บทที่ 3
วิธีการดำเนินวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.1.1 ชุดอุปกรณ์ Hydrothermal Autoclave Reactor ขนาด 25 มิลลิลิตร

3.1.2 ตู้อบลมร้อน (Oven)

3.1.3 ชุดเครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum Filter)

3.1.4 กระดาษกรอง (Quantitative Filter Paper)

3.1.5 เครื่องชั่งไฟฟ้า (Analytical Balance)

3.1.6 เครื่องกวนสาร (Magnetic Stirrer)

3.1.7 เครื่องทดสอบความเสถียรทางความร้อนของสาร (Thermogravimetric Analysis; TGA)

3.1.8 เครื่องฟูเรียร-ทรานสฟอรม-อินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FT-IR)

3.1.9 เครื่องวัดการวาวแสง (Photoluminescence Spectroscopy; PL)

3.1.10 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ผ่านผลึกเดี่ยว (Single Crystal X-ray Diffraction; SC-XRD)

3.1.11 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ผ่านผงตัวอย่าง (Powder X-ray Diffraction; P-XRD)

3.2 สารเคมี

3.2.1 ยูโรเพียมไนเตรท เฮกซะไฮเดรท (Europium(III) nitrate hexahydrate ; $Eu(NO_3)_3{\cdot}6H_2O$)
บริสุทธิ์ 99.9% ชนิด A.R.Grade บริษัท Alfa Aesar

3.2.2 เทอร์เบียมไนเตรท เฮกซะไฮเดรท (Terbium(III) nitrate pentahydrate ; $Tb(NO_3)_3{\cdot}5H_2O$)
บริสุทธิ์ 99.9% ชนิด A.R.Grade บริษัท SIGMA-ALDRICH

3.2.3 4-โบรโมเบนโซไฮดราไซด์ (4-bromobenzhydrazide; *p*-BrBzz) ; $C_7H_7BrN_2O$
บริสุทธิ์มากกว่า 97.0% ชนิด A.R.Grade บริษัท TCI

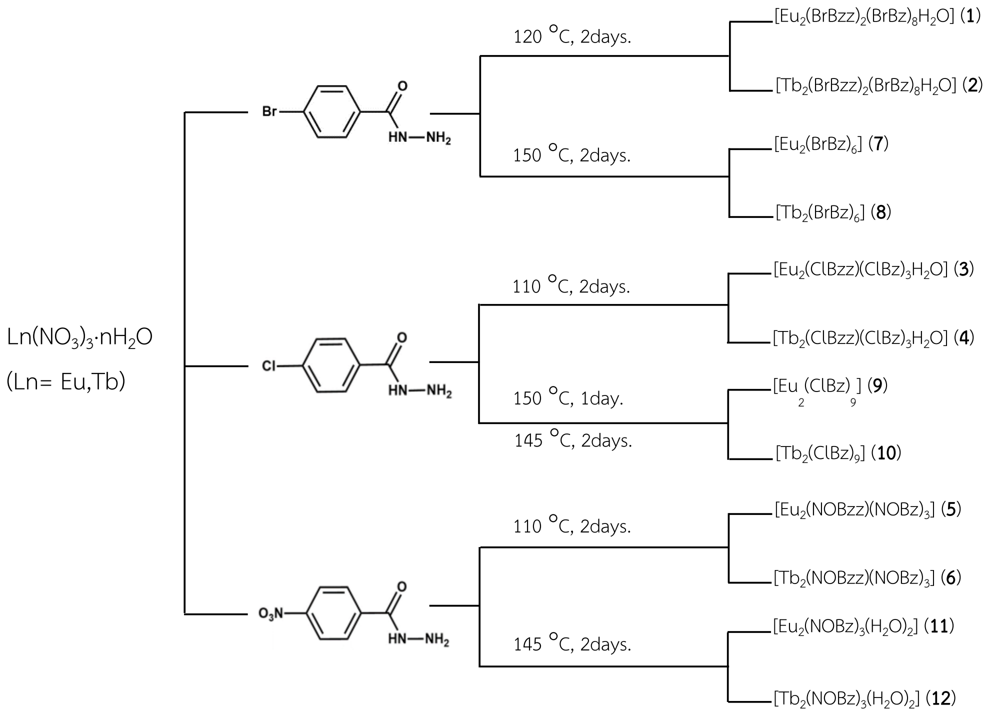
3.2.4 4-คลอโรเบนโซไฮดราไซด์ (4-chlorobenzohydrazide; *p*-ClBzz) ; $C_7H_7ClN_2O$
บริสุทธิ์มากกว่า 98.0% ชนิด A.R.Grade บริษัท TCI

3.2.5 4-ไนโตรเบนไฮดราไซด์ (4-nitrobenzhydrazide; *p*-NOBzz) ; $C_7H_7N_3O_3$

บริสุทธิ์มากกว่า 98.0% ชนิด A.R.Grade บริษัท TCI

3.3 วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ใช้ลิแกนด์ 3 ชนิด ได้แก่ 4-โบรโมเบนโซไฮดราไซด์ (*p*-BrBzz), 4-ไนโตรเบนไฮดราไซด์ 4-คลอโรเบนโซไฮดราไซด์ (*p*-ClBzz), 4-ไนโตรเบนไฮดราไซด์ (*p*-NOBzz) กับโลหะ ยูโรเพียมไนเตรท เฮกซะไฮเดรท ($Eu(NO_3)_3{\cdot}6H_2O$) กับ เทอร์เบียมไนเตรท เฮกซะไฮเดรท ($Tb(NO_3)_3{\cdot}5H_2O$) สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอมอล โดยแสดงวิธีการสังเคราะห์ดัง**รูปที่ 3.1**



รูปที่ 3.1 แสดงวิธีการสังเคราะห์ MOFs 12 ชนิด

3.3.1 สังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่อุณหภูมิต่ำ ด้วยวิธี Hydrothermal

1. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [$Eu_2(BrBzz)_2(BrBz)_8H_2O$] (1)

ชั่งสาร $Eu(NO_3)_3\cdot 6H_2O$ (0.0892 กรัม, 0.20 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-BrBzz (0.0860 กรัม, 0.40 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

2. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [$Tb_2(BrBzz)_2(BrBz)_8H_2O$] (2)

ชั่งสาร $Tb(NO_3)_3\cdot 5H_2O$ (0.0690 กรัม, 0.20 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-BrBzz (0.0860 กรัม, 0.40 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

3. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [$Eu_2(ClBzz)(ClBz)_3H_2O$] (3)

ชั่งสาร $Eu(NO_3)_3\cdot 6H_2O$ (0.1116 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-ClBzz (0.0853 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-

เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

4. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [Tb_2(ClBzz)(ClBz)$_3H_2O$] (4)

ชั่งสาร $Tb(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ (0.1088 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-ClBzz (0.0853 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลง Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเครื่อง Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

5. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [Eu_2(NOBzz)(NOBz)$_3$] (5)

ชั่งสาร $Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (0.1116 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-NOBzz (0.0906 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

6. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [Tb_2(NOBzz)(NOBz)$_3$] (6)

ชั่งสาร $Tb(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ (0.1088 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-NOBzz (0.0906 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

3.3.2 สังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ที่อุณหภูมิสูง ด้วยวิธี Hydrothermal

1. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [Eu_2(BrBz)$_6$] (7)

ชั่งสาร $Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (0.1116 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-BrBzz (0.1076 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

2. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [Tb_2(BrBz)$_6$] (8)

ชั่งสาร $Tb(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ (0.1088 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-BrBzz (0.1076 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-

เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

3. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [$Eu_2(ClBz)_9$] (9)

ชั่งสาร $Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (0.1116 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-ClBzz (0.0853 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

4. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [$Tb_2(ClBz)_9$] (10)

ชั่งสาร $Tb(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ (0.1088 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-ClBzz (0.0853 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 145 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

5. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [$Eu_2(NOBz)_3(H_2O)_2$] (11)

ชั่งสาร $Eu(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (0.1116 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-NOBzz (0.0906 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 145 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

6. การสังเคราะห์โครงข่ายโลหะอินทรีย์ของ [$Tb_2(NOBz)_3(H_2O)_2$] (12)

ชั่งสาร $Tb(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ (0.1088 กรัม, 0.25 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ชั่ง *p*-NOBzz (0.0906 กรัม, 0.50 มิลลิโมล) ใส่ลงใน Teflon Lined ขวดเดียวกัน เติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย Magnetic Stirrer เป็นเวลา 10 นาที วัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายพร้อมทั้งจดบันทึกค่าที่ได้ นำ Teflon Lined ใส่ลงใน Autoclave Bomb ขนาด 25.00 มิลลิลิตรพร้อมทั้งปิดให้สนิท นำ Autoclave Bomb ใส่ในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 145 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน นำ Autoclave Bomb ออกจากตู้อบลมร้อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค Single-Crystal X-ray Diffraction กรองผลึกด้วย ชุดเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้น้ำปราศจากไอออนในการล้างผลึก ทำให้แห้งและจดบันทึกน้ำหนักของผลึกที่ได้ นำผลึกมาส่องดูลักษณะและสีด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป

3.3 วิเคราะห์องค์ประกอบของโครงสร้างผลึก

3.3.1 วิเคราะห์โครงสร้างของผลึกที่สังเคราะห์ได้ด้วย เทคนิค Single-Crystal X-ray diffraction (SC-XRD)

ผลึกเดี่ยวของวัสดุรูพรุนชนิดใหม่ MOFs ทั้ง 12 ตัว ได้แก่ [Eu_2(BrBz)$_9$] (**1**), [Tb_2(BrBz)$_9$] (**2**), [Eu_2(ClBzz)(ClBz)3H_2O] (**3**), [Tb_2(ClBzz)(ClBz)3H_2O] (**4**), [Eu_2(NOBzz)(NOBz)$_3$] (**5**), [Tb_2(NOBzz)(NOBz)$_3$] (**6**) , [Eu_2(BrBz)$_9$] (**7**), [2(BrBz)$_9$] (**8**), [Eu_2(ClBz)$_9$] (**9**), 10)1D[Tb_2(ClBz)$_9$], [Eu_2(NOBz)$_3$(H2O)$_2$] (**11**), และ[Tb_2(NOBz)$_3$(H2O)$_2$] (**12**) ได้ถูกทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์บนผลึกเดี่ยว ที่อุณหภูมิห้อง โดยเครื่อง Bruker D8 QUEST CMOS Diffractometer แสดงดัง**รูปที่ 3.2** ซึ่งใช้โมลิบดินัมเป็นแหล่งกำเนิดรังสี solve โครงสร้างโดยใช้ SHELXT และ refine on F^2 โดยใช้ SHELXT (Hedrick,2015) เตรียมรูปโครงสร้างผลึกโดยโปรแกรม OLEX2 (Dolommanov et al.,2009) ข้อมูลที่ตรวจวัดได้เมื่อผ่านการแปลผลแล้วจะทำให้ทราบชนิดของหน่วยเซลล์และโครงสร้างทางเคมีของวัสดุรูพรุน MOFs อีกทั้งยังสามารถใช้ในการตรวจสอบการซ้ำซ้อนทางโครงสร้างของวัสดุรูพรุน MOFs ที่สังเคราะห์ได้จากฐานข้อมูลผลึกศาสตร์

รูปที่ 3.2 เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรัวสีเอ็กซ์ผ่านผลึกเดี่ยว (Single-Crystal X-ray diffraction; SC-XRD)

3.3.2 วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของผลึกด้วย เทคนิค Powder X-ray diffraction (P-XRD)

การศึกษาความบริสุทธิ์ของวัฏภาคและการเปลี่ยนแปลงวัฏภาค ด้วยเครื่อง Bruker D2 PHASER Diffractometer แสดงดัง**รูปที่ 3.3** โดยใช้ Cu-Kα radiation (λ = 0.154) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุรูพรุน MOFs โดยอาศัยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์แบบผงเพื่อบ่งบอกถึงความบริสุทธิ์ของสาร ความเสถียรทางโครงสร้าง หรือการเปลี่ยนแปลงทางวัฏภาค โดยเปรียบเทียบข้อมูล P-XRD pattern ของโครงสร้างวัสดุรูพรุน MOFs กับข้อมูล Simulated ที่ได้จากเครื่อง SC-XRD สารตัวอย่างถูกบดละเอียดก่อนวางลงในภาชนะบรรจุตัวอย่าง (Sample holder) โดยพื้นผิวของภาชนะบรรจุตัวอย่างต้องเรียบและสะอาด และสารตัวอย่างควรกระจายอยู่ทั่วบริเวณพื้นผิวของภาชนะบรรจุตัวอย่างถูกบันทึก ในช่วง 2θ เท่ากับ 5-50° ที่อุณหภูมิห้อง

รูปที่3.3 เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ผ่านผงตัวอย่าง (Powder X-ray diffraction ;P-XRD)

3.3.3 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผลึกที่ได้ด้วย เทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารตัวอย่างด้วยเครื่อง Spectrum 100 FT-IR, BRUKER DRY-CABINET DHC-40 แสดงดัง**รูปที่ 3.4** ในช่วงระหว่าง80-4000 cm^{-1} เป็นองค์ประกอบทางเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันเพื่อบ่งบอกองค์ประกอบทางโครงสร้างของวัสดุรูพรุน MOFs โดยใช้โหมด ATR ภายใต้อุณหภูมิห้อง สารตัวอย่างถูกวางอยู่บนช่องใส่ตัวอย่างที่มีผลึกของ ATR อยู่โดยจะต้องทำความสะอาดช่องใส่ตัวอย่างและผลึกของ ATR ทุกครั้ง

รูปที่3.4 เครื่องฟูเรียร-ทรานสฟอรม-อินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FT-IR)

3.4 วิเคราะห์คุณสมบัติของผลึกที่ได้

3.4.1 วิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อนของผลึกด้วย เทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)

การวิเคราะห์ความเสถียรทางความร้อน Thermogravimetric Analysis (TGA) เป็นการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุรูพรุน MOFs ในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermal Stability) ซึ่งในที่นี้สารตัวอย่างถูกวิเคราะห์ โดยใช้เครื่องมือยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น TGA/DSC 3+ [8] แสดงดัง**รูปที่ 3.5** ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน ช่วงอุณหภูมิ 30-1000 °C ด้วยอัตราความร้อน เท่ากับ 10 °C/min สารตัวอย่างปริมาณ 5 มิลลิกรัม (mg) จะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ ภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

รูปที่ 3.5 เครื่องทดสอบความเสถียรทางความร้อนของสาร (Thermogravimetric Analysis; TGA) [8]

3..4.2 วิเคราะห์คุณสมบัติการเรืองแสง การวาวแสงและ quantum yield ของผลึก ด้วยเทคนิค Photoluminescence Spectrophotometer

วิเคราะห์สมบัติทางแสงของสารตัวอย่างด้วยเครื่อง Photoluminescence-JASCO FP-8550 Spectrofluorometer แสดงดัง**รูปที่ 3.6** เป็นเทคนิคที่ให้พลังงานกระตุ้น (Excitation) กับสารเพื่อให้สารเปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้นเป็นสถานะกระตุ้นและกลับสู่สถานะพื้น โดยวัดพลังงานที่สารปล่อยออกมา (Emission) ในรูปแบบของปริมาณแสง (Intensity) ปริมาณแสงที่วัดได้อยู่ในช่วงที่ไม่เกิน 10,000 a.u. เป็นองค์ประกอบทางเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ตรวจสอบการเรืองแสงและวาวแสงเพื่อบ่งบอกประสิทธิภาพการเรืองแสงของวัสดุรูพรุน MOFs

รูปที่ 3.6 เครื่องวัดการวาวแสง (Photoluminescence Spectrophotometer: PL)