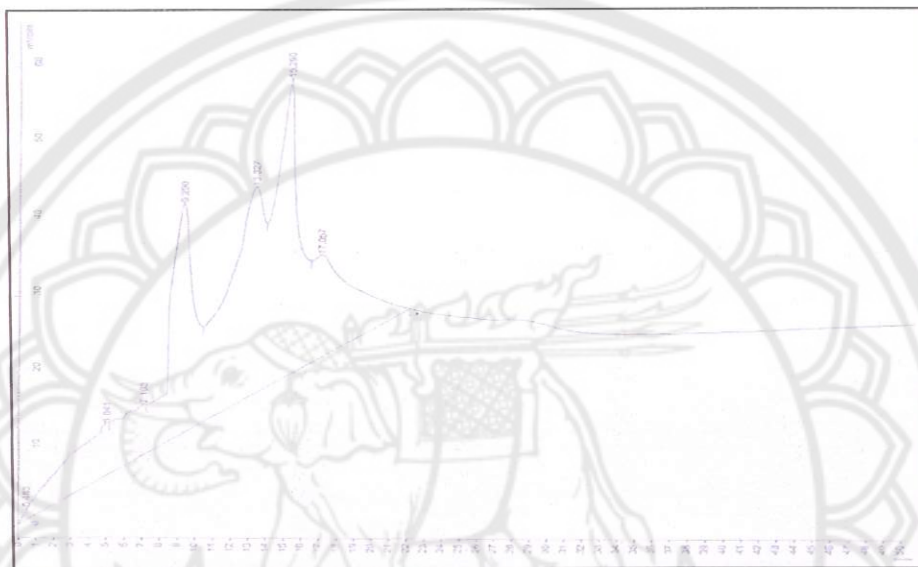


ภาพ 3.22 โครมาโทแกรมของผสมเพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H_2 gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ isocratic program ครั้งที่ 1

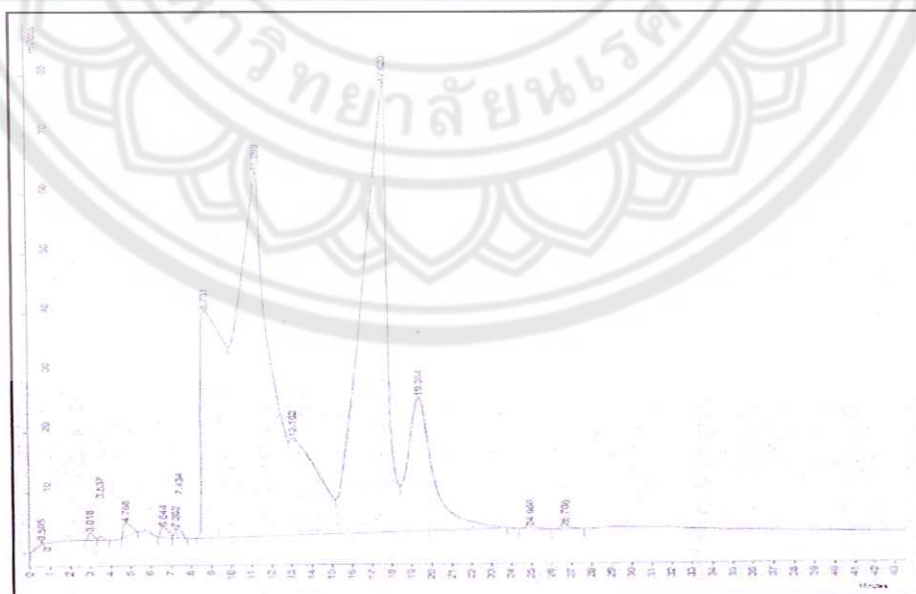


ภาพ 3.23 โครมาโทแกรมของผสมเพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H_2 gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ isocratic program หลังใช้เวลานานขึ้น

จากนั้นทำการเปลี่ยนอุณหภูมิของคอลัมน์เป็นระบบ temperature program คือ อุณหภูมิคอลัมน์เริ่มต้นที่ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที ตามด้วย 150 องศาเซลเซียส ที่อัตรา 4 องศาเซลเซียส/นาที จากนั้นคงไว้ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 นาที อุณหภูมิของอินเจคเตอร์ 160 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิของดีเทคเตอร์ 170 องศาเซลเซียส ทำการฉีดสารผสมของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน คือ เพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีน ที่ปริมาตร 1.0 ไมโครลิตร แสดงดังภาพ 3.24 และ 3.25



ภาพ 3.24 โครมาโทแกรมของสารผสมไฮโดรคาร์บอน โดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H₂ gas เป็นแก๊สพาด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 1

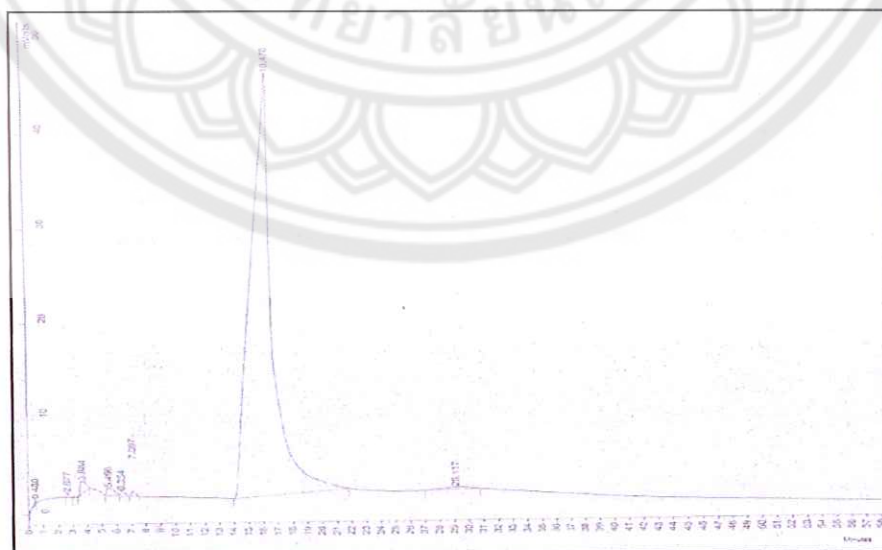


ภาพ 3.25 โครมาโทแกรมของสารผสมไฮโดรคาร์บอน โดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H₂ gas เป็นแก๊สพาด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 2

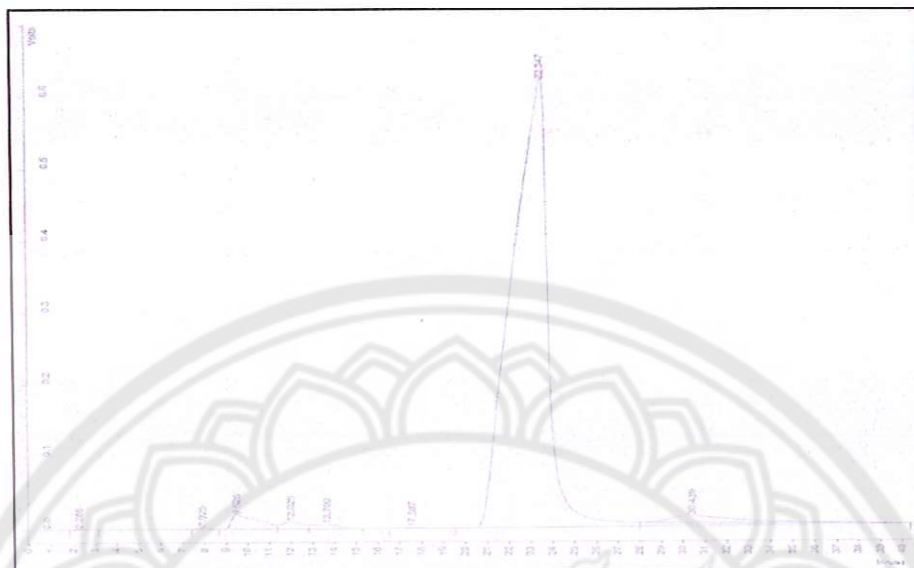
จากโครมาโทแกรมที่ได้ดังภาพ 3.24 มีความชัดเจนในเรื่องการแยกของสารแต่ละชนิดดีกว่าโครมาโทแกรมที่ได้ครั้งแรก แต่ base line ยังไม่สม่ำเสมอ จึงทำการฉีดซ้ำอีกครั้ง ดังภาพ 3.25 พบว่า base line ค่อนข้างเรียบและสม่ำเสมอตลอดการแยกสาร อย่างไรก็ตามได้ทำการทดสอบลำดับการอีลูทสารและคาร์เท็นชันใหม่ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนแต่ละชนิดโดยการฉีดสารละลายมาตรฐานของเพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีน ที่ความเข้มข้น 1% เพื่อตรวจสอบเวลาที่สารละลายมาตรฐานแต่ละชนิดออกมาจากคอลัมน์ ที่ปริมาตร 1.0 ไมโครลิตร แสดงดังภาพ 3.26, 3.27, 3.28, 3.29 และตาราง 3.9 ตามลำดับ



ภาพ 3.26 โครมาโทแกรมของเพนเทนโดยใช้คอลัมน์ MOFs ที่มี H_2 gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program



ภาพ 3.27 โครมาโทแกรมของเฮกเซนโดยใช้คอลัมน์ MOFs ที่มี H_2 gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program



ภาพ 3.28 โครมาโทแกรมของเฮปแทนโดยใช้คอลัมน์ MOFs ที่มี H_2 gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program



ภาพ 3.29 โครมาโทแกรมของไซลีนโดยใช้คอลัมน์ MOFs ที่มี H_2 gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program

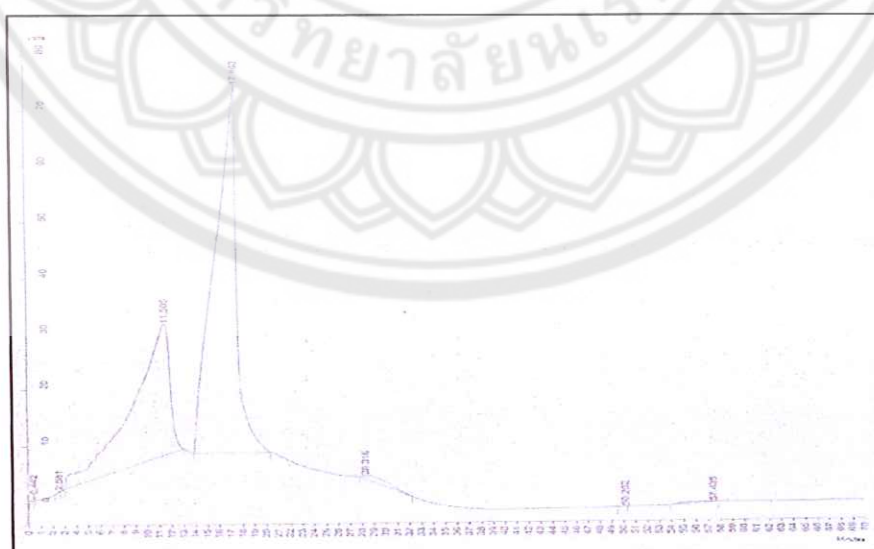
ตาราง 3.9 สรุปสมบัติและค่า Retention time ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน

สารไฮโดรคาร์บอน	สูตร	จุดเดือด ($^{\circ}C$)	Retention time (นาที)
Pentane	C_5H_{12}	36.1	11.325
Hexane	C_6H_{14}	69.0	16.478
Heptane	C_7H_{16}	98.4	23.347
Xylene	C_7H_8	138.3	28.324

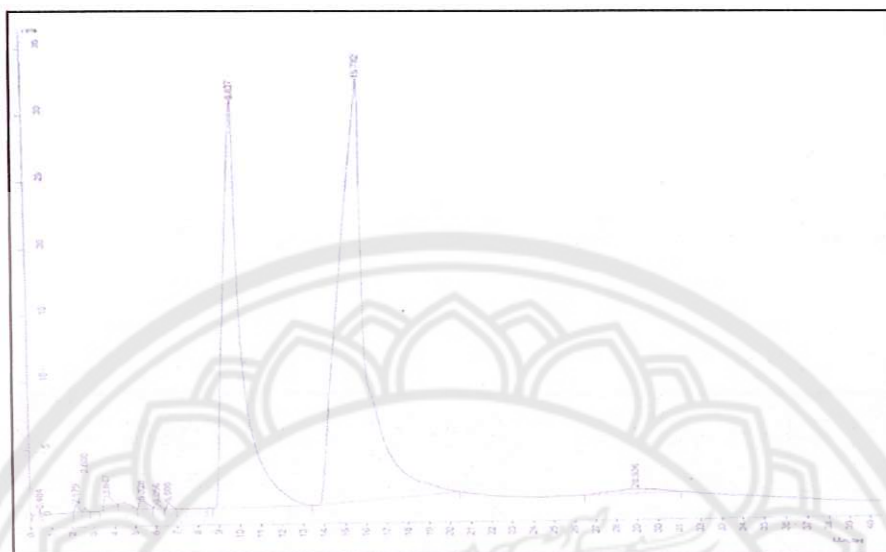
จากตาราง 3.9 พบว่าลำดับการอีลูทสารเป็นไปตามคุณสมบัติของอุณหภูมิและปริมาณคาร์บอนที่เป็นองค์ประกอบ คือสารที่มีอุณหภูมิต่ำจะทำการอีลูทสารออกมาได้เร็วกว่าสารที่มีอุณหภูมิต่ำ ซึ่งเป็นไปในทางเดียวกับสารที่มีคาร์บอนต่ำ จะมีการอีลูทสารเร็วกว่าสารที่มีคาร์บอนสูง อย่างไรก็ตามการแยกสารผสมทั้ง 4 ชนิดยังคงไม่สามารถแยกสารแต่ละชนิดได้อย่างเหมาะสม อาจเกิดจากสารแต่ละชนิดมีคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพที่แตกต่างกันมีผลให้เกิดปฏิกิริยาเคมีซึ่งกันและกันทำให้อาจเกิดการรวมตัวของพีค ดังภาพ 3.24 และ 3.25 นอกจากนี้ยังพบว่าถ้าใช้อุณหภูมิของคอลัมน์เป็นระบบ temperature program จะให้ผลดีกว่าระบบ isocratic จากนั้นทำการทดสอบการแยกสารผสมไฮโดรคาร์บอนเพียง 2 ชนิด โดยใช้คอลัมน์ MOFs อันเดิมและสภาวะอุณหภูมิของคอลัมน์เป็น temperature program พบว่าสารผสม 2 ชนิดสามารถเกิดการแยกได้ดีกว่าสารผสมทั้ง 4 ชนิด นอกจากนี้ได้ทำการเปลี่ยนแก๊สพาเป็น He ซึ่งสรุปเป็นค่าการแยก (Resolution, R_s) ได้ดังตาราง 3.10 และโครมาโทแกรมดังภาพ 3.30, 3.31, 3.32, 3.33

ตาราง 3.10 สรุปค่า Resolution ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน โดยใช้คอลัมน์ MOFs

สารผสม	Carrier gas	Retention time (นาที)	Resolution
Pentane + Hexane (1)	H ₂	11.505, 17.463	0.88
Pentane + Hexane (2)	H ₂	9.837, 15.782	1.13
Hexane + Heptane	H ₂	15.233, 24.696	0.75
Heptane + Xylene	H ₂	23.070, 27.035	0.35
Pentane + Hexane (1)	He	12.690, 19.266	1.38
Pentane + Hexane (2)	He	13.074, 19.992	1.54



ภาพ 3.30 โครมาโทแกรมของผสมเพนเทนกับเฮกเซนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H₂ gas เป็นแก๊สพาด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 1



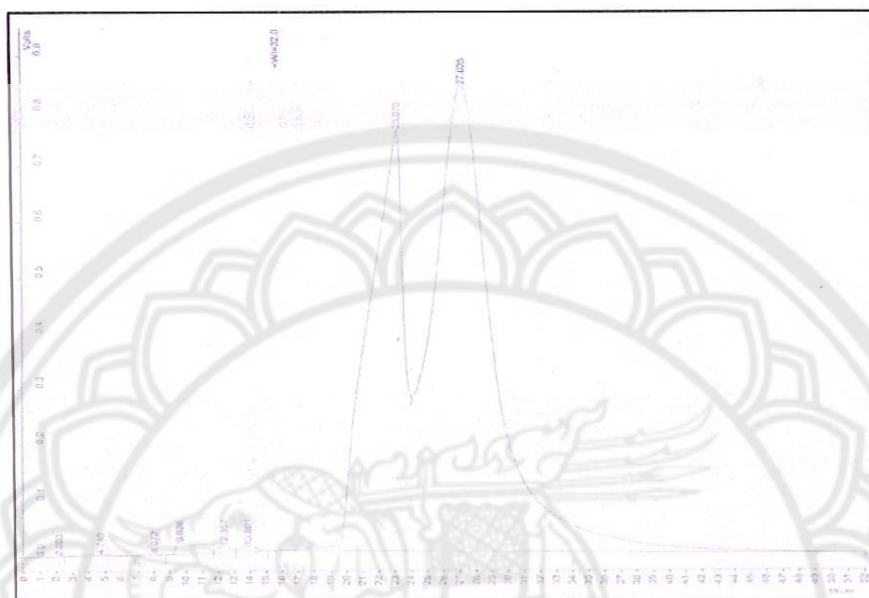
ภาพ 3.31 โครมาโทแกรมของผสมเพนเทนกับเฮกเซนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H_2 gas เป็นแก๊สพาด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 2



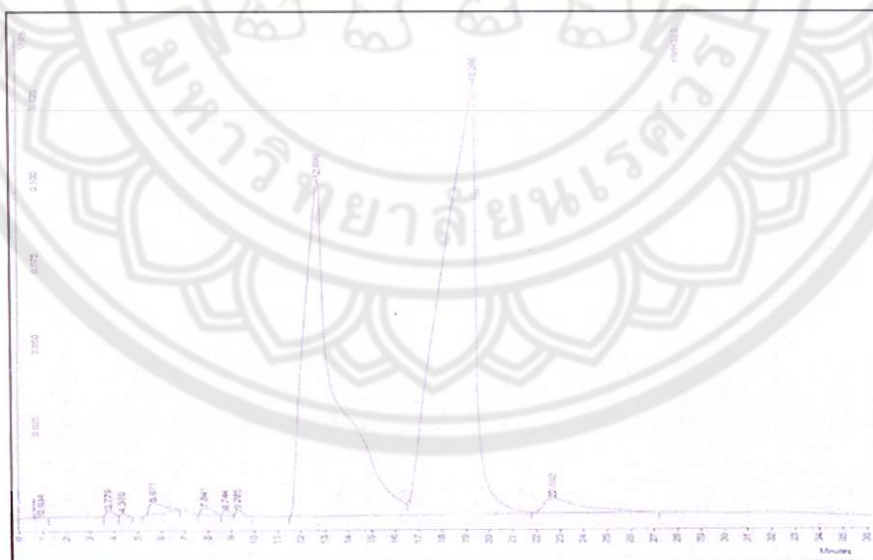
ภาพ 3.32 โครมาโทแกรมของผสมเฮกเซนและเฮปเทนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H_2 gas เป็นแก๊สพาด้วยระบบ temperature program

จากภาพ 3.30, 3.31, 3.32, 3.33 จะพบว่าโครมาโทแกรมที่ได้ base line ยังไม่คงที่มากนัก จึงทำการเปลี่ยนแก๊สพาเป็น He ในการแยกสารผสม 2 ชนิด ซึ่งสรุปเป็นค่าการแยก (Resolution, R_s) ไว้ในตาราง 3.10 จากภาพ 3.34 และ 3.35 โครมาโทแกรมที่ได้ 2 ครั้ง มี base line ถึงเส้นฐานดีกว่าการใช้แก๊สพา H_2 เล็กน้อย แต่เวลาที่สารถูกอีลูทออกมาแตกต่างกัน เนื่องจากค่าการนำความร้อน

(Thermal Conductivity) ของ H_2 และ He ใกล้เคียงกัน อย่างไรก็ตามยังคงเลือกใช้แก๊สพาเป็น H_2 เพราะราคาไม่แพงมากและค่าการนำความร้อนสูงกว่า



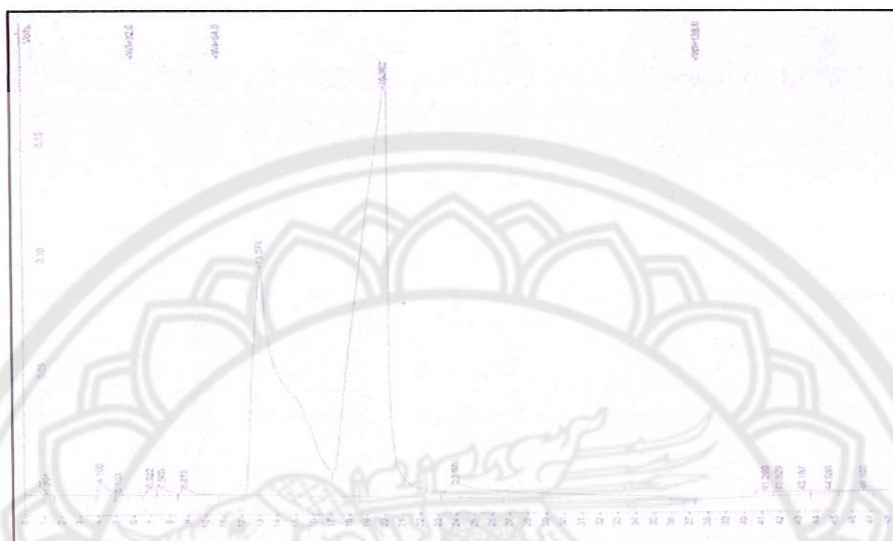
ภาพ 3.33 โครมาโทแกรมของผสมเนฟเทนและไชลีนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H_2 gas เป็นแก๊สพาด้วยระบบ temperature program



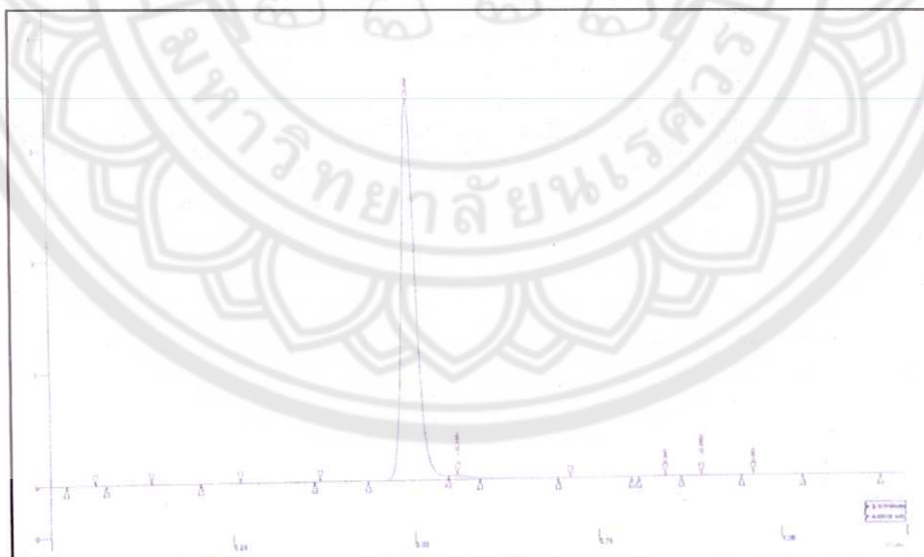
ภาพ 3.34 โครมาโทแกรมของผสมเนฟเทนกับเฮกเซนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี He gas เป็นแก๊สพาด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 1

เพื่อเป็นการเปรียบเทียบประสิทธิภาพคอลัมน์ MOFs ได้ทำการฉีดสารมาตรฐานและสารผสมทั้ง 4 ชนิดด้วยคอลัมน์ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการทั่วไป คือ 10% Carbowax 20 M on Chromasorb W

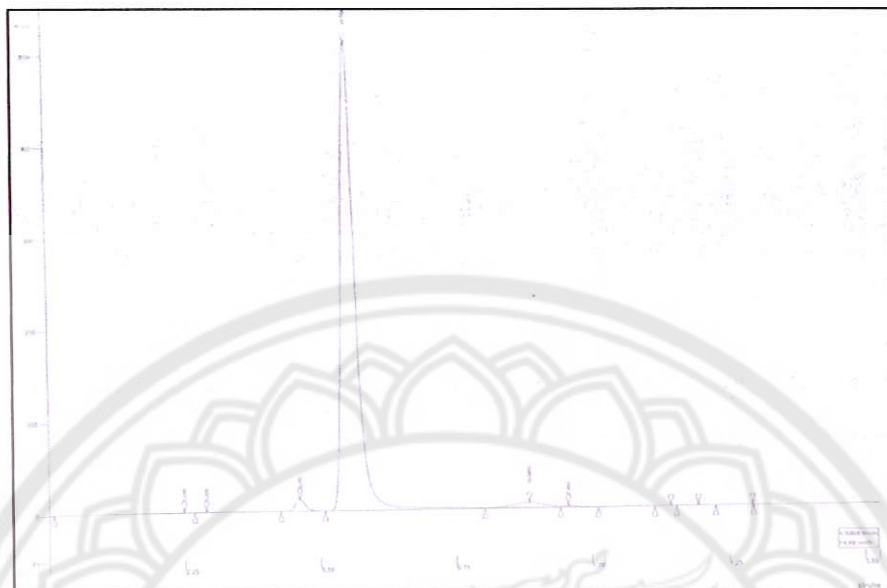
HP Packed column ซึ่งทำการบรรจุสารเอง พบว่าเกิดการแยกได้ดีและเวลาน้อยกว่า ดังโครมาโทแกรมดังภาพ 3.36, 3.37, 3.38, 3.39, 3.40 และสรุปไว้ในตาราง 3.11



ภาพ 3.35 โครมาโทแกรมของผสมเพนเทนกับเฮกเซนโดยใช้ MOFs มี He gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program ครั้งที่ 2



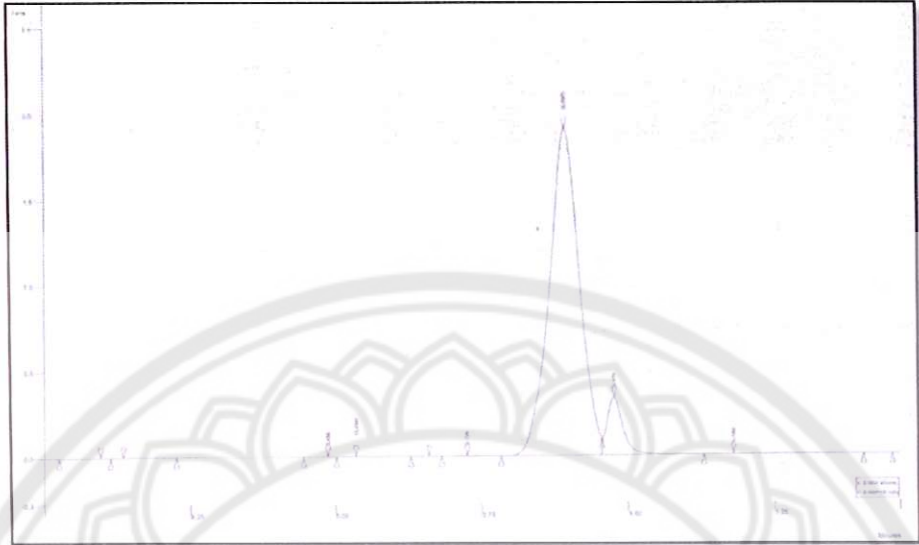
ภาพ 3.36 โครมาโทแกรมของเพนเทนที่ใช้คอลัมน์ 10% Carbowax มี H₂ gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program



ภาพ 3.37 โครมาโทแกรมของเฮกเซนที่ใช้ที่ใช้คอลัมน์ 10% Carbowax มี H₂ gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program



ภาพ 3.38 โครมาโทแกรมของเฮปเทนที่ใช้ที่ใช้คอลัมน์ 10% Carbowax มี H₂ gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program



ภาพ 3.39 โครมาโทแกรมของไซลีนที่ใช้ที่ใช้คอลัมน์ 10% Carbowax มี H₂ gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program



ภาพ 3.40 โครมาโทแกรมของผสมเพนเทน เฮกเซน เฮปเทน และไซลีนที่ใช้คอลัมน์ 10% Carbowax มี H₂ gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program

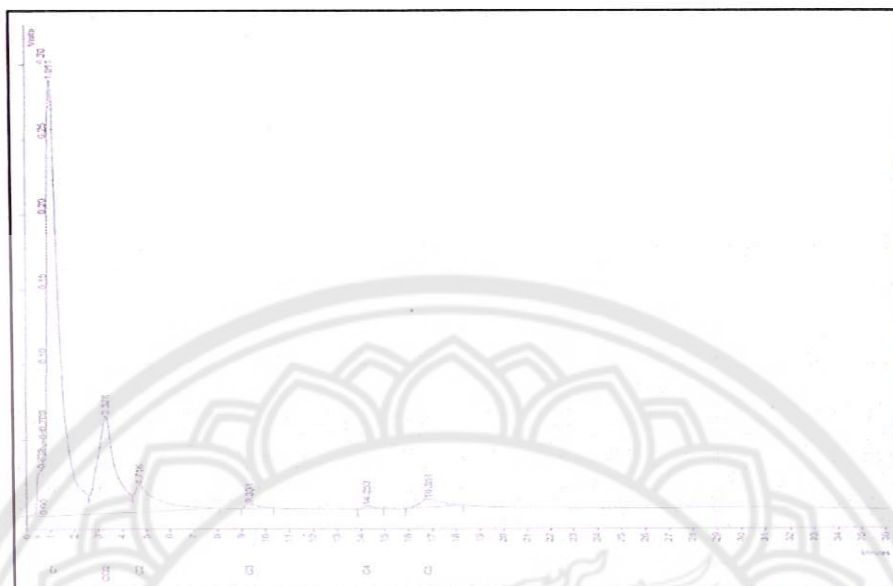
ตาราง 3.11 สรุปค่า Retention time และค่า Resolution ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน โดยใช้คอลัมน์ 10% Carbowax

สารผสม	Retention time (นาที)	Resolution
Pentane	0.494	
Hexane	0.554	
Heptane	0.723	
Xylene	0.895	
Pentane + Hexane	0.487, 0.553	0.66
Hexane +Heptane	0.553, 0.709	1.25
Heptane + Xylene	0.709, 0.879	0.97

จากนั้นทำการทดสอบการใช้คอลัมน์ MOFs ด้วยการฉีดแก๊สผสมไฮโดรคาร์บอน คือ มีเทน อีเทน โพรเพน บิวเทน และเพนเทน ซึ่งมีส่วนประกอบและค่า Retention time ดังตาราง 3.12 พบว่าโครมาโทแกรมที่ได้สามารถทำการแยกแก๊สผสมได้ค่อนข้างดี ดังภาพ 3.41 แต่เนื่องจากแก๊สผสมมีราคาค่อนข้างแพง การเก็บรักษา และระบบการฉีดค่อนข้างยุ่งยาก จึงทำการทดลองได้แค่ครั้งเดียว อย่างไรก็ตามคอลัมน์นี้จะยังคงมีการพัฒนาคุณภาพต่อเพื่อการวิเคราะห์ที่เหมาะสมต่อไป

ตาราง 3.12 แสดงส่วนประกอบและค่า Retention time ของแก๊สผสม โดยใช้คอลัมน์ MOFs

Gas	%	Retention time (minutes)
He	0.2	0.638
N ₂	0.5	0.709
CH ₄	1.1	1.011
CO ₂	3.5	3.328
C ₂ (C ₂ H ₆)	9.9	4.716
C ₃ (C ₃ H ₈)	6.0	9.331
C ₄ (C ₄ H ₁₀)	2.7	14.253
C ₅ (C ₅ H ₁₀)	3.0	16.851



ภาพ 3.41 โครมาโทแกรมของแก๊สผสมมีเทน อีเทน โพรเพน บิวเทน และเพนเทนโดยใช้คอลัมน์ MOFs มี H_2 gas เป็นแก๊สพา ด้วยระบบ temperature program

บทที่ 4

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้สามารถทำการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ (MOFs) ได้เองในห้องปฏิบัติการทั่วไป และพบว่าในการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์มีปัจจัยหลายอย่างที่มีผลต่อการสังเคราะห์ อาทิเช่น ขนาดของภาชนะที่ใช้ในการสังเคราะห์ อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ เป็นต้น ซึ่งในแต่ละปัจจัยที่มีผลต่อการทดลองจะให้ผลที่แตกต่างกัน งานวิจัยนี้จึงต้องการหาปัจจัยที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ MOFs ให้มีความเป็นผลึก และมีรูพรุนมาก และเพื่อให้ได้ผลใกล้เคียงกับวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ New-1 ซึ่งมีการสังเคราะห์ไว้แต่ยังไม่ได้นำไปใช้ประโยชน์ จากการศึกษาพบว่าปัจจัยที่เหมาะสมในการทดลองคือ ใช้ภาชนะขนาด 50 มิลลิลิตร อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 130 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการสังเคราะห์ 7 ชั่วโมง พบว่าได้ผลึกสีน้ำเงินเข้ม เมื่อนำไปวิเคราะห์ผลด้วยเทคนิค XRD จะให้พีคในตำแหน่งเดียวกันกับ New-1 และยืนยันหมู่ฟังก์ชันของ MOFs ด้วยเทคนิค FT-IR ซึ่งให้พีคที่ใกล้เคียงกันและมีหมู่ฟังก์ชันตรงกับ New-1 และใช้เทคนิค SEM เป็นการดูพื้นผิวโดยรวมของ MOFs พบว่า MOFs ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะดังกล่าวมีความเป็นผลึกและมีรูพรุนมาก การทดสอบความแม่นยำในการสังเคราะห์อยู่ในเกณฑ์พอใช้

เมื่อนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ไปบรรจุในแพคเกจก๊าสโครมาโทกราฟีที่ทำจากโลหะ และทำการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอน คือ เพนเทน เอกเซน เฮปเทน และไซลีน โดยใช้ Thermal Conductivity เป็นดีเทคเตอร์ พบว่าครั้งแรกสภาวะยังไม่เหมาะสม base line ไม่เรียบ และสม่าเสมอ และยังไม่สามารถทำการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนได้ จึงต้องทำการ equilibrate อุณหภูมิของคอลัมน์ก่อนซึ่งค่อนข้างใช้เวลานานพอสมควรเพื่อให้วัสดุในคอลัมน์มีความเหมาะสม หลังจากปรับสภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เช่น โปรแกรมควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ ชนิดของแก๊สพาที่ใช้ (H_2 และ He) ทำให้สามารถทำการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนดังกล่าวได้ โดยเทียบกับสารมาตรฐานแต่ละชนิด แต่ผลการทดลองที่ได้ยังคงใช้เวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนานและมีค่าการแยกค่อนข้างต่ำ เมื่อเทียบกับคอลัมน์ 10% Carbowax ซึ่งเป็นคอลัมน์ทั่วไปที่ใช้ในห้องปฏิบัติการเคมีทั่วไปที่ทำการบรรจุเองเช่นกัน และเนื่องจากคุณสมบัติทางเคมีของคอลัมน์แตกต่างกัน

จากนั้นได้ทำการทดสอบการแยกแก๊สไฮโดรคาร์บอนผสม คือ มีเทน อีเทน โพรเพน บิวเทน และเพนเทน พบว่าสามารถทำการแยกได้ค่อนข้างดี ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าคอลัมน์ซึ่งทำการบรรจุวัสดุโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้เองเหมาะสำหรับการแยกสารผสมซึ่งเป็นแก๊สมากกว่า แต่เนื่องจากแก๊สผสมดังกล่าวมีราคาแพงมาก การเก็บตัวอย่างและการรักษา ระบบการฉีดยังมีอุปสรรคมาก นอกจากนี้ งานวิจัยนี้ยังพบข้อจำกัดและข้อผิดพลาดในการวิเคราะห์หลายอย่าง เช่น ขั้นตอนการบรรจุในคอลัมน์ การดูแลรักษาเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีจำเป็นต้องใช้เทคนิคและเวลาในการศึกษาเพื่อให้ได้ผลที่มีประสิทธิภาพต่อไป แต่เนื่องจากผู้วิจัยมีเวลาจำกัดในการศึกษา ซ่อมบำรุง และปรับสภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีซึ่งมีสภาพค่อนข้างเก่าให้เหมาะสมกับงานวิจัยได้ อย่างไรก็ตามก็จะพยายาม

หาทางแก้ไขและปรับปรุงให้งานวิจัยดียิ่งขึ้น ดังนั้นผู้วิจัยหวังว่างานวิจัยนี้จะมีประโยชน์ต่อผู้สนใจ
ค้นคว้า และผู้ที่พัฒนางานวิจัยนี้ต่อไป ทางผู้วิจัยหวังว่าข้อเสนอแนะนี้จะมีประโยชน์ต่อผู้สนใจ
ค้นคว้า และผู้ที่จะนำงานวิจัยนี้ไปพัฒนาต่อไป



บรรณานุกรม

1. Millward A.R. and Yaghi O.M. (2005). Metal-Organic Frameworks with Exceptionally High Capacity for Storage of Carbon Dioxide at Room Temperature. **The American Chemical Society**, 127(51), 17998-17999.
2. Philip L. L., Sandrine B., Christian S., Alexandre V., Marco D., Lomig H., Guy D. W., Jong S. C., DoY. H., Young K. H., Sung H. J., and Gerard F. (2008). High Uptakes of CO₂ and CH₄ in Mesoporous Metal-Organic Frameworks MIL-100 and MIL-101. *Langmuir*, 24, 7245-7250.
3. Zheng B., Bai J., Duan J., Wojtas L. and Zaworotko M.J. (2012). Enhanced CO₂ Binding Affinity of a High-Uptake rht-Type Metal-Organic Framework Decorated with Acylamide Groups. *Journal of the American Chemical Society*, 133(4), 748-751.
4. Kitagawa S., Kitaura R. and Noro S.I. (2004). Functional Porous Coordination Polymers. *Angewandte Chemie International Edition*, 43(18), 2334-2375.
5. James S.L., (2003). Metal-organic frameworks. *Chemical Society Reviews*, 32, 276-288.
6. Yaghi O.M., O'Keeffe M., Ockwig N.W., Chae H.K., Eddaoudi M. and Kim J. (2003). Reticular synthesis and the design of new materials. *Nature*, 423(6941), 705-714.
7. Abourahma H., Moulton B., Kravtsov V. and Zaworotko M.J., (2002). Supramolecular Isomerism in Coordination Compounds: Nanoscale Molecular Hexagons and Chains. *Journal of the American Chemical Society*, 124(34), 9990-9991.
8. Thomas K.M., (2007). Hydrogen adsorption and storage on porous materials. *Catalysis Today*, 120(3-4), 389-398.
9. Jian R.L., Ryan J.K. and Hong C.Z. (2009). Selective Gas Adsorption and Separation in Metal-Organic Frameworks. *Chemical Society Reviews*, 38, 1477-14504.
10. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. (2534). หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพฯ.
11. Banglin C., Chengdu L., Jun Y., Damacio S.C., Yvette L.C., Emil B.L., Omar M.Y. and Sheng D.A. (2006). Microporous Metal-Organic Framework for Gas-Chromatographic Separation of Alkanes. *Angewandte Chemie International Edition*, 45, 1390-1393.
12. Berger A.H., Bhowan A.S. (2011). Comparing physisorption and chemisorption solid sorbents for use separating CO₂ from flue gas using temperature swing adsorption. *Energy Procedia*, 4, 562-567.

13. Putkham A. (2010) Synthesis, characterisation and gas adsorption studies for metal organic framework materials [Ph.D]. Newcastle upon Tyne: Newcastle University, United Kingdom.
14. Apipong P. (2013). Application of Metal-Organic Framework for Carbon Dioxide capture, *Journal of KKU Res J.*, 18, 161-177.
15. Yang R.T. (2003). Adsorbents: Fundamentals and Applications: **Wiley-Interscience**.
16. Chen B., Ma S., Hurtado E.J., Lobkovsky E.B. and Zhou H.C. (2007). A Triply Interpenetrated Microporous Metal-Organic Framework for Selective Sorption of Gas Molecules. *Inorganic Chemistry*, 46(21), 8490-8492.
17. Chen B., Ma S., Zapata F., Fronczek F.R., Lobkovsky E.B. and Zhou H.C. (2007). Rationally Designed Micropores within a Metal-Organic Framework for Selective Sorption of Gas Molecules. *Inorganic Chemistry*, 46(4), 1233-1236.
18. สุธรรม ศรีหล่มสัก. (2554). การวัดการดิฟแฟรคชันด้วยเครื่องดิฟแฟรคโตมิเตอร์. เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันเบื้องต้น.
19. http://physics.kku.ac.th/solid/sites/default/files/Chapter-4_Practical_XRD.pdf สืบค้นเมื่อวันที่ 2 มิถุนายน 2557
20. http://www.fbi.gov/about-us/lab/forensic-science-communications/fsc/april2007/research/2007_04_research03.htm/2007_04_research03_figure01.htm สืบค้นเมื่อวันที่ 2 มิถุนายน 2557
21. คอลีเยาะ บาเหะ. (2554). หลักการทำงานของเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน. ปฏิบัติการและเทคนิค XRD.
22. เย็นหทัย แน่นหนา. (2549). อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี. สเปกโทรสโกปี สำหรับเคมีอินทรีย์.
23. พรรณทิพย์ ห่อศรีสัมพันธ์. (2554). การทำงานของเครื่องFourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. FTIR เครื่องมือวิเคราะห์สารด้วยอินฟราเรด.
24. สมเดช กนกเมธากุล. (2547). อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี. สเปกโทรสโกปี ในการพิสูจน์โครงสร้างของสารอินทรีย์.
25. http://www.slri.or.th/th/index.php?option=com_content&view=article&id=401:2011-03-15-03-5751&catid=50:2010-11-02-00-08-36 สืบค้นเมื่อวันที่ 26 มิถุนายน 2557
26. รศ.ดร.จตุพร วุฒิกนกกาญจน์. (2553). หลักการเครื่อง SEM/EDS. *Polymer Characterization and Analysis*.
27. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร. (2553). ส่วนประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีแบบใช้ Packed Column.
28. <http://www.uam.es/docencia/quimcursos/Scimedia/chemed/sep/gc/detector/tcd.htm> สืบค้นเมื่อวันที่ 26 มิถุนายน 2557

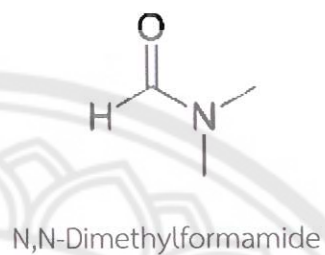
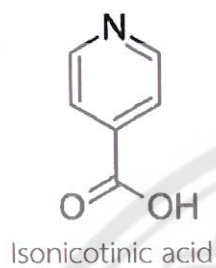
29. Zhi Y.G., Cheng X.Y., Na C. and Xiu P.Y. (2011). Metal-Organic Frameworks for Analytical Chemistry: From Sample Collection to Chromatographic Separation. **Account of Chemical Research**, 1-12.
30. Rosi N.L., Eckert J., Eddaoudi M., Vodak D.T., Kim J. and O'Keeffe M., et al. (2003). Hydrogen Storage in Microporous Metal-Organic Frameworks. **Science**, 300(5622), 1127-1129.
31. Andrea S., Daniele M., Eliana Q. and Antonella P. (2010). Separation of Alkanes and Aromatic Compounds by Packed Column Gas Chromatography Using Functionalized Multi-Walled Carbon Nanotubes as Stationary Phases. **Journal of Chromatography A**, 1217, 2918-2924.
32. Finsy V., Verelst H., Alaert L., De V.D., Jacobs P.A., Baron G.V., Denayer J.F.M. (2008). Pore-Filling-Dependent Selectivity Effects in The Vapor-Phase Separation of Xylene Isomers on the Metal-Organic-Framework MIL-47. **Journal of the American Chemical Society**, 130, 7110-7118.
33. Yingwei L. and Ralph T. Y. (2007). Gas Adsorption and Storage I Metal-Organic Framework MOF-177. **Langmuir**, 23, 12937-12944.
34. Shuangbing H., Yanhu W., Cory V., Istva L., Jeremiah J. G., Ali C., Stoddart J. F. and Bartosz A. G. (2010). Chromatography in a Single Metal-Organic Framework (MOF) Crystal. **JACS Communications**, 132, 16358-16361.
35. ปวีณา ทรัพย์แก้ว และ เปรมจิราภรณ์ พิวจันทร์. (2555). การศึกษาการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์สำหรับประยุกต์ใช้ทางแก๊สโครมาโทกราฟี. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร.



ภาคผนวก 1

การคำนวณน้ำหนักของสารตั้งต้น

โครงสร้างสาร



วิธีคำนวณ

1. Isonicotinic 1.25 mmol (MW = 123 g/mol)

$$\begin{aligned} \text{Mol} &= \text{g/MW} \\ \text{g} &= 1.25 \times 10^{-3} \times 123 \\ \text{g} &= 0.1538 \text{ g} \end{aligned}$$

2. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5(\text{H}_2\text{O})$ 0.5 mmol (MW = 232.5 g/mol)

$$\begin{aligned} \text{Mol} &= \text{g/MW} \\ \text{g} &= 5 \times 10^{-4} \times 232.5 \\ \text{g} &= 0.1162 \text{ g} \end{aligned}$$

การคำนวณค่า Precision

Precision คือ ค่าความแม่นยำของการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ในแต่ละครั้ง หาได้จากการนำน้ำหนักของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ที่ใช้ปัจจัยเดียวกัน มาใช้ในการคำนวณหาความแม่นยำของการสังเคราะห์ โดยจะคำนวณหาค่าเฉลี่ยของน้ำหนัก(X) ค่าพิสัย (Range) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) และ %RSD

$$\text{ค่าเฉลี่ยของน้ำหนัก } (\bar{X}) = \frac{\sum_{i=1}^N X_i}{N}$$

$$\text{ค่าพิสัย(Range)} = \text{Max-Min}$$

$$\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน SD} = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{N-1}}$$

$$\text{เบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD)} = \frac{SD}{X}$$

$$\%RSD = \frac{SD}{X} \times 100$$

การคำนวณสารมาตรฐานไฮโดรคาร์บอนใน GC

- 1%Pentane
- 1%Hexane
- 1%Heptane
- 1%Xylene

คำนวณได้จาก

ยกตัวอย่าง Hexane

เตรียม 10% Hexane ปริมาตร 25 ml

โดยคำนวณจาก

$$\begin{aligned}
 M_1V_1 &= M_2V_2 \\
 (100\%)V &= (10\%)(25\text{ml}) \\
 V &= 2.5 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

ดังนั้นการเตรียม 10% Hexane ทำได้โดย ปิเปต Hexane มา 2.5 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ในขวดปรับปริมาตรขนาด 25 ml

เตรียม 1%Hexane จาก 10% Hexane

โดยคำนวณจาก

$$\begin{aligned}
 M_1V_1 &= M_2V_2 \\
 (10\%)V &= (1\%)(10\text{ml}) \\
 V &= 1 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

ดังนั้นการเตรียม 1% Hexane ทำได้โดย ปิเปต Hexane มา 1 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ในขวดปรับปริมาตรขนาด 10 ml

*สารมาตรฐานตัวอื่นคำนวณเหมือนข้างต้น

การคำนวณหา % yield

คำนวณได้จาก

$$\% \text{ yield} = \frac{\text{โมลของผลิตภัณฑ์}}{\text{โมลของสารตั้งต้น}}$$

สูตรโมเลกุลของผลิตภัณฑ์ ($\text{Cu}(4\text{-C}_5\text{H}_4\text{N-COO})_2(\text{H}_2\text{O})_4$) M.W. 381.5 g/mol

โดย Isonicotinic acid ; $\text{C}_5\text{H}_5\text{NO}_2$ 0.5 mmol เป็นสารกำหนดปริมาณ

ยกตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการใช้ภาชนะ 50 ml ในการสังเคราะห์

หาโมลของผลิตภัณฑ์

$$N = \text{g/MW}$$

$$N = 0.1584/381.5$$

$$N = 4.15 \times 10^{-4}$$

คำนวณหา % yield จากสูตร

$$\text{แทนค่า} \quad \% \text{ yield} = (4.15 \times 10^{-4} / 5 \times 10^{-4}) \times 100$$

$$= 83 \%$$

ดังนั้นในการสังเคราะห์ MOFs โดยใช้ขวดก้นกลมขนาด 50 ml ในการสังเคราะห์ได้ % yield เท่ากับ 83 %

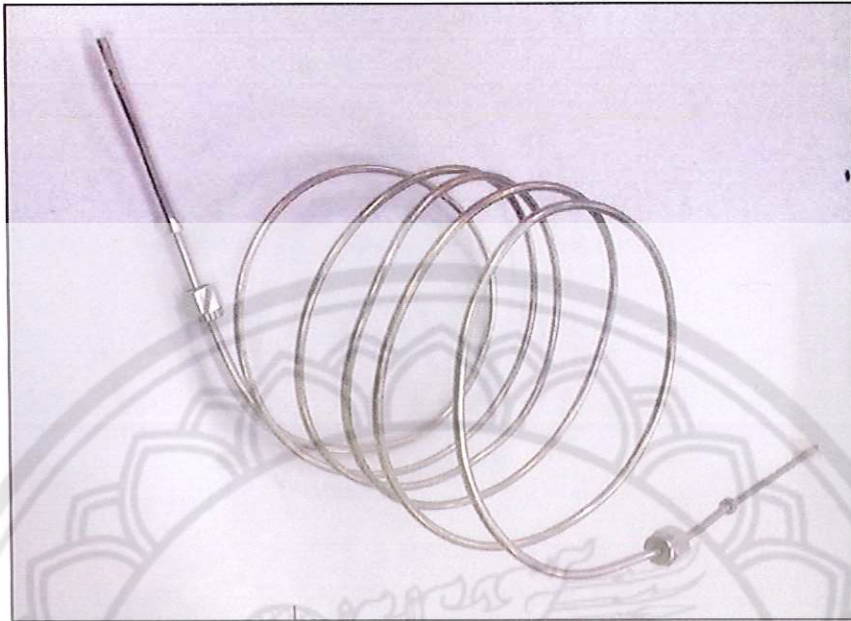
ภาพการสังเคราะห์



ภาพ จ.1 ภาพการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์



ภาพ จ.2 การกรองวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์



ภาพ จ.3 คอลัมน์ที่ใช้บรรจุ MOFs และ 10% Carbowax



ภาพ จ.4 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

ภาคผนวก 2



Output ที่ได้จากโครงการ

1. ได้นำเสนอในรูปแบบโปสเตอร์ (Poster presentation) ในการประชุมวิชาการระดับชาติ วิทยาศาสตร์วิจัย ครั้งที่ 6 (The 6th Science Research Conference) ซึ่งมีการตีพิมพ์เฉพาะ บทคัดย่อ (Abstract) ในหัวข้อเรื่อง “การพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ อย่างง่าย (Facile Synthesis of Metal-Organic Frameworks Material)” วันที่ 20-21 มีนาคม 2557 ณ มหาวิทยาลัยบูรพา จังหวัดชลบุรี
2. ได้นำไปใช้ในการศึกษาสำหรับโครงการงานวิจัยของโครงการพัฒนากำลังคนด้านวิทยาศาสตร์ (นิสิตทุนเรียนดี) ในหัวข้อเรื่อง “การศึกษาและพัฒนากการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ในรูป Cu-Isonicotinated complex” วันที่ 15 มิถุนายน 2556 ณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร จังหวัดพิษณุโลก



การประชุมวิชาการระดับชาติวิทยาศาสตร์วิจัย ครั้งที่ 6
THE 6th SCIENCE RESEARCH CONFERENCE

SCIENCE
RESEARCH
CONFERENCE **6th**



กำหนดการและบทคัดย่อ

20-21 มีนาคม 2557

มหาวิทยาลัยบูรพา ชลบุรี

308/2557

#50 Summary

การประชุมวิชาการ วิทยาศาสตร์วิจัย ครั้งที่ 6

HOME ABOUT USER HOME SEARCH CURRENT
 CONFERENCES ANNOUNCEMENTS

[OPEN
 CONFERENCE
 SYSTEMS](#)

Home > User > Author > Submissions > #50 > Summary

[Conference Help](#)

#50 Summary

SUMMARY REVIEW

Submission

Authors Ajchara Imkum, Apipong Putkham
 Title Facile synthesis of Metal-Organic Framework Material
 Original file [50-73-1-SM.DOC](#) 2014-01-08
 Supp. files None [ADD A SUPPLEMENTARY FILE](#)
 Submitter Ajchara Imkum
 Date submitted January 8, 2014 - 05:39 AM
 Track เคมี - ป่าสงขลานครินทร์
 Director ผศ.ดร. จอมใจ สุภัส (Director)
 ดร.วรรณฤดี แก้วศิริ (Track Director)

Abstract Views 39

USER

You are logged in as...
 afmkum
 • [My Profile](#)
 • [Log Out](#)

NOTIFICATIONS

- [View](#)
- [Manage](#)

AUTHOR

Submissions
 • [Active \(0\)](#)
 • [Archive \(1\)](#)
 • [New Submission](#)

CONFERENCE CONTENT

Search

 All

Conference Information

- [Track Policies](#)
- [Presentations](#)
- [Conference Schedule](#)
- [Timeline](#)

Browse

- [By Conference](#)
- [By Author](#)
- [By Title](#)

FONT SIZE

INFORMATION

- [For Readers](#)
- [For Authors](#)

Status

Status Posted
 Initiated 2014-02-16
 Last modified 2014-03-15

Submission Metadata

[EDIT METADATA](#)

Authors

Name Ajchara Imkum
 Affiliation Department of Chemistry, Faculty of Science, Naresuan University
 Country Thailand
 Bio statement —
 Principal contact for editorial correspondence.

Name Apipong Putkham
 Affiliation Division of Environmental Technology, Faculty of Environment and Resource studies, Mahasarakham University
 Country Thailand
 Bio statement —

Title and Abstract

Title Facile synthesis of Metal-Organic Framework Material

Abstract

บทคัดย่อ

โครงข่ายโลหะอินทรีย์จัดเป็นกลุ่มวัสดุโพลีเมอร์ผสมที่มีรูปทรงแปลกต่าง โดยเมตรจีนสังเคราะห์ในเบรคซึ่งมีส่วนประกอบสองส่วนที่สำคัญคือ กลุ่มของไอออนโลหะเชื่อมกับลิแกนด์สารอินทรีย์ และด้วยคุณสมบัติที่จำเพาะในการดูดซับพื้นที่ผิวสูง เสถียรต่อความร้อน และอาจสามารถออกแบบโครงสร้างใหม่ขึ้นมาในรูปแบบที่ต้องการได้ จึงทำให้มีการนำวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ไปประยุกต์ใช้ใน

3016/2557

#50 Summary

งานค้นคว้าวิจัย การสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่ใช้วิธีทำไดโอมิซีไฮโดรเทอร์มัล/ไฮโดรเทอร์มัล โดยผสมสารที่ส่งเสริมการสังเคราะห์เข้าด้วยกันและนำเข้าออโตคลีฟ (autoclave) ทำให้มีค่าใช้จ่ายสูง ดังนั้นงานวิจัยที่จัดทำการศึกษาวิธีการสังเคราะห์โดยใช้อุปกรณ์อย่างง่าย ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติของวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ XRD, FTIR และ SEM/EDX พบว่าวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ด้วยอุปกรณ์อย่างง่ายมีคุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมีเหมือนกันกับวัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

คำสำคัญ : วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ / ไฮโดรเทอร์มัล / ไฮโดรเทอร์มัล

Abstract

Metal-Organic Frameworks (MOFs) are a class of nanoporous-composite polymeric materials which consist of two major components: metal ions cluster and bridging organic ligands. Their selective adsorption, high surface area, good thermal stability and the availability of in-pore functionality make these materials widely-potentially useful and attractive applications. However, hydro/solvothermal synthesis of this material in autoclave is expensive. Therefore, the simple synthetic procedures of this material are conducted. Results obtained from XRD, FTIR and SEM/EDX is indicated that both MOF synthesized from simple procedures and solvothermal MOF have the same physical and chemical characteristics.

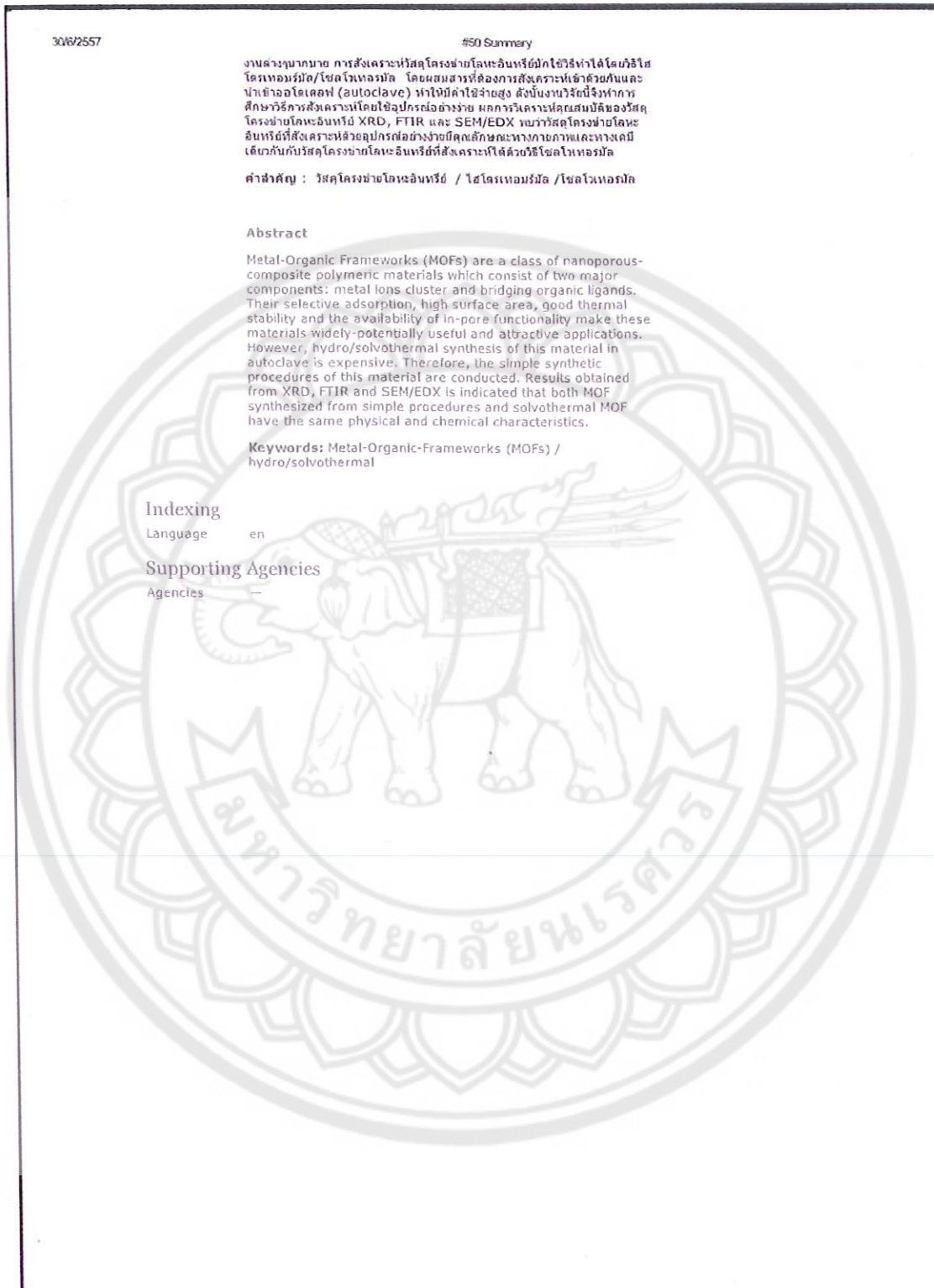
Keywords: Metal-Organic-Frameworks (MOFs) / hydro/solvothermal

Indexing

Language en

Supporting Agencies

Agencies --



การประชุมวิชาการระดับชาติ "วิทยาศาสตร์วิจัย" ครั้งที่ 6

CH-P-067

การพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์อย่างง่าย

Facile synthesis of Metal-Organic Frameworks Material

อังชารา อิมคำ¹, และ อภิพงษ์ พูลคำ²

¹ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครสวรรค์

²สาขาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

บทคัดย่อ

โครงข่ายโลหะ-สารอินทรีย์จัดเป็นวัสดุกลุ่มโพลีเมอร์สังเคราะห์ที่มีรูพรุนตั้งแต่ระดับไมโครเมตรถึงระดับนาโนเมตร ประกอบด้วย 2 ส่วนที่สำคัญคือ กลุ่มของไอออนโลหะและลิแกนด์อินทรีย์ที่ทำหน้าที่เป็นสะพานเชื่อม การสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะ-สารอินทรีย์โดยทั่วไปใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอล/โซลโวเทอร์มอล ซึ่งต้องทำปฏิกิริยาในหม้อนึ่งความดันอัตโนมัติภายใต้สภาวะสูง ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ Cu-isonicotinated complex ด้วยอุปกรณ์อย่างง่าย ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติของวัสดุโครงข่ายโลหะ-สารอินทรีย์ด้วยเทคนิค XRD, FTIR และ SEM พบว่าวัสดุโครงข่ายโลหะ-สารอินทรีย์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีดังกล่าวมีคุณลักษณะทางกายภาพ เช่น โครงสร้าง ลักษณะพื้นผิว และคุณลักษณะทางเคมี เช่น หมู่ฟังก์ชัน ไม่แตกต่างจากวัสดุโครงข่ายโลหะ-สารอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

คำสำคัญ : วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ / ไฮโดรเทอร์มอล / โซลโวเทอร์มอล

Abstract

Metal-Organic Frameworks (MOFs) are a class of micro to nanoporous-composite polymeric materials which consist of two major components: metal ions cluster and bridging organic ligands. Generally, hydro/solvothermal method is the synthesis process for this material which controlled in autoclave, however, is very expensive. Therefore, the simple synthetic procedures of Cu-isonicotinated complex are developed. Results obtained from XRD, FTIR and SEM is indicated that both MOF synthesized from simple procedures and solvothermal MOF have the same physical e.g. structure and surface, for chemical characteristics e.g. functional group, also.

Keywords: Metal-Organic Frameworks (MOFs) / hydrothermal/ solvothermal

Corresponding author. E-mail : angchara@nu.ac.th



ที่ ศธ ๖๖๑๕.๑/๗๐๒๖/๐

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ต.แสนสุข อ.เมือง จ.ชลบุรี ๒๐๑๓๑

๒๐ กุมภาพันธ์ พ.ศ. ๒๕๕๗

เรื่อง สอบรับการนำเสนอบทความวิชาการ

เรียน คุณอัจฉรา อิ่มคำ

ตามที่ท่านได้ส่งผลงานวิจัยในรูปแบบบทความ เพื่อนำเสนอในงานประชุมวิชาการระดับชาติ "วิทยาศาสตร์วิจัย ครั้งที่ ๖" ในวันที่ ๒๐ - ๒๑ มีนาคม พ.ศ. ๒๕๕๗ ณ อาคารเฉลิมพระเกียรติสองสิริราชสมบัติครบ ๒๐ ปี มหาวิทยาลัยบูรพา อำเภอเมือง จังหวัดชลบุรี ในการนี้ผู้ทรงคุณวุฒิได้ทำการพิจารณาบทความวิจัยในหัวข้อ "การพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์อย่างง่าย" แล้ว และทางฝ่ายวิชาการของงานประชุมฯ มีความยินดีที่จะแจ้งให้ผู้ส่งบทความทราบว่า ผลงานวิจัยของท่านได้รับการ "ตอบรับ" เพื่อนำเสนอผลงานในรูปแบบโปสเตอร์ ทั้งนี้ การตอบรับจะสมบูรณ์เมื่อท่านลงทะเบียนในระบบ <http://sic6.sci.buu.ac.th/register/>

สำหรับผู้ที่นำเสนอผลงานวิจัยแบบบรรยายขอให้เตรียมเอกสารประกอบการบรรยายจากโปรแกรม Powerpoint 2007 โดยมีเวลาในการนำเสนอพร้อมตอบคำถามไม่เกิน ๑๕ นาที ส่วนการนำเสนอแบบโปสเตอร์ขอให้เตรียมโปสเตอร์ในขนาด ๘๐ x ๑๒๐ เซนติเมตร สำหรับกำหนดการและลำดับการนำเสนอผลงานจะประกาศที่ <http://sic6.sci.buu.ac.th/> ต่อไป

ขอขอบคุณที่ส่งผลงานเข้าร่วมนำเสนอในงานประชุมฯ และหวังเป็นอย่างยิ่งที่จะได้เห็นงานวิจัยของท่านในงานประชุมฯ

ขอแสดงความนับถือ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์คุณาวดี ตันฉวีรานุกษ์)
คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

สำนักงานคณบดี คณะวิทยาศาสตร์
โทรศัพท์ ๐-๓๘๑๐-๓๐๘๕
โทรสาร ๐-๓๘๑๐-๓๐๕๑

การศึกษาและพัฒนากการสังเคราะห์วัสดุโครงข่ายโลหะอินทรีย์ในรูป
Cu-Isonicotinated complex
A Study and Development of Metal-Organic Framework Synthesis
as Cu-Isonicotinated complex



โครงการวิจัยนี้เป็นส่วนหนึ่งของโครงการพัฒนากำลังคนด้านวิทยาศาสตร์
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยนครสวรรค์
วันที่ 15 มิถุนายน 2556

