



สมบัติการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทในปฏิกิริยาเอมิเตชัน  
Photocatalytic Properties of Cadmium Sulfide Quantum Dots (CdS QDs) in Amidation Reaction

โดย  
นายสิริวิษณุ ติตมา

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2563

โครงการ สมบัติการเร่งปฏิบัติการเชิงแสงของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทในปฏิกิริยาแอมิเดชั่น

โดย นายสิริวิชญ์ ติตมา

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

- |   |                  |
|---|------------------|
| 1. ศาสตราจารย์ ดร.สมฤทธิ วัชรสินธุ์             | ประธานกรรมการ    |
| 2. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุษยรัตน์ ธรรมพัฒน์กิจ | กรรมการ          |
| 3. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นำพล อินสิน            | อาจารย์ที่ปรึกษา |

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี



.....  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นำพล อินสิน)  
อาจารย์ที่ปรึกษา



.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร. วรวิทย์ โฮვნ)  
หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่ 27 เดือน พฤษภาคม พ.ศ. 2564

ชื่อโครงการ                    สมบัติการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทในปฏิกิริยา  
 แอมิเดชัน  
 ชื่อนิสิตในโครงการ        นายสิริวิชญ์ ทิตมา                    เลขประจำตัว 6033101923  
 ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา      ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นำพล อินสิน  
 ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2563

### บทคัดย่อ

เอไมด์ (amide) ถือเป็นกลุ่มฟังก์ชันที่สำคัญในทางเคมีอินทรีย์ เป็นองค์ประกอบหลักของโพลิเมอร์หลายชนิด กระบวนการสังเคราะห์เอไมด์ใช้ระยะเวลาค่อนข้างนานและให้ผลได้ร้อยละที่ต่ำ ไม่เกิดความคุ้มค่าในการผลิตทางอุตสาหกรรม หนึ่งในวิธีการลดปัญหาดังกล่าวในปัจจุบันของนักวิจัยคือการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (photocatalyst) เพื่อลดระยะเวลาในกระบวนการดังกล่าวให้สั้นลง โครงการวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะพัฒนาวิธีการสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) เพื่อนำไปเป็นตัวเร่งเชิงแสงแบบวิวิธพันธ์ในปฏิกิริยาแอมิเดชัน (amidation) ซึ่งอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทถูกสังเคราะห์ขึ้นทั้งหมด 2 วิธี พบว่าวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 2 ให้ผลดีกว่า เมื่อวิเคราะห์สมบัติเชิงแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนส์พบว่ามีความกว้างที่กิ่งความสูงต่ำกว่าการสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทด้วยวิธีที่ 1 และอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 2 มีเสถียรภาพของการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์สูงเมื่อเวลาผ่านไป 14 วัน เมื่อวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแบบวิเคราะห์ธาตุพบว่า มีธาตุ แคดเมียม, ซัลไฟด์, ออกซิเจน, ไนโตรเจนและคาร์บอน สามารถยืนยันได้ว่ามีทุกองค์ประกอบของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น จากนั้นอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทที่มีขนาดอนุภาคแตกต่างกันถูกสังเคราะห์ขึ้นทั้งหมด 5 ชนิดจากวิธีที่ 2 เพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาและถูกวัดขนาดของอนุภาคแบบมีสารละลายล้อมรอบด้วยเทคนิค DLS เมื่อนำอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอททุกชนิดไปทดสอบเพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชัน จากผลการทดลองพบว่า Blue CdS QDs มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันมากที่สุด โดยมีร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์อยู่ที่ 37 และร้อยละของผลผลิตอยู่ประมาณ 4 จากผลการทดลองดังกล่าวหากได้รับการทดลองเพิ่มเติมผู้วิจัยคาดว่าจะสามารถใช้อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทเพื่อเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันในสถานะต่าง ๆ ได้ดี อาจสามารถให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์และร้อยละของผลผลิตที่สูงขึ้นได้

คำสำคัญ:    ควอนตัมดอท, ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง, ปฏิกิริยาแอมิเดชัน



Project Title            Photocatalytic Properties of Cadmium Sulfide Quantum Dots (CdS QDs)  
                                  in Amidation Reaction

Student Name            Mr. Sirawit Tidma            Student ID 6033101923

Advisor Name            Assistant Professor Dr. Numpon Insin, Ph.D.

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2020

### Abstract

Amides are important compounds in organic chemistry. They are the main components of many polymers. However, typical amide synthesis process could need days and has low yield. It does not create cost-effectiveness in industrial production. Therefore, The solution to the problem is the use of photocatalyst to shorten the time in the process. This research project aims at developing a procedure for the synthesis of CdS quantum dots (CdS QDs) with high photocatalytic activity to be used as heterogeneous photocatalysis for amide synthesis. CdS QDs were synthesized in two procedures. The Procedure 2 was found to be more effective because Full-Width-at-Half-Maximum is narrower than CdS QDs that synthesized using the first procedure. CdS QDs from Procedure 2 were effectively stable within 14 days tested. When analyzing the elemental distribution with SEM-EDS technique, Cd, S, O, N, C elements were detected and confirmed the presence of CdS QDs. Five different samples of CdS QDs of different sizes were then synthesized using Procedure 2 to compare the catalytic efficiency, and the hydrodynamic size was measured by DLS technique. Subsequently, CdS QDs were applied to compare the effective efficiency in accelerating the amidation reaction. It was found that Blue CdS QDs were the most capable of catalyzing in amidation reaction with the approximately percentage of conversion of 37% and the percentage of yield of 4%. Based on the observed result, if further experiments were obtained, the researcher was expected to be able to use CdS QDs to better accelerate amidation reaction in different conditions, where higher percentage of conversion and percentage of yield may be achieved.

Keywords: quantum dots, photocatalyst, amidation reaction

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านตลอดจนคณะกรรมการผู้ทรงคุณวุฒิสำหรับความรู้และคำแนะนำที่ท่านมอบให้ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นำพล อินสิน ผู้เป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ ที่เสียสละเวลาอันมีค่าที่คอยให้คำปรึกษาและอบรมสั่งสอนผู้วิจัยจนเป็นนิสิตที่มีความรู้ความสามารถอย่างทุกวันนี้ อีกทั้งโครงการวิจัยนี้จะสำเร็จไม่ได้เลยหากไม่ได้รับเงินทุนสนับสนุนงานวิจัย จึงขอขอบพระคุณ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย มา ณ ที่นี้ด้วย

นอกจากนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณกำลังใจจากสมาชิก NI LAB (ทั้งอดีตและปัจจุบัน) รวมถึงเพื่อน ๆ ทุกคน สำหรับมิตรภาพ คำแนะนำ และการช่วยเหลือที่ให้แก่กันตลอดมา

และสุดท้ายนี้ผู้วิจัยต้องขอขอบคุณตัวเองสำหรับความพยายาม ความมุ่งมั่นที่มี เพราะสิ่งเหล่านี้คืออาวุธสำคัญที่นำมาซึ่งความสำเร็จที่คู่ควรแก่ความทุ่มเทที่ผู้วิจัยมอบให้โครงการวิจัยนี้อย่างสุดความสามารถ ตลอดปีการศึกษา 2563

## สารบัญ

|   | หน้า |
|---|------|
| บทคัดย่อภาษาไทย                               | ค    |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ                            | ง    |
| กิตติกรรมประกาศ                               | จ    |
| สารบัญ  | ฉ    |
| สารบัญตาราง                                   | ช    |
| สารบัญรูป                                     | ซ    |
| สัญลักษณ์และคำย่อ                             | ณ    |
| <b>บทที่ 1 บทนำ</b>                           | 1    |
| 1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ | 1    |
| 1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตงานวิจัย             | 2    |
| 1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง                     | 3    |
| <b>บทที่ 2 การทดลอง</b>                       | 9    |
| 2.1 รายการเครื่องมือ อุปกรณ์                  | 9    |
| 2.2 รายการสารเคมี                             | 9    |
| 2.3 วิธีการทดลอง                              | 10   |
| <b>บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง</b> | 13   |
| <b>บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง</b>                 | 26   |
| เอกสารอ้างอิง                                 | 27   |
| ภาคผนวก                                       | 30   |
| ประวัติผู้วิจัย                               | 36   |

## สารบัญตาราง

|   | หน้า |
|---|------|
| ตารางที่ 3.1 ตารางแสดงการเปรียบเทียบผลค่าความกว้างที่กึ่งความสูงของ CdS QDs 3 ชนิด  | 14   |
| ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงขนาดของ CdS QDs เฉลี่ยจากเทคนิค DLS   | 19   |
| ตารางที่ 3.3 แสดงผลของประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ CdS QDs 6 ชนิด<br>เปรียบเทียบกับ การเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยปราศจากการใช้ CdS QDs เป็นคะตะลิสต์ | 23   |

สารบัญรูป

|  | หน้า |
|--|------|
| รูปที่ 1.1 โครงสร้างทางเคมีของหมู่ฟังก์ชันเอไมด์   | 2    |
| รูปที่ 1.2 แสดงโครงสร้างของ CdS QDs  | 2    |
| รูปที่ 1.3 แผนภาพแสดงอนุภาคขนาดนาโนประเภทต่าง ๆ และลักษณะทางสัณฐานวิทยา  | 4    |
| รูปที่ 1.4 ภาพแสดงความแตกต่างระหว่างแถบช่องว่างพลังงานของสารขนาดใหญ่และอนุภาคควอนตัมดอท                              | 5    |
| รูปที่ 1.5 ภาพแสดงกระบวนการเกิดการเปล่งแสงของควอนตัมดอท  | 5    |
| รูปที่ 1.6 ภาพแสดงการเปรียบเทียบระหว่างแถบช่องว่างพลังงานของควอนตัมดอทแต่ละขนาด                                      | 6    |
| รูปที่ 1.7 ภาพแสดงการเกิดปฏิกิริยา Oxidative acylation โดยใช้ thiolate   | 7    |
| รูปที่ 1.8 ภาพแสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ CdS QDs เป็นโฟโตคะตะลิสต์                                      | 8    |
| รูปที่ 2.1 การสังเคราะห์ CdS QDs วิธีที่ 1   | 10   |
| รูปที่ 2.2 การสังเคราะห์ CdS QDs วิธีที่ 2   | 11   |
| รูปที่ 2.3 แสดงการศึกษาการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันของ CdS QDs  | 12   |
| รูปที่ 3.1 แสดงการเปรียบเทียบของการดูดกลืนแสงและการคายแสงของการสังเคราะห์ CdS QDs วิธีที่ 1 และ วิธีที่ 2            | 14   |
| รูปที่ 3.2 แสดงการเปรียบเทียบค่าความเป็นกรด-ด่างต่อการความเข้มของการคายแสง CdS QDs ที่ pH 5, 7, 9, 10, 11, 12 และ 14 | 15   |
| รูปที่ 3.3. แผนภาพแสดงรูปแบบของสีต่าง ๆ จากการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของควอนตัมดอทแต่ละประเภท                       | 16   |
| รูปที่ 3.4 แสดงการเปรียบเทียบเสถียรภาพการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของ CdS QDs เมื่อเวลาผ่านไป 0, 7 และ 14 วัน         | 16   |
| รูปที่ 3.5 แสดงการสแกนตำแหน่งการกระจายตัวของอะตอมต่าง ๆ ของ Blue CdS QDs   | 17   |
| รูปที่ 3.6 สเปกตรัมแสดงปริมาณธาตุต่าง ๆ ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM-EDS)                                       | 18   |
| รูปที่ 3.7 แผนภูมิแท่งแสดงการกระจายตัวของขนาด CdS QDs ผ่านเทคนิค DLS   | 19   |
| รูปที่ 3.8 แสดงการเปล่งแสงของ Blue, Green, Yellow, Orange และ Red CdS QDs  | 19   |
| รูปที่ 3.9 แสดง <sup>1</sup> H-NMR สเปกตรัมของปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยปราศจากการใช้คะตะลิสต์                            | 20   |
| รูปที่ 3.10 แสดง <sup>1</sup> H-NMR สเปกตรัมของ p-anisidine บริสุทธิ์  | 21   |
| รูปที่ 3.11 แสดง <sup>1</sup> H-NMR สเปกตรัมของ N-(4-methoxyphenyl)acetamide   | 22   |
| รูปที่ 3.12 แสดง <sup>1</sup> H-NMR สเปกตรัมของ Benzoic acid   | 22   |
| รูปที่ 3.13 แสดง <sup>1</sup> H-NMR สเปกตรัมของปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ Blue CdS QDs เป็นคะตะลิสต์                   | 23   |

**สัญลักษณ์และคำย่อ**

|         |                                      |
|---------|--------------------------------------|
| CdS QDs | Cadmium Sulfide Quantum dots         |
| STM     | Scanning Tunneling Microscope        |
| SEM     | Scanning Electron Microscope         |
| TEM     | Transmission Electron Microscope     |
| AMF     | Atomic Force Microscope              |
| PL      | Photoluminescence                    |
| NMR     | Nuclear Magnetic Resonance           |
| GSH     | Glutathione                          |
| ACE     | Acetone                              |
| EtOH    | Ethanol                              |
| EDS     | Energy Dispersive X-ray Spectrometer |
| DLS     | Dynamic light scattering             |
| FWHM    | Full-Width-at-Half-Maximum           |

## บทที่ 1

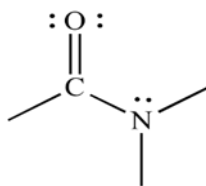
### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ

กระบวนการสังเคราะห์ปฏิกิริยาเคมีอินทรีย์ต่าง ๆ มีรายละเอียดและมีความซับซ้อนมากสำหรับนักวิจัยและนักพัฒนาโมเลกุลทางเคมี บางปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้นภายใต้สภาวะความดันสูง, อุณหภูมิสูง, หรือใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาหลายวันเพื่อสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ และบางครั้งผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีร้อยละของผลผลิตที่เกิดจากกระบวนการสังเคราะห์ค่อนข้างต่ำ หนึ่งในวิธีการลดปัญหาดังกล่าวในปัจจุบันของนักวิจัยคือการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางเคมี (catalyst) เพื่อลดระยะเวลาในกระบวนการสังเคราะห์ของปฏิกิริยาเคมีอินทรีย์ให้สั้นลงและสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่มีร้อยละของผลผลิตที่เกิดจากกระบวนการสังเคราะห์มากขึ้น<sup>1-2</sup>

กระบวนการการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (photocatalysis process) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีเชิงแสงหรือโฟโตคะตะลิสต์ (photocatalyst) เป็นหนึ่งในรูปแบบของตัวเร่งปฏิกิริยาทางเคมีที่มีคุณสมบัติสามารถเปลี่ยนพลังงานแสงเป็นพลังงานเคมี<sup>3</sup> คำว่าโฟโตคะตะลิสต์เป็นคำที่ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ “โฟโต (photo)” หมายถึง การใช้แสงเข้าร่วมในการเกิดกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง และ “คะตะลิสต์ (catalyst) หรือตัวเร่งปฏิกิริยา” หมายถึง วัสดุหรือสารประกอบซึ่งสามารถเพิ่มอัตราเร็วของปฏิกิริยาทำให้ปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลได้เร็วขึ้นโดยที่ตัวเองไม่เปลี่ยนแปลงหลังจากปฏิกิริยาดำเนินไปอย่างสมบูรณ์ ส่วนใหญ่นิยมใช้โฟโตคะตะลิสต์ในการเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (heterogeneous photocatalysis) เช่น อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)<sup>4</sup> ข้อดีของกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์คือ สามารถคัดแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากสารตั้งต้นและปฏิกิริยาได้ง่าย อีกทั้งยังสามารถนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ได้ โฟโตคะตะลิสต์ถือเป็นหนึ่งในทางเลือกใหม่สำหรับการเร่งปฏิกิริยาเคมีอินทรีย์<sup>5</sup>

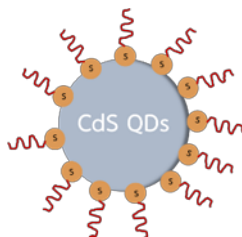
เอไมด์ (amide) ถือเป็นกลุ่มฟังก์ชันที่สำคัญในเคมีอินทรีย์ (รูปที่ 1.1) เนื่องจากเป็นกลุ่มฟังก์ชันที่พบได้ในผลิตภัณฑ์จากธรรมชาติ รวมทั้งเป็นองค์ประกอบหลักของโพลีเมอร์หลาย ๆ ชนิด เช่น โพลียูรีเทน, ไนลอน6 และไนลอน6,6 เป็นต้น เอไมด์สามารถนำไปประยุกต์ได้อย่างกว้างขวาง ทั้งการบำบัดโรคโดยอาศัยเปปไทด์โมเลกุลจากสารสกัดจากธรรมชาติ และการสังเคราะห์วัสดุพอลิเมอร์ชนิดใหม่ขึ้นมาตอบโจทย์อุตสาหกรรมต่าง ๆ ของมนุษย์<sup>6-7</sup> วิธีการโดยทั่วไปในการสังเคราะห์เอไมด์ สามารถทำได้โดยการกระตุ้นฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกโดยการเปลี่ยนกรดคาร์บอกซิลิก (carboxylic acid) เป็นแอสิดคลอไรด์ (acid chloride)<sup>8-9</sup> ต่อจากนั้นอนุพันธ์ของกรดคาร์บอกซิลิกที่เกิดจากปฏิกิริยานี้จะถูกจับคู่กับกลุ่มอนุพันธ์เอมีน (amine) ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้เอไมด์ที่ต้องการ หรืออีกวิธีหนึ่งคือการใช้รีเอเจนต์กระตุ้น สามารถเปลี่ยนกรดคาร์บอกซิลิกเป็นสารตัวกลางที่ทำปฏิกิริยาได้ เช่น แอสิดคลอไรด์, แอนไฮไดรด์ (anhydride), เอสเทอร์ (activated ester) ซึ่งทำปฏิกิริยาโดยตรงกับสารตั้งต้นเอมีนโดยไม่ต้องแยกและทำให้บริสุทธิ์<sup>10</sup> แต่กระบวนการดังกล่าวใช้ระยะเวลาค่อนข้างนานและให้ผลได้ร้อยละที่ต่ำ<sup>11</sup> ไม่เกิดความคุ้มค่าในการผลิตทางอุตสาหกรรม นักวิจัยจึงมองเห็นถึงความสำคัญของการสังเคราะห์เอไมด์ในรูปแบบต่าง ๆ เกิดการพัฒนาโปรโตคอล (protocol) และรีเอเจนต์ใหม่ตามแนวทางเหล่านี้มาอย่างต่อเนื่องและเพิ่มวิธีการทางเลือกสำหรับการสร้างพันธะเอไมด์ให้มากขึ้น<sup>12</sup>



รูปที่ 1.1 โครงสร้างทางเคมีของหมู่ฟังก์ชันเอไมด์

การสังเคราะห์เอไมด์โดยอาศัยการควบแน่นโดยตรง (direct formation) ระหว่างกรดคาร์บอกซิลิกและเอมีนเป็นสิ่งที่น่าสนใจเป็นอย่างมากเนื่องจากมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมที่ต่ำมีต้นทุนในการผลิตต่ำและมีรายงานว่าสามารถใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เป็นโลหะในการสังเคราะห์เอไมด์โดยอาศัยการควบแน่นโดยตรงได้ ซึ่งเป็นอีกทางเลือกหนึ่งของการสังเคราะห์เอไมด์<sup>13-14</sup> โดยกระบวนการดังกล่าวถูกเรียกว่า “ปฏิกิริยาเอมิเดชัน (amidation reaction)”

โครงการวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะพัฒนาวิธีการการสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) แสดงดังรูปที่ 1.2 เพื่อนำไปเป็นตัวเร่งเชิงแสงในปฏิกิริยาเอมิเดชัน ยิ่งไปกว่านั้นผู้วิจัยยังต้องเพิ่มประสิทธิภาพของแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทและพิจารณาความเป็นไปได้ในการเร่งปฏิกิริยาเอมิเดชันให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีร้อยละของผลผลิตที่เกิดจากกระบวนการสังเคราะห์มากขึ้น



รูปที่ 1.2 แสดงโครงสร้างของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)

## 1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตงานวิจัย

### 1.2.1 วัตถุประสงค์

1.2.1.1 เพื่อสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทที่กระจายตัวได้ดีในน้ำ

1.2.1.2 เพื่อศึกษากระบวนการการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของปฏิกิริยาเอมิเดชันโดยใช้อนุภาค

แคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท

### 1.2.2 ขอบเขตงานวิจัย

โครงการนี้มุ่งเน้นการพัฒนาสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทเพื่อศึกษากระบวนการการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ในที่นี้ปฏิกิริยาที่ศึกษาคือปฏิกิริยาเอมิเดชันจากวิธีของ S. Das *et al.*, 2017



### 1.3 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

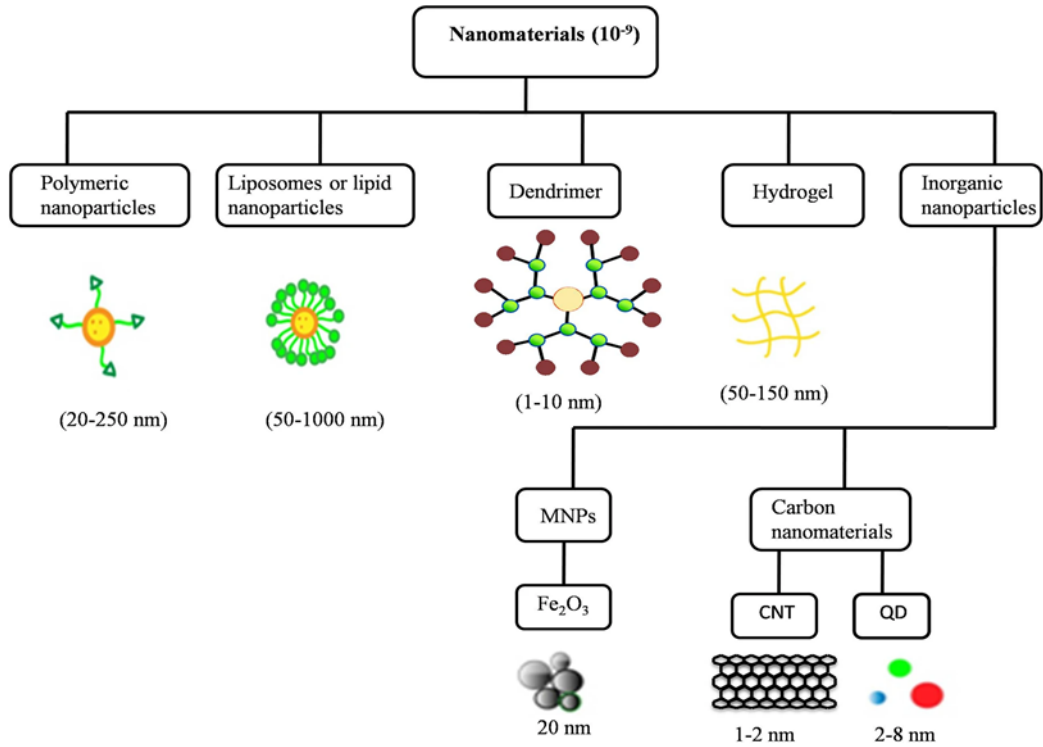
#### 1.3.1 อนุภาคขนาดนาโน (nanoparticle)

นาโน (nano) เป็นคำที่มีรากศัพท์มาจากคำในภาษากรีกว่า Nanos ซึ่งแปลว่าแคระหรือเล็ก เป็นหน่วยวัดทางคณิตศาสตร์เท่ากับ “เศษหนึ่งส่วนพันล้านส่วน” เมื่อนำไปวางไว้หน้าหน่วยวัดใด ๆ หมายถึง “เศษหนึ่งส่วนพันล้านส่วนของหน่วยวัดนั้น ๆ ” เช่น นาโนเมตร (nanometer, nm) หมายถึง “เศษหนึ่งส่วนพันล้านเมตร” มีค่าเท่ากับ 0.000000001 เมตร หรือ  $10^{-9}$  เมตร ซึ่งเป็นขนาดที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่าหรือแม้แต่การใช้กล้องจุลทรรศน์ธรรมดา แต่ต้องใช้กล้องจุลทรรศน์ที่มี resolution มาก เช่น กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดในอุโมงค์ (Scanning Tunneling Microscope, STM) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope, AMF) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)<sup>15-16</sup> รวมถึงการใช้เครื่องมือพิเศษในการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างหรือเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอน<sup>17</sup> เป็นต้น นาโนเทคโนโลยีถูกนำมาใช้ประโยชน์ในผลิตภัณฑ์เพื่อการอุปโภคและบริโภคหลายชนิด เช่น เสื้อผ้า สิ่งทอ กระจกทำโดยการเคลือบหรือฝังอนุภาคนาโนเพื่อการฆ่าเชื้อแบคทีเรียในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์หรือวัสดุในยานอวกาศ คอมพิวเตอร์ รถยนต์เพื่อทำให้แข็งแรงทนทาน ยืดหยุ่น มีประสิทธิภาพสูงแต่มีขนาดเล็กและน้ำหนักเบา<sup>18-19</sup> เป็นต้น

เมื่อปี พ.ศ.2502 (ค.ศ. 1959) ดร. ริชาร์ด ไฟน์แมน (Richard Feynman) เป็นคนแรกที่ได้กล่าวไว้ในการประชุม “There’s plenty of room at the bottom” เกี่ยวกับความเป็นไปได้ของนาโนเทคโนโลยี ต่อมาเมื่อปี พ.ศ. 2517 (ค.ศ. 1974) คำว่า “นาโนเทคโนโลยี” ได้ถูกบัญญัติขึ้นเป็นครั้งแรกโดยศาสตราจารย์โนริโอะ ทานิกูชิ (Norio Taniguchi) ชาวญี่ปุ่น โดยมีคำจำกัดความดังนี้ “อนุภาคนาโน (nanoparticle)” หมายถึงวัตถุนาโนที่มีมิติภายนอกทั้งสามมิติอยู่ในระดับนาโนสเกล หมายเหตุ หากอัตราส่วนด้านยาวต่อด้านสั้นของวัตถุนั้นมากกว่า 3 ให้เรียกว่า “เส้นใยนาโน” หรือ “แผ่นนาโน” แทนอนุภาคนาโน<sup>20</sup> โดยคุณสมบัติของอนุภาคนาโนจะต้องประกอบด้วย

1. เป็นวัตถุที่อย่างน้อยมีมิติใดมิติหนึ่งมีขนาดในช่วงประมาณ 1-100 นาโนเมตร ตามมาตรฐาน ISO TC 229
2. มีโครงสร้างของสารในรูปแบบใหม่ที่ให้สมบัติพิเศษ (ที่อาจจะไม่เคยมีมาก่อน) ซึ่งสามารถควบคุมได้
3. มีข้อมูลหรือข้อพิสูจน์ทางวิทยาศาสตร์ที่อธิบายรายละเอียดการทำหน้าที่ (function) ของวัสดุนาโนนั้นได้<sup>21</sup>

อนุภาคนาโนสามารถสังเคราะห์ได้จากวัสดุอินทรีย์หรืออนินทรีย์ เช่น ไขมันโปรตีน, โพลีเมอร์จากธรรมชาติและโลหะ อนุภาคนาโนสามารถแบ่งออกเป็นหลายกลุ่ม เช่น อนุภาคนาโนพอลิเมอร์ (polymeric nanoparticles), ลิโปโซม (liposomes), เดนไดเมอร์ (dendrimers), ไมเซลล์ (micelles) และอนุภาคนาโนทางอนินทรีย์ เช่น ควอนตัมดอท

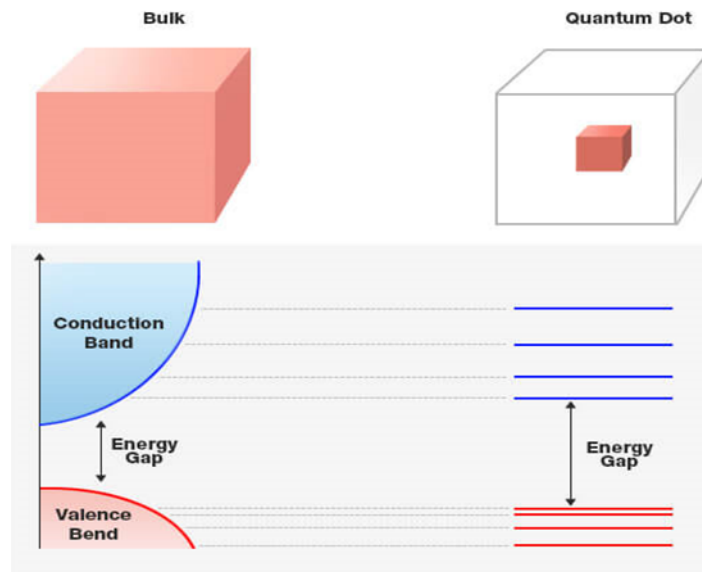


รูปที่ 1.3 แผนภาพแสดงอนุภาคนาโนประเภทต่าง ๆ และลักษณะทางสัณฐานวิทยา<sup>22</sup>

### 1.3.2 ควอนตัมดอท (Quantum Dots, QDs)

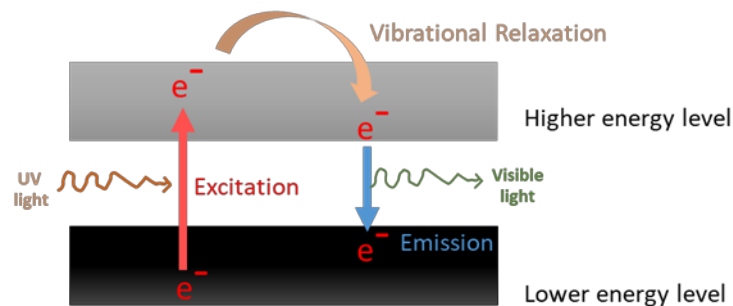
ควอนตัมดอท คือ อนุภาคนาโนหรือขนาด  $10^{-9}$  เมตร ที่มีใช้ทั้งโมเลกุลขนาดเล็กหรืออนุภาคของแข็งเป็นโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นผลึกนาโน (nanocrystal) ของสารประกอบที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ (semiconductor) เช่น แคดเมียมซีลีไนด์ (CdSe) และ แคดเมียมซัลไฟด์ (CdS) และเป็นโครงสร้างนาโนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วงระหว่าง 2 - 10 นาโนเมตร (หรือประกอบไปด้วยอะตอมจำนวนประมาณ 10-50 อะตอม) เมื่อมองโครงสร้างของควอนตัมดอทนี้ผ่านเครื่องมือที่สามารถสำรวจโครงสร้างระดับนาโนได้ จะมองเห็นว่าโครงสร้างนี้มีลักษณะเป็นจุด (dot) จึงเป็นที่มาของอนุภาคนาโนที่เรียกว่า ควอนตัมดอท

ควอนตัมดอทเป็นโครงสร้างนาโนสังเคราะห์ที่มีคุณสมบัติที่พิเศษ อันเกิดจากการที่อิเล็กตรอนที่อยู่ภายในโครงสร้างนาโนของควอนตัมดอท ถูกจำกัดบริเวณการเคลื่อนที่ทั้งสามมิติไว้ (Quantum Confinement) ทำให้อิเล็กตรอนเหล่านั้นสามารถที่จะเคลื่อนที่ได้ในปริมาตรที่จำกัด ซึ่งไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระเหมือนกับที่เกิดขึ้นในโครงสร้างขนาดใหญ่ การถูกกักขังนี้จึงส่งผลให้เกิดระดับการส่งผ่านพลังงานที่ไม่ต่อเนื่องหรือเกิดเป็นพลังงานแบบควอนตัม ส่งผลให้ค่าระดับพลังงานของอิเล็กตรอนภายในควอนตัมดอทสามารถควบคุมให้แปรเปลี่ยนไปตามขนาดของควอนตัมดอทได้ ซึ่งจะพบว่าควอนตัมดอทที่มีขนาดโครงสร้างเล็กจะมีช่วงของช่องว่างระหว่างแถบช่องว่างพลังงาน (band gap energy) ของระดับพลังงานที่กว้างมากกว่าควอนตัมดอทที่มีขนาดโครงสร้างใหญ่ (bulk)



รูปที่ 1.4 ภาพแสดงความแตกต่างระหว่างแถบช่องว่างพลังงานของสารขนาดใหญ่ (bulk) และอนุภาคควอนตัมดอท<sup>23</sup>

กระบวนการเปล่งแสงในควอนตัมดอทเรียกว่าโฟโตลูมิเนสเซนซ์ (Photoluminescence, PL) สามารถเกิดขึ้นได้ผ่านการกระตุ้นด้วยโฟตอน (photon) หรือแสง โดยอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นจะขึ้นไปยังแถบพลังงานที่สูงขึ้น ตามด้วยกระบวนการ vibrational relaxation ในขั้นตอนสุดท้ายอิเล็กตรอนจะตกกลับลงมาสู่แถบพลังงานชั้นล่างพร้อมกับคายพลังงานที่เท่ากับส่วนต่างของแถบพลังงานทั้งสองหรือเท่ากับแถบช่องว่างพลังงาน สามารถอธิบายได้ดังรูปที่ 1.5 แถบช่องว่างพลังงานเป็นความแตกต่างของระดับพลังงานระหว่างแถบวาเลนซ์ (valence band) และแถบการนำไฟฟ้า (conduction band) จะสามารถกำหนดความยาวคลื่นของแสงที่ปล่อยออกมาได้

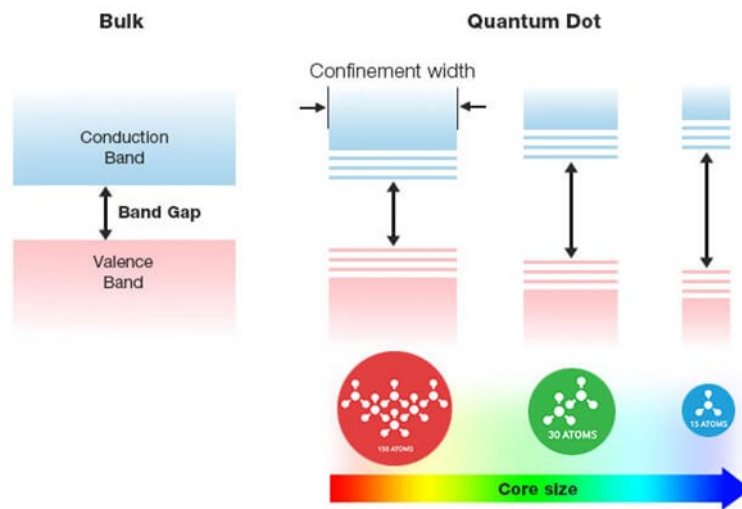


รูปที่ 1.5 ภาพแสดงกระบวนการเกิดการเปล่งแสงของควอนตัมดอท

ควอนตัมดอทแสดงสมบัติที่เห็นได้อย่างชัดเจนในทางไฟฟ้าและทางแสง สมบัติหนึ่งในทางแสงที่เป็นรู้จักและเห็นได้ด้วยตาเปล่า ก็คือการเปล่งแสงของควอนตัมดอทที่มีการเปลี่ยนแปลงตามระดับขนาดของควอนตัมดอท โดยที่ควอนตัมดอทที่มีขนาดต่าง ๆ กันจะให้สีที่ต่างกันออกไป ควอนตัมดอทที่มีขนาดใหญ่จะมีการเปล่งแสงที่แสดงออกมาอยู่ในขอบเขตของสีแดง และควอนตัมที่มีขนาดเล็กลงลดหลั่นกันลงมาจะมีการเปล่งแสงอยู่ในขอบเขตของสีน้ำเงิน ซึ่งการเปล่งแสงควอนตัมดอทที่แสดงออกมานั้นมีความสัมพันธ์กับระดับพลังงานแถบช่องว่างพลังงานของควอนตัมโดยตรง การที่ควอนตัมดอทที่มีขนาดใหญ่แสดงการเปล่งแสงอยู่

ในช่วงของสีแดง เนื่องจากว่าอิเล็กตรอนภายในควอนตัมดอทนั้นมีระดับพลังงานที่มากขึ้น (แถบช่องว่างพลังงานต่ำ) ทำให้ควอนตัมดอทนี้ดูดกลืนโฟตอนที่มีพลังงานน้อย จึงมีการเปล่งแสงที่อยู่ในช่วงของสเปกตรัมสีแดง ในขณะที่เดียวกันการที่ควอนตัมดอทที่มีขนาดเล็กจะแสดงการเปล่งแสงอยู่ในช่วงของสีน้ำเงิน เนื่องจากว่าอิเล็กตรอนภายในควอนตัมดอทนั้นมีระดับพลังงานที่ต่ำลง (แถบช่องว่างพลังงานมาก) ทำให้ควอนตัมดอทนี้ดูดกลืนโฟตอนที่มีพลังงานมาก จึงมีการเปล่งแสงที่อยู่ในช่วงของสเปกตรัมสีน้ำเงิน

การปรับเปลี่ยนระดับพลังงานของควอนตัมดอท การเพิ่มขึ้นหรือการหายไปของอะตอมในควอนตัมดอทจะส่งผลกระทบต่อระยะห่างระหว่างระดับพลังงานและในที่สุดจะส่งผลกระทบต่อสมบัติของวัสดุ เช่น ถ้าแถบช่องว่างพลังงาน (band gap) มีขนาดกว้างขึ้นจะดูดกลืนแสงในช่วงระดับพลังงานมากขึ้นหรือในช่วงความยาวคลื่นสั้นลง (blue shift) ในทางตรงกันข้ามจะเกิดการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นที่ยาวขึ้น (red shift) สามารถอธิบายได้ดังรูปที่ 1.6



รูปที่ 1.6 ภาพแสดงการเปรียบเทียบระหว่างแถบช่องว่างพลังงานของควอนตัมดอทแต่ละขนาด<sup>23</sup>

### 1.3.3 กระบวนการการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง

กระบวนการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงสำหรับโฟโตคะตะลิสต์เกิดขึ้นได้ถ้าพลังงานของคลื่นแสงมีพลังงานมากกว่าหรือเท่ากับแถบช่องว่างพลังงานของตัวเร่ง ในที่นี้คืออนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) ซึ่งมีค่าของแถบช่องว่างพลังงานอยู่ที่ประมาณ 2.42 eV<sup>24</sup> การเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวจะเกิดขึ้นได้เมื่อได้รับพลังงานแสงในรูปพลังงานโฟตอนมากพอที่จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ ซึ่งพลังงานนี้เรียกว่า “พลังงานกระตุ้น” เมื่อตัวเร่งถูกกระตุ้นด้วยแสง อิเล็กตรอนจากแถบวาเลนซ์ให้เคลื่อนที่ไปยังแถบการนำไฟฟ้า เกิดคู่อิเล็กตรอนและโฮลซึ่งจะวิ่งกระจายอยู่ที่ผิวของตัวเร่งทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้

พลังงานกระตุ้นสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 1

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

(สมการที่ 1)

โดยที่ E = พลังงานโฟตอน (J)

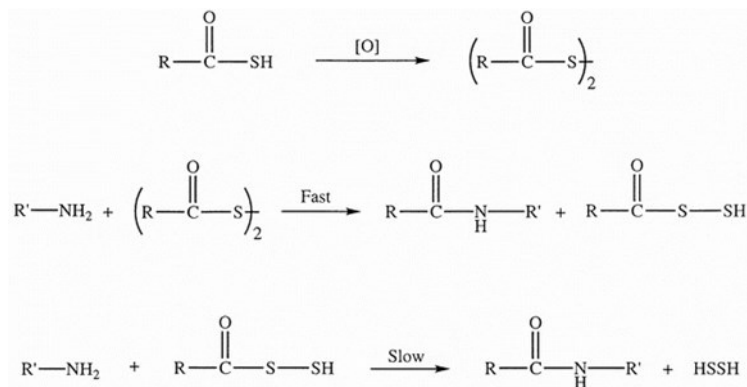
$\lambda$  = ความยาวคลื่น (m)

c = อัตราเร็วคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ( $3 \times 10^8$  m/s)

h = ค่าคงที่ของพลังค์ ( $6.63 \times 10^{-34}$  J.s)

$\nu$  = ความถี่ (รอบ/วินาที, Hz หรือ  $s^{-1}$ )

การเกิดปฏิกิริยาที่แถบเวเลนซ์ เมื่อตัวเร่งผ่านการถูกกระตุ้นด้วยแสงจะเกิดโฮล ( $h^+$ ) จากนั้น thiolate (หรือ thioacid) ซึ่งเป็นหนึ่งในสารตั้งต้นของการเกิดปฏิกิริยาเอมิเดชันและมีสมบัติเป็นตัวให้อิเล็กตรอน (electron donor) จะเคลื่อนที่มายังโฮลเพื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) เพื่อเปลี่ยน thiolate เป็นสารประกอบ disulfide (รูปที่ 1.8) และเปลี่ยนไปเป็นสารประกอบเอไมด์ในขั้นตอนต่อ ๆ ไป แสดงแผนภาพการเกิดปฏิกิริยาดังรูป 1.7



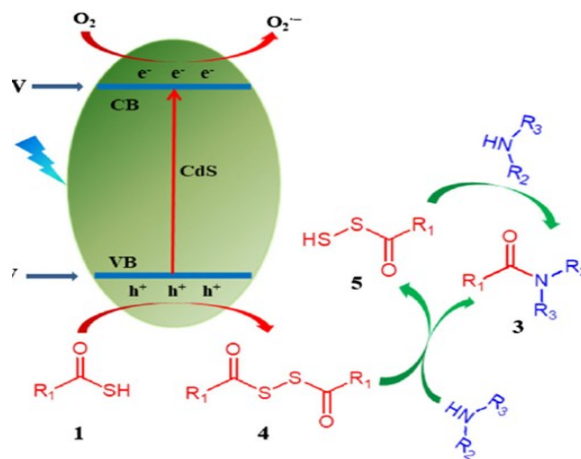
รูปที่ 1.7 ภาพแสดงการเกิดปฏิกิริยา Oxidative acylation โดยใช้ thiolate<sup>25</sup>

การเกิดปฏิกิริยาแถบการนำไฟฟ้า เมื่อตัวเร่งผ่านการถูกกระตุ้นด้วยแสงจะมีอิเล็กตรอนเคลื่อนที่อยู่ที่แถบการนำไฟฟ้าและอิเล็กตรอนดังกล่าวจะเคลื่อนที่ไปยังตัวรับอิเล็กตรอน (electron acceptor) ในปฏิกิริยาเอมิเดชัน ซึ่งก็คือออกซิเจน ( $\text{O}_2$ ) ถูกรีดิวซ์ผ่านปฏิกิริยารีดักชัน (reduction) กลายเป็นไอออนซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัล ( $\text{O}_2^-$ )

### 1.3.4 ปฏิกริยาแอมิเดชัน

การสังเคราะห์สารประกอบเอไมด์เป็นส่วนสำคัญของอุตสาหกรรมสมัยใหม่เนื่องจากสารประกอบเอไมด์เป็นส่วนประกอบสำคัญของโพลีเมอร์หลากหลายชนิด การสังเคราะห์ปฏิกริยาแอมิเดชัน สารตั้งต้นส่วนใหญ่เป็นสารจำพวก เอมีน, แอซิดเฮไลด์และกรดคาร์บอกซิลิก โดยปฏิกริยาระหว่างเอมีนและกรดคาร์บอกซิลิกมักจะทำให้ร้อยละของผลผลิตที่ต่ำ ส่วนปฏิกริยาระหว่างเอมีนและแอซิดเฮไลด์สามารถให้ร้อยละของผลผลิตที่สูง แต่การเกิดปฏิกริยาต้องมีการควบคุมสภาวะในการเกิดปฏิกริยาให้เหมาะสมเนื่องจากแอซิดเฮไลด์เป็นสารที่ไม่เสถียรเมื่อสัมผัสกับความชื้นจะเปลี่ยนรูปไปเป็นกรดคาร์บอกซิลิก ซึ่งทำให้ประสิทธิภาพของปฏิกริยาในการสังเคราะห์สารประกอบเอไมด์ต่ำและวิธีการดังกล่าวก็ไม่เหมาะสมในกระบวนการผลิตระดับอุตสาหกรรม

ในปีค.ศ. 2017, S. Das และคณะได้ศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ CdS QDs เป็นโฟโตคะตะลิสต์สำหรับเร่งปฏิกริยาแอมิเดชันและแสดงกลไกในการเกิดปฏิกริยาดังรูปที่ 1.8<sup>26</sup> โดยปฏิกริยาสามารถเกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิห้องและให้ร้อยละของผลผลิตที่สูงโดยปราศจากการใส่ตัวเร่งอื่น ๆ เพิ่มเติม ซึ่ง CdS QDs ทำหน้าที่เป็นตัวออกซิไดซ์ที่สำคัญในการเกิดพันธะ disulfide เนื่องจากศักย์ของพลังงานจากแถบเวเลนซ์ (valance band potential) มีค่าใกล้เคียงกับศักย์รีดักชัน (reduction potential) ของ thiolate จึงสามารถรีดิวซ์ thiolate เป็นสารประกอบ disulfide ได้ จากนั้นเมื่อสารประกอบเอมีนเข้าทำปฏิกริยากับพันธะ disulfide จะเกิดสารประกอบเอไมด์ขึ้น กระบวนการเกิดปฏิกริยาสมบูรณ์ใช้เวลา 3 ชั่วโมง ภายใต้อุณหภูมิห้องและสามารถให้ร้อยละของผลผลิตสูงถึง 75%



รูปที่ 1.8 ภาพแสดงกลไกการเกิดปฏิกริยาแอมิเดชันโดยใช้แคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอทเป็นโฟโตคะตะลิสต์<sup>26</sup>

จากงานวิจัยดังกล่าว ผู้วิจัยจึงต้องการศึกษาเพิ่มเติมถึงอิทธิพลความสามารถของควอนตัมดอทในหลายรูปแบบ (พลังงานต่างกัน) ต่อประสิทธิภาพในกระบวนการเร่งปฏิกริยาแอมิเดชันที่แตกต่างกัน ผู้วิจัยจึงได้พัฒนาควอนตัมดอทรูปแบบต่าง ๆ รวมทั้งวิธีการสังเคราะห์ขึ้นเพื่อให้ได้ควอนตัมดอทซึ่งทำหน้าที่เป็นคะตะลิสต์ที่คุณภาพดี สามารถนำไปศึกษากระบวนการการเร่งปฏิกริยาแอมิเดชันได้อย่างแม่นยำและสร้างความแตกต่างได้

## บทที่ 2 การทดลอง

### 2.1 รายการเครื่องมือ อุปกรณ์

- เต้าหลุมให้ความร้อน (Heating mantle)
- หลอดแก้วสุญญากาศ (Schlenk line)
- คอนเดนเซอร์ (Condenser)
- เครื่องชั่งดิจิทัล (Digital scale)
- เครื่องกวนสาร (Magnetic stirrer)
- แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
- ปีกเกอร์ (Beakers)
- กระบอกฉีดยาและเข็ม (Disposable Syringe and needle)
- ช้อนตักสารสแตนเลส (Spatula)
- กระดาษทดสอบกรด-ด่าง (pH paper)
- ขวดก้นกลมสามคอ (3-neck flasks)
- เครื่องเซนตริฟิวจ์และหลอดเซนตริฟิวจ์ (Centrifuge machine and tubes, Hettich ROTOFIX 32A)
- ระบบแก๊สไนโตรเจน (Nitrogen gas system)
- เครื่อง UV-Vis spectrophotometer (Agilent HP8453)
- เครื่อง Fluorescence spectrophotometer (Agilent Technologies)
- เครื่อง Nuclear Magnetic Resonance (Bruker ultrashield plus 400 MHz)
- เครื่อง Dynamic light scattering (Zetasizer Nano, ZSP)
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (scanning electron microscope, JEOL JSM-7610F)
- ไฟ 30W LED day light (LED RACER floodlight eco square)

### 2.2 รายการสารเคมี

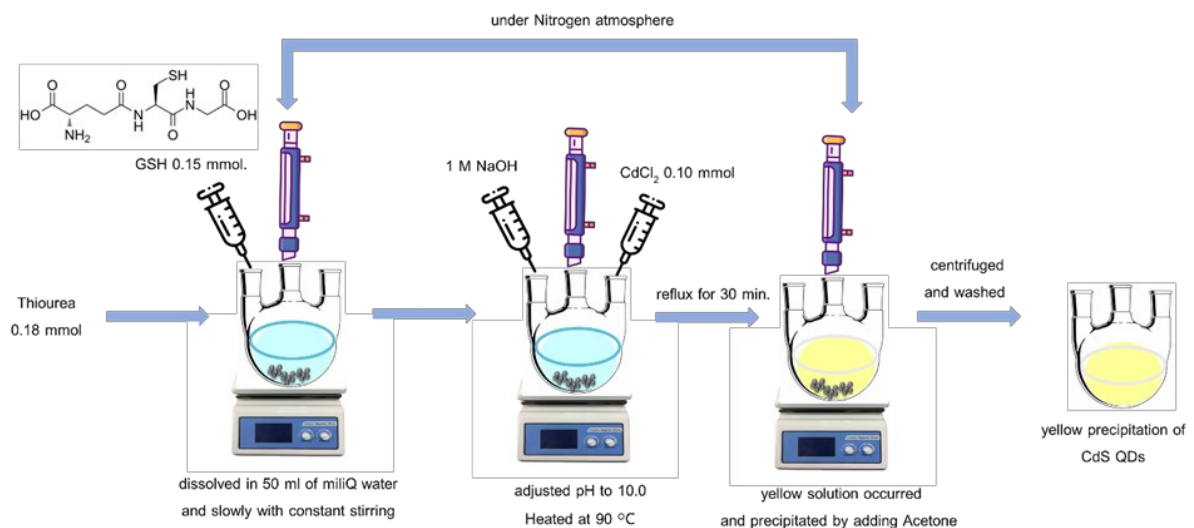
- แคดเมียมคลอไรด์ ( $\text{CdCl}_2$ )
- ไทโอยูเรีย (Thiourea)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
- กลูตาไธโอน (Glutathione, GSH)
- น้ำ Milli-Q
- อะซิโตน (Acetone, ACE)
- เอทานอล (Ethanol, EtOH)
- ไดคลอโรมีเทน ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ )

## 2.3 วิธีการทดลอง

### 2.3.1 การสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)

#### 2.3.1.1 การสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) วิธีที่ 1

ปรับจากวิธีของ J. Kaur *et al.*, 2020 Thiourea (0.18 mmol) และ GSH (0.15 mmol) ถูกละลายด้วยน้ำ Milli-Q ปริมาตร 50 mL ในขวดก้นกลมสามคอ ปรับให้สารละลายเป็นด่างโดยการเติม 1 M NaOH อย่างช้า ๆ กระทั่งได้สารละลายใสไม่มีสีและมีค่าความเป็นด่างอยู่ที่ pH 10.0 สารละลายถูกกวนอย่างต่อเนื่องภายใต้สภาวะสุญญากาศ 10 นาที ตามด้วยการปรับสภาวะภายใต้แก๊สไนโตรเจนโดยใช้ Schlenk line อีก 10 นาที ขั้นตอนต่อมาคือการให้ความร้อนจนอุณหภูมิของสารละลายเป็น 90 °C จากนั้นเติมสารละลาย CdCl<sub>2</sub> (0.10 mmol) อย่างช้า ๆ โดยสารละลายดังกล่าวถูกกวนอย่างต่อเนื่องภายใต้อุณหภูมิ 90 °C และให้ระบบการสังเคราะห์ทั้งหมดอยู่ภายใต้ Schlenk line เป็นเวลา 1 นาที สารละลายที่ได้จะมีลักษณะเป็นสารละลายใสสีเหลืองอ่อนของ CdS QDs จากนั้นปล่อยให้สารละลายเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงตกตะกอนสารละลาย CdS QDs ด้วยการเติม Acetone และนำไปปั่นแยกตะกอนด้วยเครื่อง Centrifuge เพื่อล้าง reagent ส่วนเกินออกไป และล้างตะกอนเช่นเดิมด้วย Ethanol อีก 3 ครั้ง ขั้นตอนสุดท้ายคือการเติมน้ำ Milli-Q อีกครั้งทำให้ตะกอน CdS QDs ละลายกลับ เก็บสารละลาย CdS QDs ที่อุณหภูมิห้อง การสังเคราะห์ CdS QDs อีกทั้ง 4 รูปแบบที่เหลือปรับเวลาการกวนจาก 1 นาทีเป็น 5 นาที, 10 นาที, 1 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมงตามลำดับ โดยวิธีการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.1

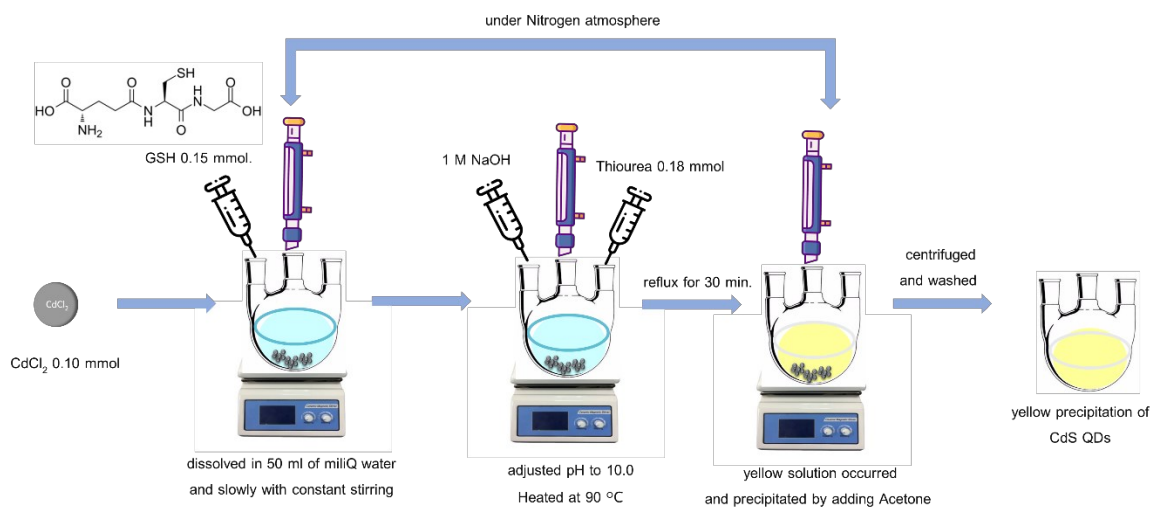


รูปที่ 2.1 การสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) วิธีที่ 1



### 2.3.1.2 การสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) วิธีที่ 2

ปรับจากวิธีของ J. Kaur *et al.*, 2020  $\text{CdCl}_2$  (0.10 mmol) และ GSH (0.15 mmol) ถูกละลายด้วยน้ำ Milli-Q ปริมาตร 50 mL ในขวดก้นกลมสามคอ ปรับให้สารละลายเป็นด่างโดยการเติม 1 M NaOH อย่างช้า ๆ กระทั่งได้สารละลายใสไม่มีสีและมีค่าความเป็นด่างอยู่ที่ pH 10.0 สารละลายถูกกวนอย่างต่อเนื่องภายใต้สภาวะสุญญากาศ 10 นาที ตามด้วยการปรับสภาวะภายใต้แก๊สไนโตรเจนโดยใช้ Schlenk line อีก 10 นาที ขั้นตอนต่อมาคือการให้ความร้อนจนอุณหภูมิของสารละลายเป็น 90 °C จากนั้นเติมสารละลาย Thiourea (0.18 mmol) อย่างช้า ๆ โดยสารละลายดังกล่าวถูกกวนอย่างต่อเนื่องภายใต้อุณหภูมิ 90 °C และให้ระบบการสังเคราะห์ทั้งหมดอยู่ภายใต้ Schlenk line เป็นเวลา 1 นาที สารละลายที่ได้จะมีลักษณะเป็นสารละลายใสสีเหลืองอ่อนของ CdS QDs จากนั้นปล่อยให้สารละลายเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงตกตะกอนสารละลาย CdS QDs ด้วยการเติม Acetone และนำไปปั่นแยกตะกอนด้วยเครื่อง Centrifuge เพื่อล้าง reagent ส่วนเกินออกไป และล้างตะกอนเช่นเดิมด้วย Ethanol อีก 3 ครั้ง ขั้นตอนสุดท้ายคือการเติมน้ำ Milli-Q อีกครั้งทำให้ตะกอน CdS QDs ละลายกลับ เก็บสารละลาย CdS QDs ที่อุณหภูมิห้อง การสังเคราะห์ CdS QDs อีกทั้ง 4 รูปแบบที่เหลือปรับเวลาการกวนจาก 1 นาทีเป็น 5 นาที, 10 นาที, 1 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมงตามลำดับ โดยวิธีการสังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 การสังเคราะห์อนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) วิธีที่ 2

### 2.3.2 การศึกษาเชิงสัณฐานของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)

การศึกษาเชิงสัณฐานของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) สามารถศึกษาได้จากการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (scanning electron microscope, SEM) และใช้ Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDS) เพื่อศึกษาการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ในสารตัวอย่าง ตัวอย่างสามารถถูกเตรียมได้โดยการนำสารละลาย CdS QDs ปริมาตร 10  $\mu\text{L}$  หยดลงบนแผ่น silicon wafer และทิ้งไว้ให้แห้งใน desiccator เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

### 2.3.3 การศึกษาขนาดของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)

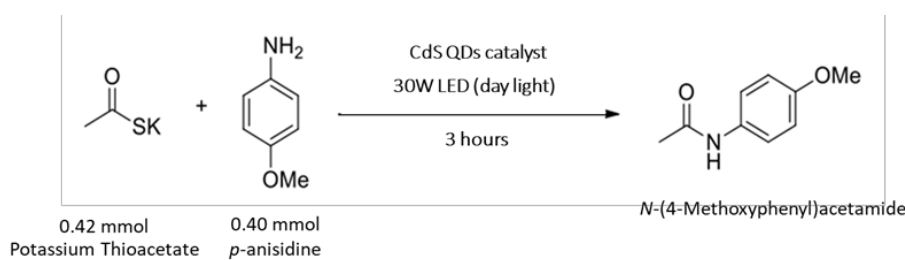
การศึกษาขนาดของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) สามารถศึกษาได้จากการใช้เครื่อง Dynamic light scattering (DLS)

### 2.3.4 การศึกษาการเปล่งแสงของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)

การศึกษาคุณสมบัติเชิงแสงของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) สามารถศึกษาได้จากเครื่อง UV-Vis spectroscopy เพื่อศึกษาการดูดกลืนแสงและเครื่อง Fluorescence spectrophotometer เพื่อศึกษาการคายแสงของอนุภาค CdS QDs

### 2.3.5 การศึกษาการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)

ปรับจากวิธีของ S. Das,<sup>26</sup> potassium thioacetate และ p-anisidine ถูกใช้ในการสังเคราะห์ N-(4-methoxyphenyl)acetamide เพื่อใช้ในการศึกษาการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันของ CdS QDs การศึกษามีดังนี้ ใช้ p-anisidine 0.40 mmol และ potassium thioacetate 0.42 mmol พร้อมกับ CdS QDs ซึ่งทำหน้าที่เป็นโฟโตคะตะลิสต์ ปริมาตร 270  $\mu\text{L}$  ทำปฏิกิริยาภายใต้ 30W LED day light เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากครบ 3 ชั่วโมงแล้วปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ ทำการสกัดแยกระหว่าง CdS QDs, potassium thioacetate และสารผลิตภัณฑ์ N-(4-methoxyphenyl)acetamide ด้วย  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ผ่านกรวยแยก จากนั้นสารผลิตภัณฑ์จะละลายลงมายังชั้น  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  แล้วนำไประเหย  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ออก เติม Benzoic acid ประมาณ 20 mg ลงไปเพื่อเป็นสารมาตรฐานในการคำนวณร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์และร้อยละของผลผลิต โดยใช้เทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  เพื่อระบุและคำนวณสารผลิตภัณฑ์



รูปที่ 2.3 แสดงการศึกษาการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)

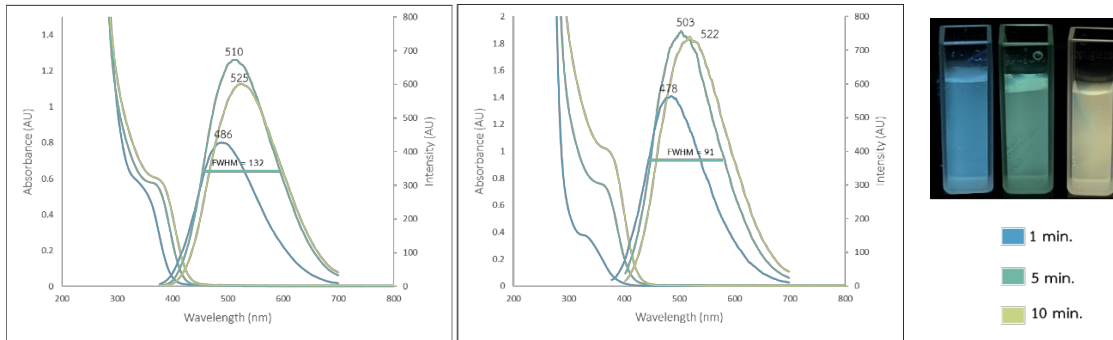
### บทที่ 3

#### ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

#### 3.1 การเปรียบเทียบคุณภาพการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 1 และ การสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 2

UV-Vis spectrophotometer และ fluorescence spectrophotometer ถูกใช้ในการศึกษาหาความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสง (absorption wavelength) และความยาวคลื่นการคายแสง (emission wavelength) ซึ่งสามารถสะท้อนขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค CdS QDs ได้ โดยค่าความยาวคลื่นการดูดกลืนแสงและความยาวคลื่นการคายแสงจะเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการรีฟลักซ์ (reflux) แสดงถึงสมบัติพิเศษที่จำเพาะของอนุภาคควอนตัมดอทได้ ในส่วนค่าความยาวคลื่นที่ใช้ในการกระตุ้น (excitation wavelength) ที่ใช้กับเทคนิคฟลูออเรสเซนส์ที่ 360 nm เนื่องจากสามารถป้องกันการเกิดพีค overtone ได้ที่ 720 nm และสามารถกระตุ้นควอนตัมดอทให้คายแสงออกมาในช่วงแสงที่ตามองเห็น (visible light) โดยช่วงที่ทำการตรวจสอบการคายแสงอยู่ที่ 380 nm ถึง 700 nm (รูป 3.1(a), 3.1(b))

รูปที่ 3.1 แสดงการดูดกลืนแสงและการคายแสงที่สอดคล้องกันของสารละลาย CdS QDs ที่ใช้เวลาในการรีฟลักซ์แตกต่างกัน น้ำถูกใช้เป็นตัวทำละลายและสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 °C สำหรับการสังเคราะห์ CdS QDs ขนาดต่าง ๆ 3 ขนาดสามารถสังเคราะห์ได้โดยเพิ่มระยะเวลาในการรีฟลักซ์ ในที่นี้คือ 1 นาที (Blue CdS QDs), 5 นาที (Green CdS QDs) และ 10 นาที (Yellow CdS QDs) ลักษณะของสารละลายก่อนเพิ่มอุณหภูมิเป็นสารละลายใสไม่มีสีแต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิแล้วสารละลายเปลี่ยนเป็นสารละลายสีเหลืองอ่อน รูปที่ 3.1(a.) แสดงค่าการดูดกลืนแสงและการคายแสงจากการสังเคราะห์ CdS QDs ด้วยวิธีที่ 1 โดยเส้นสีน้ำเงินแทนค่าการดูดกลืนแสงและการคายแสงของ CdS QDs ที่ระยะเวลาในการรีฟลักซ์ 1 นาที เส้นสีเขียวและสีเหลืองแทนค่าการดูดกลืนแสงและการคายแสงของ CdS QDs ที่ระยะเวลาในการรีฟลักซ์ 5 นาทีและ 10 นาที ตามลำดับ ค่าการดูดกลืนแสงเริ่มต้นที่ ~350 nm ถึง ~400 nm และมีโฟโตลูมิเนสเซนซ์พีค (Photoluminescence, PL) เริ่มต้นที่ 486 nm ถึง 525 nm ผลการวิเคราะห์แสดงถึง ขนาดของอนุภาค CdS QDs ที่ค่อย ๆ มีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเวลามากขึ้น เนื่องจากเมื่อสารมีขนาดใหญ่ขึ้นทำให้อิเล็กตรอนภายในควอนตัมดอทนั้นมีระดับพลังงานที่มาก (แถบช่องว่างพลังงานมีขนาดเล็กลง) ควอนตัมดอทจึงดูดกลืนโฟตอนที่ มีพลังงานน้อย ดังนั้นเป็นเหตุผลที่ว่าเมื่อควอนตัมดอทขนาดใหญ่ขึ้นจะดูดกลืนและคายแสงในช่วงความยาวคลื่นที่มากขึ้น (red shift)



รูปที่ 3.1 แสดงการเปรียบเทียบของการดูดกลืนแสงและการคายแสงของการสังเคราะห์ CdS QDs วิธีที่ 1 (a.), การเปรียบเทียบของการดูดกลืนแสงและการคายแสงของการสังเคราะห์ CdS QDs วิธีที่ 2 (b.), และภาพการเปล่งแสงของ CdS QDs เมื่อฉายแสงด้วย UV black light (UltraFire 395-405 nm Led WF-502B) จากการสังเคราะห์วิธีที่ 2 เมื่อใช้ระยะเวลาในการรีฟลักซ์ 1 นาที, 5 นาที และ 10 นาทีตามลำดับ (c.)

รูปที่ 3.1 (b.) แสดงการดูดกลืนแสงและการคายแสงของ CdS QDs จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 2 โดยเส้นสีน้ำเงินแทนค่าการดูดกลืนแสงและการคายแสงของ CdS QDs ที่ระยะเวลาในการรีฟลักซ์ 1 นาที เส้นสีเขียวและสีเหลืองแทนค่าการดูดกลืนแสงและการคายแสงของ CdS QDs ที่ระยะเวลาในการรีฟลักซ์ 5 นาที และ 10 นาทีตามลำดับ ค่าการดูดกลืนแสงเริ่มต้นที่  $\sim 340$  nm,  $\sim 360$  nm และ  $\sim 380$  nm ตามลำดับและมีโฟโตลูมิเนสเซนซ์พีคเริ่มต้นที่ 476 nm ซึ่งเปล่งแสงสีฟ้า, 503 nm ซึ่งเปล่งแสงเขียว และ 522 nm ซึ่งเปล่งแสงสีเขียวอมเหลือง ผลการวิเคราะห์แสดงถึงแถบช่องว่างพลังงานมีขนาดเล็กลงซึ่งแปรผกผันกับขนาดของควอนตัมดอทที่ใหญ่ขึ้น ควอนตัมดอทจึงดูดกลืนโฟตอนที่มีพลังงานน้อยและคายแสงในช่วงความยาวคลื่นที่มากขึ้น (red shift)

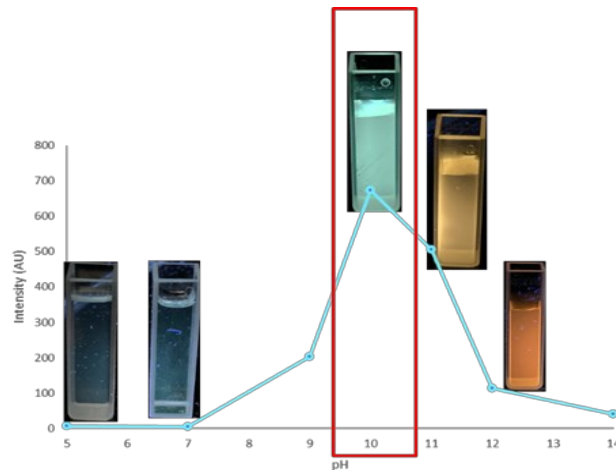
ตารางที่ 3.1 ตารางแสดงการเปรียบเทียบผลค่าความกว้างที่กึ่งความสูง CdS QDs 3 ชนิด

| Type of CdS QDs | FWHM Procedure 1 (nm) | FWHM Procedure 2 (nm) |
|-----------------|-----------------------|-----------------------|
| Blue CdS QDs    | 123.7                 | 102.6                 |
| Green CdS QDs   | 132.2                 | 91.36                 |
| Yellow CdS QDs  | 119.9                 | 98.92                 |

ความแตกต่างของการสังเคราะห์ CdS QDs ด้วยวิธีที่ 1 และ 2 ต่างกันที่วิธีที่ 1 สารละลาย  $\text{CdCl}_2$  ถูกเติมเมื่ออุณหภูมิของสารละลายผสมอยู่ที่  $90^\circ\text{C}$  ส่วนวิธีที่ 2 สารละลาย Thiourea ถูกเติมเมื่ออุณหภูมิของสารละลายผสมอยู่ที่  $90^\circ\text{C}$  จากการทดลอง ตารางที่ 3.1 พบว่าวิธีที่ 2 แสดงผลค่าความกว้างที่กึ่งความสูง (Full-Width-at-Half-Maximum, FWHM) ของโฟโตลูมิเนสเซนซ์พีคที่ต่ำกว่าวิธีที่ 1 ซึ่งหมายความว่าถ้าความกว้างของพีคแคบมากเท่าใดรูปร่างขนาดและการกระจายตัวมวลสารของส่วนประกอบในปริมาตรต่อหน่วยของวัสดุมีความสม่ำเสมอ (monodispersity) มากเท่านั้น จากวิธีที่ 2 ต้องการทำให้แคดเมียมไอออน ( $\text{Cd}^{2+}$ ) จับตัว

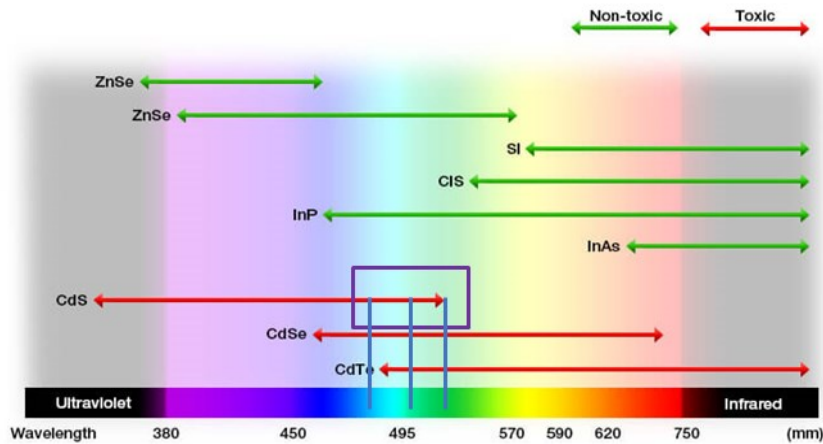
กับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH<sup>-</sup>) เพื่อเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของ Cd ที่สมบูรณ์ขึ้นก่อน แล้วจึงค่อยเติม ซัลไฟด์ไอออน (S<sup>2-</sup>) จากสารละลาย Thiourea ในขั้นตอนหลังเพื่อเป็นการเพิ่มโอกาสให้อนุภาคจับตัวกันอย่าง สม่่าเสมอ หากเปลี่ยนเป็นเติม Cd<sup>2+</sup> ในขั้นตอนสุดท้ายเช่นวิธีที่ 1 จะทำให้ Cd<sup>2+</sup> อาจไม่สามารถจัดเรียงตัวเพื่อ เป็นสารประกอบเชิงซ้อนได้สมบูรณ์ S<sup>2-</sup> ก็เข้ามาจับตัวกับ Cd<sup>2+</sup> จึงทำให้เกิดความหลากหลายของขนาด อนุภาคจากการสังเคราะห์ CdS QDs จากวิธีที่ 1 ขนาดอนุภาคที่ใกล้เคียงกันภายใต้การสังเคราะห์ที่สภาวะ เดียวกันถือเป็นสมบัติของอนุภาคควอนตัมดอทที่ดี ถ้าสามารถทำให้ค่าการเปล่งแสงและขนาดอนุภาคมีค่าที่ แน่นนอนจะสามารถควบคุมและนำไปศึกษาอิทธิพลของขนาดอนุภาคต่อการเร่งปฏิกิริยาต่าง ๆ ได้แม่นยำมาก ยิ่งขึ้น จากการวิเคราะห์ผลการสังเคราะห์ CdS QDs ด้วยวิธีที่ 2 ให้ผลที่ดีกว่าวิธีที่ 1 จึงเหมาะกับการนำไป ประยุกต์ใช้เป็นคะตะลิสต์ในขั้นตอนต่อไป

### 3.2 การศึกษาอิทธิพลของความเป็นกรด-ต่างต่อการเปล่งแสงของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)



รูปที่ 3.2 แสดงการเปรียบเทียบค่าความเป็นกรด-ต่างต่อความเข้มของการคายแสง CdS QDs ที่ pH 5, 7, 9, 10, 11, 12 และ 14

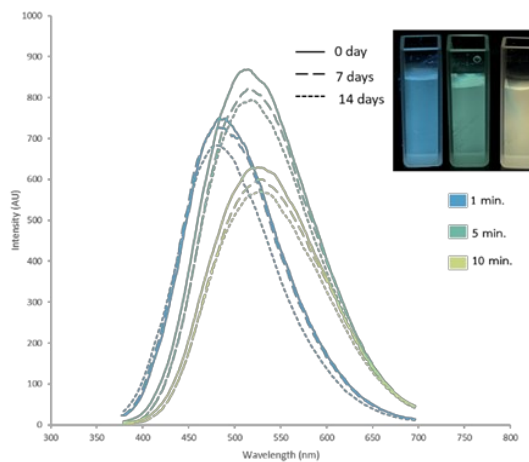
ศึกษาอิทธิพลของความเป็นกรด-ต่างต่อความเข้มของการเปล่งแสง CdS QDs ที่ถูกสังเคราะห์ด้วย วิธีที่ 2 จากภาพที่ 3.2 แสดงให้เห็นว่าสภาวะการทดลองที่มีค่า pH 10 ให้ค่าการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ มากที่สุด ส่วนที่ pH 5, 7 ตรวจพบการเปล่งแสงต่ำมากเนื่องจาก Cd<sup>2+</sup> ชอบที่จะจับตัว OH<sup>-</sup> เพื่อจัดเรียงตัว เป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่สภาวะเบสมากกว่า<sup>27</sup> ที่ pH 9, 11 และ 13 พบว่ายังสามารถเปล่งแสงโฟโตลูมิเนส เซนซ์ได้มากแต่สีของแสงที่เปล่งออกมาเป็นสีส้มซึ่งไม่สอดคล้องกับทฤษฎีการเปล่งแสงของ CdS QDs (รูปที่ 3.3) ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้ช่วงแสงที่ตามองเห็นอยู่ที่สีฟ้า, เขียว และสีเขียวอมเหลืองเท่านั้น การที่ คอนตัมดอทเปล่งแสงออกมาเป็นสีส้มนั้นอาจเนื่องมาจากปรากฏการณ์ที่เรียกว่า “surface trap states” กล่าวคืออิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นจะขึ้นไปยังแถบการนำไฟฟ้า ตามด้วยกระบวนการ vibrational relaxation ลงมา แต่อิเล็กตรอนดังกล่าวกลับถูกถ่ายโอนไปยังโมเลกุลอื่น ๆ ที่มีระดับพลังงานต่ำกว่าแถบการนำไฟฟ้า และคายพลังงานตกกลับลงมายังแถบวาเลนซ์ด้วยพลังงานที่ต่ำกว่าเดิม การเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ที่จึงมีสี ส้มเมื่อทดสอบการฉายแสงด้วย UV black light



รูปที่ 3.3. แผนภาพแสดงรูปแบบของสีต่าง ๆ จากการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของควอนตัมดอทแต่ละประเภท<sup>28</sup>

ส่วนที่ pH 14 ค่าการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์กลับต่ำลงมา อาจเนื่องมาจากค่าความเป็นเบสที่มีค่ามากเกินไป เกิดการสังเคราะห์ควอนตัมดอทในสภาวะที่รุนแรงทำให้ขนาดของอนุภาคควอนตัมดอทมีขนาดใหญ่เกินไปในเวลาอันรวดเร็วจนไม่สามารถให้ค่าการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ได้ ดังนั้นสภาวะที่ค่าความเป็นกรด-ด่างที่เหมาะสมและสามารถทำให้ CdS QDs เปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ได้มากที่สุดคือที่ pH 10

### 3.3 การศึกษาเสถียรภาพการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)



รูปที่ 3.4 แสดงการเปรียบเทียบเสถียรภาพการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของ CdS QDs เมื่อเวลาผ่านไป 0, 7 และ 14 วัน

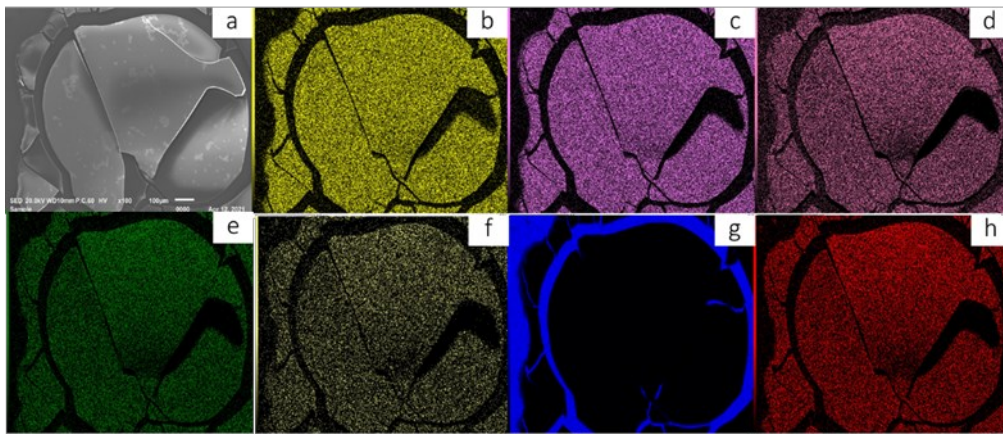
ศึกษาเสถียรภาพของ CdS QDs โดยใช้การสังเคราะห์ CdS QDs ด้วยวิธีที่ 2 และความคุมสภาวะให้ pH อยู่ที่ 10 จากรูปที่ 3.4 แสดงค่าเสถียรภาพการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของ CdS QDs ที่ระยะเวลาในการรีฟลักซ์คือ 1 นาที, 5 นาทีและ 10 นาที เมื่อพิจารณาผลการทดลองพบว่าสารละลาย CdS QDs ที่บรรจุลงในขวดสีชาและถูกเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องยังสามารถคงสภาพความเป็นควอนตัมดอทและมีค่าความยาวคลื่นการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์เช่นเดิมนับตั้งแต่วันที่ 0 จน 14 วันผ่านไป จากสเปกตรัมอาจพบว่าควอนตัมดอท



ทุกชนิดให้ความเข้มแสงที่เปล่งออกมาลดลง อาจเนื่องมาจากเมื่อสารละลายที่ถูกเก็บไว้โดนแสงจากภายนอก แม้สารละลายจะถูกบรรจุผ่านขวดสีชาก็ตาม อิเล็กตรอนบางส่วนของควอนตัมดอทสูญเสียไปกับถูกกระตุ้นอยู่อย่างต่อเนื่องตลอด 14 วันจึงอาจส่งผลให้ความเข้มของแสงที่ตรวจสอบได้ลดลง แต่อย่างไรก็ตามการลดลงของความเข้มของแสงก็ลดลงเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับความเข้มของการเปล่งแสงเริ่มต้น จึงสามารถอนุมานได้ว่า CdS QDs ที่สังเคราะห์ได้ที่มีเสถียรภาพสูง

### 3.4 การศึกษาเชิงสัณฐานของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)

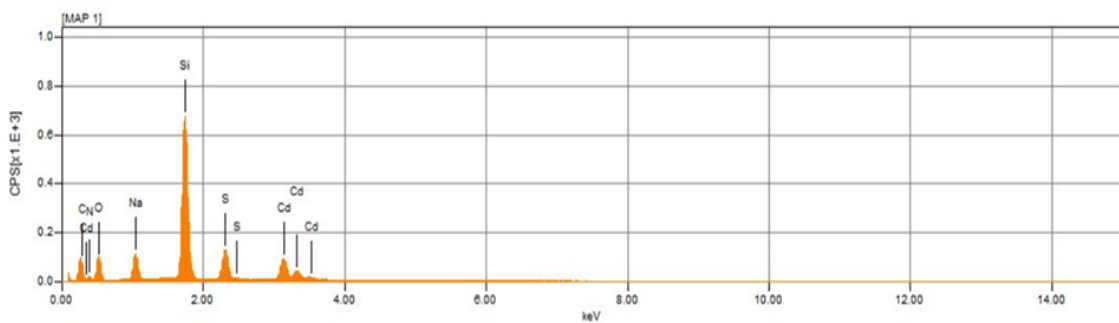
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนในโหมดการวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer, EDS) เป็นการวิเคราะห์หาธาตุในตัวอย่างวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงคุณภาพ และเชิงปริมาณ และสามารถวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุนั้นพื้นผิวตัวอย่างที่ศึกษาได้และถูกใช้ในการศึกษาลักษณะเชิงสัณฐานของอนุภาค CdS QDs



รูปที่ 3.5 แสดงการสแกนตำแหน่งการกระจายตัวของอะตอมต่าง ๆ ของ Blue CdS QDs ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมด SEM-EDS (22kv, 100X) ภาพแสดงลักษณะพื้นผิวภายนอกของ CdS QDs ที่กำลังกำลังขยาย 100X (a.), การกระจายตัวของธาตุแคดเมียม Cd (b.), การกระจายตัวของธาตุซัลเฟอร์ S (c.), การกระจายตัวของธาตุโซเดียม Na (d.), การกระจายตัวของธาตุออกซิเจน O (e.), การกระจายตัวของธาตุไนโตรเจน N (f.), การกระจายตัวของธาตุซิลิกอน Si (g.), การกระจายตัวของธาตุคาร์บอน C (h.)

การวิเคราะห์หาการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ของ Blue CdS QDs รูปที่ 3.5 (a.) แสดงพื้นผิวภายนอกของ Blue CdS QDs ที่ถูกทำให้แห้งบนแผ่น silicon wafer จากลักษณะภายนอกที่ตรวจพบเป็นแผ่นเรียบ ๆ เนื่องจากกระบวนการเตรียมสารตัวอย่างจะต้องหยดสารละลาย CdS QDs ลงบน silicon wafer และนำไปทิ้งไว้ให้แห้งผ่าน desiccator จึงจะสามารถนำไปตรวจสอบผ่าน SEM ได้ ดังนั้นเมื่อน้ำถูกทำให้ระเหยออกทำให้อนุภาคควอนตัมดอทยังคงรูปร่างเช่นเดิมกับหยดของสารละลาย CdS QDs ก่อนระเหย ซึ่งอาจจะไม่สะท้อนการกระจายตัวอย่างแท้จริงของอนุภาคในสารละลายได้ รูปที่ 3.5 (b.), (c.) แสดงการกระจายตัวของธาตุ Cd และ S ตามลำดับซึ่งตรงกับตำแหน่งของแผ่นอนุภาคจึงยืนยันได้ว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้เป็น CdS QDs จริง รูปที่ 3.5 (d.) พบธาตุ Na เนื่องจากสภาวะในการสังเคราะห์ CdS QDs อยู่ที่ pH 10

ซึ่งสารละลายดังกล่าวถูกปรับ pH ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) รูปที่ 3.5 (e.), (f.), (h.) แสดงการกระจายตัวของธาตุ O, N และ C ตามลำดับ การพบธาตุดังกล่าวมาจาก GSH ซึ่งทำหน้าที่เป็น stabilizer ในการสังเคราะห์ CdS QDs ส่วน รูปที่ 3.5 (g.) แสดงการกระจายตัวของธาตุ Si ซึ่งมาจากแผ่น silicon wafer ดังนั้นจากการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุด้วยเทคนิค SEM-EDS สามารถยืนยันได้ว่ามีทุกองค์ประกอบของ CdS QDs ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นจริง และสเปกตรัมแสดงปริมาณของธาตุต่าง ๆ ถูกแสดงดังรูปที่ 3.6 จากรูปอาจพบว่า Cd มีหลายสเปกตรัม ที่เป็นเช่นนั้นเนื่องมาจาก Cd มีหลายระดับพลังงาน การสแกนตำแหน่งการกระจายตัวของอะตอมต่าง ๆ ของ CdS QDs ชนิดอื่น ๆ แสดงในข้อมูลเพิ่มเติม (S1, S4, S7 และ S10 ในภาคผนวก)

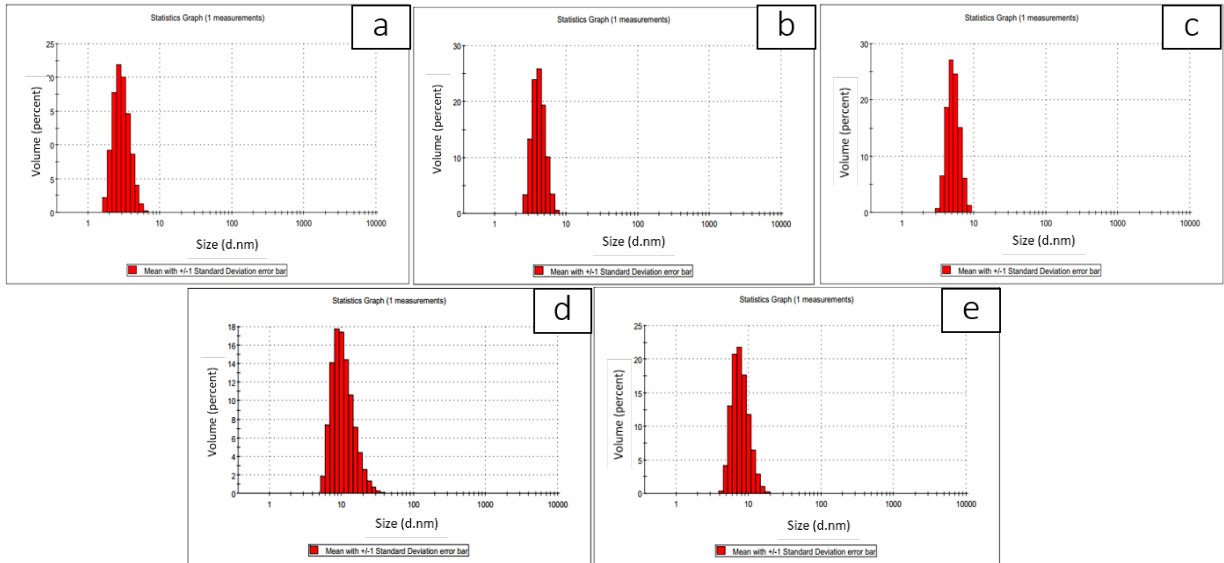


รูปที่ 3.6 สเปกตรัมแสดงปริมาณธาตุต่าง ๆ ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมด SEM-EDS (22kv, 100X) สเปกตรัมแสดงปริมาณธาตุต่าง ๆ CdS QDs ชนิดอื่น ๆ แสดงในข้อมูลเพิ่มเติม (S2, S5, S8 และ S11 ในภาคผนวก)

### 3.5 การศึกษาหาขนาดของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs) ด้วยเทคนิค DLS

Dynamic light scattering (DLS) เป็นเทคนิคที่สามารถวัดขนาดอนุภาคในตัวอย่งที่มีลักษณะเป็นสารแขวนลอย เพื่อหาขนาดเฉลี่ยของอนุภาคและการกระจายของขนาดอนุภาคที่มีขนาดไม่เกิน 1000 nm ในของเหลวซึ่งขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค DLS เป็นขนาดอนุภาคเทียบเท่าของอนุภาคทรงกลม การศึกษาขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค CdS QDs สามารถตรวจสอบได้ผ่านเทคนิค DLS ที่สภาวะอุณหภูมิ 25 °C ระยะเวลาในการสแกนทดสอบ 60 วินาที แสดงดังรูปที่ 3.7 และสรุปเป็นตารางได้ดังตาราง 3.2

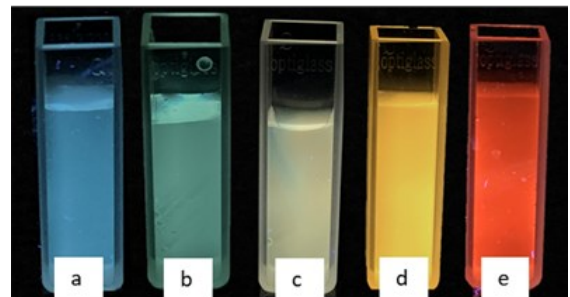




รูปที่ 3.7 แผนภูมิแท่งแสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท CdS QDs ผ่านเทคนิค Dynamic light scattering (DLS) แสดงขนาดอนุภาคของ blue CdS QDs (a.), แสดงขนาดอนุภาคของ green CdS QDs (b.), แสดงขนาดอนุภาคของ yellow CdS QDs (c.), แสดงขนาดอนุภาคของ orange CdS QDs (d.), แสดงขนาดอนุภาคของ Red CdS QDs (e.)

ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงขนาดของ CdS QDs เฉลี่ยจากเทคนิค DLS เทียบกับ

| Type of CdS QDs | Average DLS size (nm) |
|-----------------|-----------------------|
| Blue CdS QDs    | 3.029                 |
| Green CdS QDs   | 4.232                 |
| Yellow CdS QDs  | 5.287                 |
| Orange CdS QDs  | 11.18                 |
| Red CdS QDs     | 8.015                 |



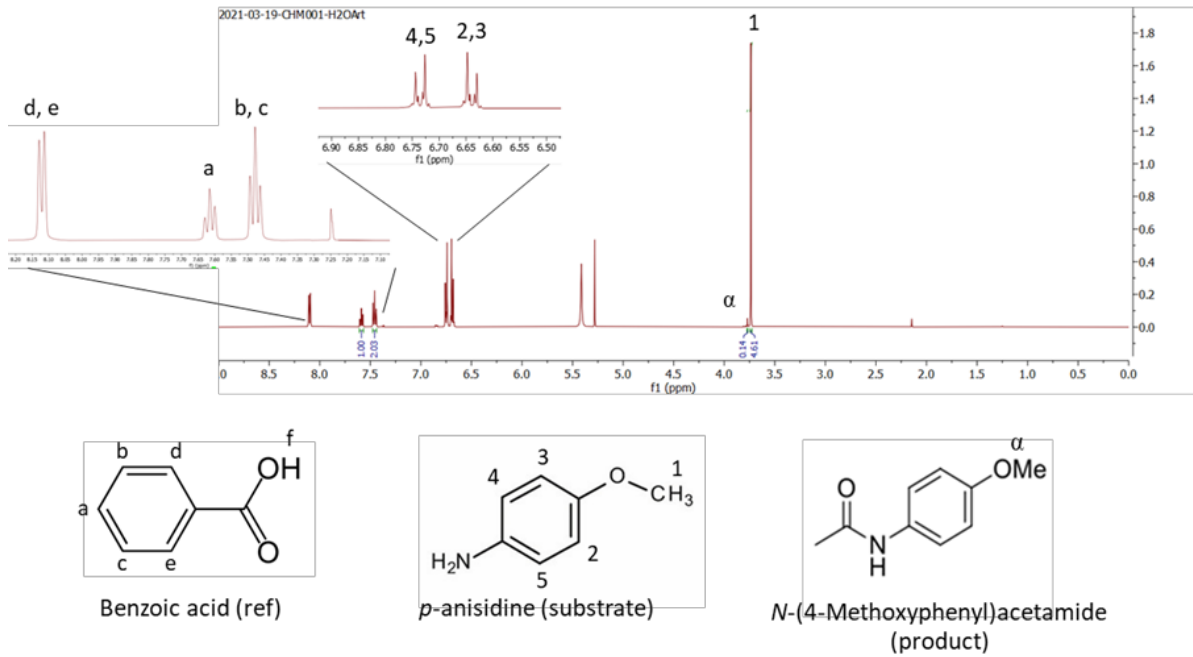
รูปที่ 3.8 แสดงการเปล่งแสงของ Blue CdS QDs (a.), Green CdS QDs (b.), Yellow CdS QDs (c.), Orange CdS QDs (d.) และ Red CdS QDs (e.) เมื่อฉายแสงด้วย UV black light (UltraFire 39.5-40.5 nm Led WF-502B)

ผู้วิจัยคาดว่าการศึกษาารูปแบบของ CdS QDs เพียง 3 ชนิดดังที่รายงานไปข้างต้นอาจไม่เพียงพอในการศึกษาอิทธิพลของการนำ CdS QDs แต่ละชนิดไปใช้เป็นคะตะลิสต์ในการเร่งปฏิกิริยาเอมิเตชัน จึงได้ทำการสังเคราะห์ Orange CdS QDs และ Red CdS QDs เพิ่มขึ้น รูปที่ 3.8 (d.), (e.) อย่างไรก็ตาม CdS QDs ทั้ง 2 ชนิดนี้เป็นควอนตัมดอทที่ให้การเปล่งแสงได้ แต่การเปล่งแสงที่เกิดขึ้น เกิดจากปรากฏการณ์ surface trap states ซึ่งจะถือว่าเป็นควอนตัมดอทที่ไม่ได้เปล่งแสงและให้สีจากผลต่างแถบช่องว่างพลังงานอย่างแท้จริง

จากผลการทดลองพบว่าขนาดของ Blue CdS QDs, Green CdS QDs, Yellow CdS QDs, Orange CdS QDs, มีขนาดใหญ่ขึ้นตามลำดับเนื่องมาจากระยะเวลาในการรีฟลักซ์ที่มากขึ้นซึ่งก็คือ 1 นาที, 5 นาที, 10 นาที และ 1 ชั่วโมงตามลำดับ ทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นซึ่งแสดงค่าได้ดังตาราง 3.2 ส่วน Red CdS QDs ให้ผลในทางตรงกันข้ามกับแนวโน้มซึ่งก็คือเมื่อใช้ระยะเวลาในการรีฟลักซ์ที่มากขึ้นขนาดของอนุภาคก็ควรจะเพิ่มขึ้นตาม แต่มีเป็นเช่นนั้น จากผลการทดลองอาจเนื่องมาจาก Orange CdS QDs มีการกระจายตัวของอนุภาคขนาดต่าง ๆ อยู่มากและมีความกว้างของพีคมากที่สุด รูปที่ 3.7 (d.) เมื่อเทียบกับ CdS QDs รูปชนิดอื่น ดังนั้นขนาดเฉลี่ยของอนุภาคดังแสดงในตารางที่ 3.2 อาจถูกอนุภาคขนาดใหญ่ดึงให้มีค่าเฉลี่ยที่สูงเกินความเป็นจริง ไม่สะท้อนขนาดที่แท้จริงของอนุภาคส่วนใหญ่ในสารละลาย แต่อย่างไรก็ตามการวัดขนาดอนุภาค CdS QDs ทั้งหมดด้วยเทคนิค DLS ไม่อาจสะท้อนขนาดที่แท้จริงของอนุภาคได้เนื่องจากเทคนิค DLS เป็นการวัดขนาดอนุภาคแบบมีสารละลายล้อมรอบ (hydrodynamic size) ซึ่งสารละลายที่ล้อมรอบอนุภาคอาจไม่ได้ล้อมรอบเพียงชั้นเดียวอาจมีหลายชั้นห่อหุ้มอนุภาคไว้จึงทำให้การทราบขนาดอนุภาคที่แท้จริงเป็นไปได้ยากด้วยเทคนิค DLS ซึ่งปัญหาดังกล่าวสามารถถูกแก้ได้ด้วยการวัดขนาดอนุภาคด้วย (transmission electron microscope, TEM) ซึ่งจะสามารถวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคแบบ dynamic size ได้อย่างแม่นยำมากกว่า

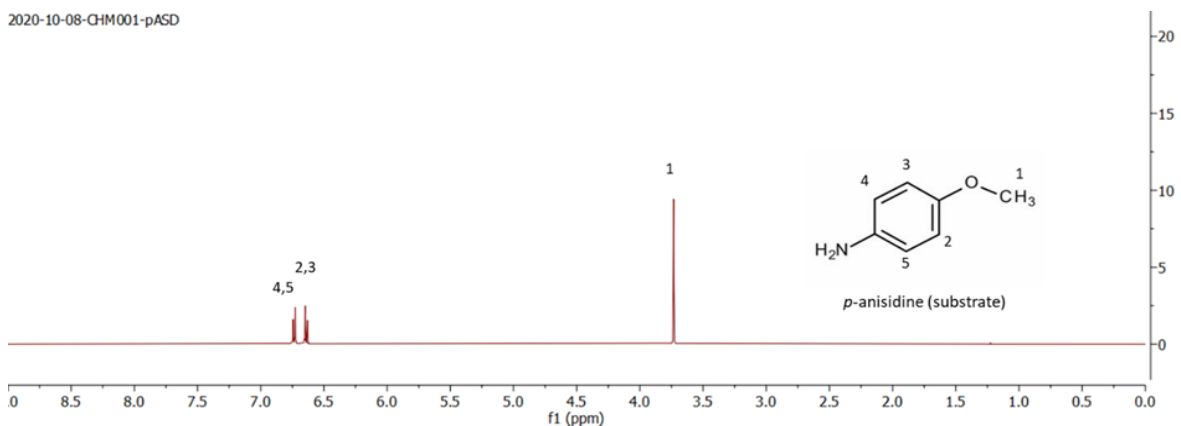
### 3.6 การศึกษาการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์ควอนตัมดอท (CdS QDs)

รูปที่ 3.9 สารตั้งต้น potassium thioacetate 0.42 mmol และ *p*-anisidine 0.40 mmol ถูกใช้ในการสังเคราะห์ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide โดยมีตัวทำละลายเป็นน้ำ การศึกษาปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยปราศจากการใช้คะตะลิสต์ เพื่อใช้เป็นตัวเปรียบเทียบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยากับการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ CdS QDs เป็นคะตะลิสต์ *p*-anisidine ถูกใช้เป็นตัวกำหนดปริมาณ และ potassium thioacetate ถูกใช้ป็นสารตั้งต้นที่มากเกินไป เมื่อผ่านการสกัดแยกด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ) จะมีเพียง *p*-anisidine ที่ไม่ถูกทำปฏิกิริยาหลงเหลืออยู่ และ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์จะละลายมากับ  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  เนื่องด้วยเหตุผลทางสภาพขั้ว กล่าวคือตัวถูกละลายที่ไม่มีขั้วจะละลายในตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว เพราะแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลไม่มีขั้ว เป็นแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals force) เหมือนกัน ดังนั้นทั้ง *p*-anisidine และ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide จะไม่ละลายในตัวทำละลายที่มีขั้วซึ่งก็คือน้ำ ส่วน potassium thioacetate ถูกสกัดแยกด้วยชั้นน้ำแล้วทิ้งไป หลังจากทำการสกัดแยกแล้วนำสารละลายชั้น  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  สารละลายไประเหย  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ออกและทำการเจือจาง 2 เท่าแล้วระเหย  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ออกอีกครั้งเพื่อทำให้สารละลายไม่เข้มข้นจนเกินไป ซึ่งอาจส่งผลต่อการวิเคราะห์ผลด้วย  $^1\text{H-NMR}$



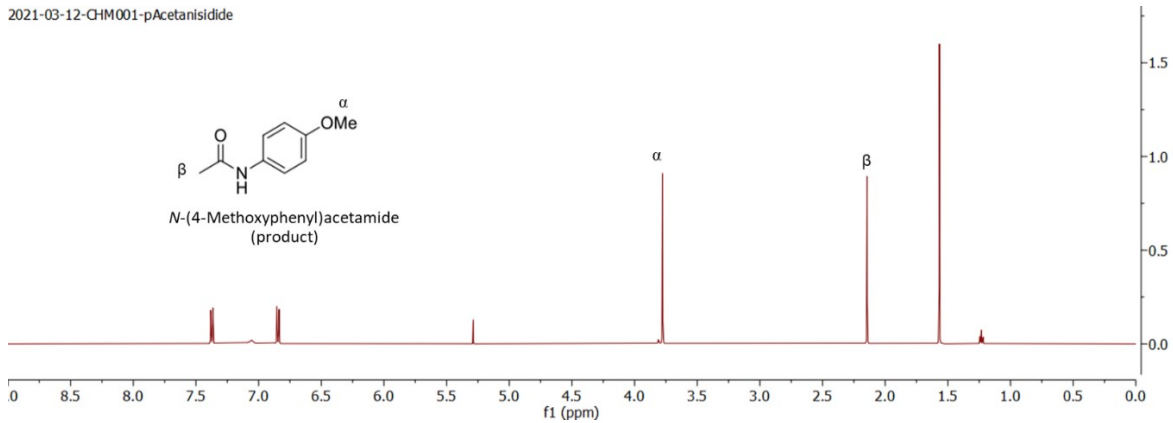
รูปที่ 3.9 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาเอมิเดชันโดยปราศจากการใช้คะตะลิสต์ซึ่งมีสเปกตรัมพีคของ Benzoic acid (ref), *p*-anisidine (substrate) และ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide (product)

H จากหมู่  $-\text{CH}_3$  ตำแหน่งที่ติดกับหมู่ ether ของ *p*-anisidine จะปรากฏใน  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัม แสดงดังพีคหมายเลข 1 ค่าเคมีคัลชิฟต์อยู่ที่ 3.73 ppm (รูปที่ 3.9) ซึ่งพีคตำแหน่งนี้จะใช้ในการคำนวณเชิงปริมาณต่อไป โดยตำแหน่งพีคทั้งหมดของ *p*-anisidine ที่เหลืออยู่ในปฏิกิริยาเอมิเดชันสามารถถูกระบุได้โดยการเทียบสเปกตรัมพีค  $^1\text{H-NMR}$  ของ *p*-anisidine บริสุทธิ์ (รูปที่ 3.10)



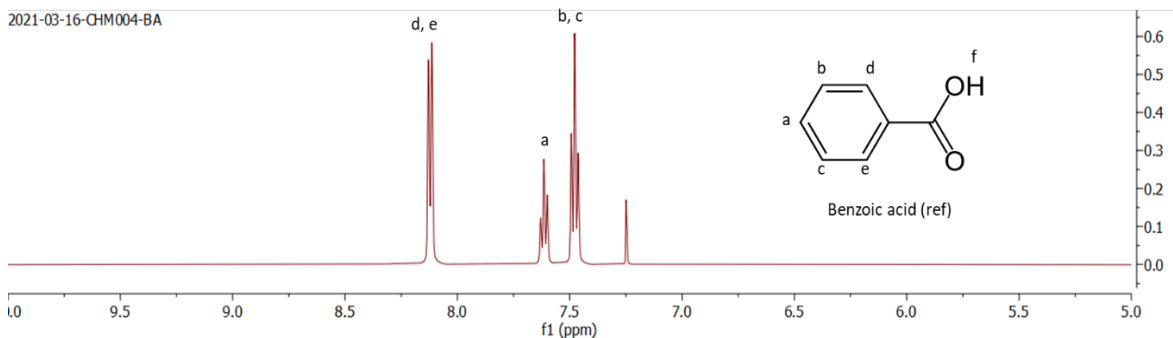
รูปที่ 3.10 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของ *p*-anisidine บริสุทธิ์พร้อมระบุตำแหน่งโปรตอน หมายเลข 1 (3.73 ppm), หมายเลข 2,3 (~6.63-6.65 ppm), หมายเลข 4,5 (~6.72-6.74 ppm)

H จากหมู่  $-CH_3$  ตำแหน่งที่ติดกับหมู่ ether ของสารผลิตภัณฑ์ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide จะปรากฏใน  $^1H$ -NMR สเปกตรัมแสดงดังพีคตำแหน่ง  $\alpha$  ค่าเคมีคัลชิฟต์อยู่ที่ 3.79 ppm (รูปที่ 3.9) ซึ่งพีคตำแหน่งนี้จะใช้ในการคำนวณเชิงปริมาณต่อไป โดยตำแหน่งพีคสารผลิตภัณฑ์ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide สามารถถูกระบุได้โดยการเทียบสเปกตรัมพีค  $^1H$ -NMR ของ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide (รูปที่ 3.11)



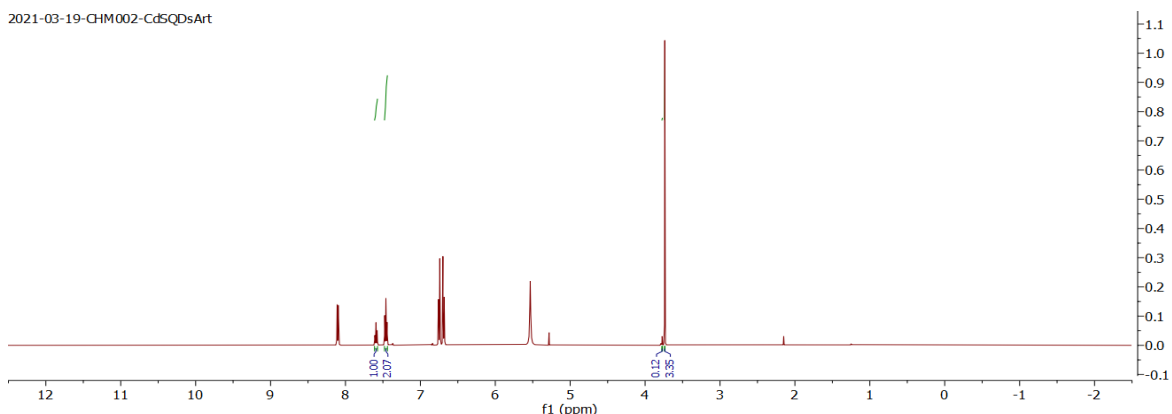
รูปที่ 3.11 แสดง  $^1H$ -NMR สเปกตรัมของ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide พร้อมระบุตำแหน่งโปรตรอน ตำแหน่ง  $\alpha$  (3.79 ppm), ตำแหน่ง  $\beta$  (2.15 ppm)

Benzoic acid ถูกใช้เป็นสารมาตรฐานสำหรับการคำนวณเชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ เนื่องจาก Benzoic acid เป็นสารที่ให้ตำแหน่งของสเปกตรัมใน  $^1H$ -NMR ไม่ซ้อนทับกับทั้ง *p*-anisidine และ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide (รูปที่ 3.12) และเป็นสารมาตรฐานที่ถูกเติมลงไปในช่วงตอนสุดท้ายซึ่งทราบปริมาณ สามารถคำนวณกลับเป็นโมลและเทียบค่าการอินทิเกรตพื้นที่ได้พีคเพื่อหาปริมาณของ *p*-anisidine ที่เหลืออยู่ และ *N*-(4-methoxyphenyl)acetamide ที่เกิดขึ้น ซึ่งอัตราส่วนของการอินทิเกรต ตำแหน่ง a : b,c จะต้องเป็น 1 : 2 เสมอซึ่งหมายถึงตำแหน่ง a มี H 1 อะตอมและตำแหน่ง b,c มี H 2 อะตอม



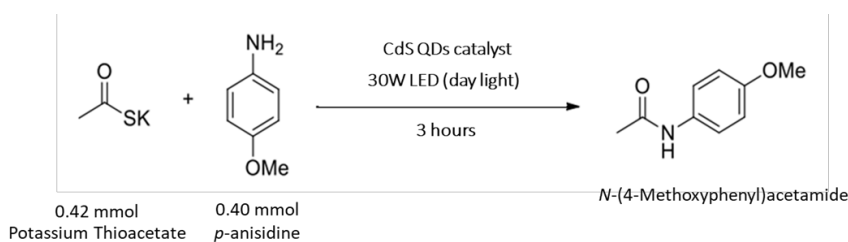
รูปที่ 3.12 แสดง  $^1H$ -NMR สเปกตรัมของ Benzoic acid พร้อมระบุตำแหน่งโปรตรอน ตำแหน่ง a (7.62 ppm), ตำแหน่ง b, c (7.48 ppm), ตำแหน่ง d, e (~8.12-8.14 ppm)

2021-03-19-CHM002-CdSQDsArt



รูปที่ 3.13 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ Blue CdS QDs เป็นคะตะลิสต์,  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ Green, Yellow, Orange, Red CdS QDs เป็นคะตะลิสต์ แสดงในข้อมูลเพิ่มเติม (S3, S6, S9, S12 และ S13 ในภาคผนวก)

ตารางที่ 3.3 แสดงผลของประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ CdS QDs 6 ชนิดเปรียบเทียบกับผลการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยปราศจากการใช้ CdS QDs เป็นคะตะลิสต์



| Entry | Catalyst       | Solvent | pH | Time (h) | NMR-Yield (%) <sup>z</sup> | NMR-Conversion (%) <sup>z</sup> |
|-------|----------------|---------|----|----------|----------------------------|---------------------------------|
| 1     | -              | Water   | 10 | 3        | 2 <sup>avg</sup>           | 10 <sup>avg</sup>               |
| 2     | Blue CdS QDs   | Water   | 10 | 3        | 4 <sup>1</sup>             | 37 <sup>1</sup>                 |
| 3     | Green CdS QDs  | Water   | 10 | 3        | 1 <sup>1</sup>             | 12 <sup>1</sup>                 |
| 4     | Yellow CdS QDs | Water   | 10 | 3        | 2 <sup>1</sup>             | 17 <sup>1</sup>                 |
| 5     | Orange CdS QDs | Water   | 10 | 3        | 2 <sup>1</sup>             | 12 <sup>1</sup>                 |
| 6     | Red CdS QDs    | Water   | 10 | 3        | 2 <sup>1</sup>             | 13 <sup>1</sup>                 |
| 7     | Bulk CdS QDs   | water   | 10 | 3        | trace <sup>1</sup>         | 4 <sup>1</sup>                  |

หมายเหตุ avg หมายถึง การเฉลี่ย %Yield และ %Conversion จากการทดลองจำนวน 6 ครั้ง

1 หมายถึง ทำการทดลองจำนวน 1 ครั้ง เนื่องจากข้อจำกัดทางด้านเวลา

Z หมายถึง ใช้ Benzoic acid เป็นสารมาตรฐานในการหาค่า %Yield และ %Conversion

ผลของการเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ CdS QDs เป็นคะตะลิสต์ (ตาราง 3.3) พบว่า Blue CdS QDs มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันมากที่สุด โดยสามารถคำนวณร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ (%conversion) ออกมาอยู่ที่ร้อยละ 37 ซึ่งมากกว่าการไม่ใช้ CdS QDs เป็นคะตะลิสต์อยู่เกือบ 4 เท่า, มากกว่า CdS QDs ประเภทอื่น ๆ อยู่ประมาณ 2 เท่า และมากกว่า Bulk CdS QDs อยู่กว่า 10 เท่า

ในส่วนของร้อยละของผลผลิต (%yield) อยู่ที่ร้อยละ 4 ซึ่งมีค่ามากกว่าการไม่ใช้ CdS QDs เป็นคะตะลิสต์ และ CdS QDs ประเภทอื่น ๆ อยู่ประมาณ 2 เท่าโดยเฉลี่ย กลไกการเกิดปฏิกิริยาแอมิเดชันอ้างอิงตามรูปที่ 1.8 การเร่งปฏิกิริยาจะเกิดจาก hole ของ CdS QDs ถ่ายโอนพลังงานไปยัง potassium thioacetate โดย CdS QDs จะทำหน้าที่เป็นตัวออกซิไดซ์ที่สำคัญในการเกิดพันธะ disulfide เนื่องจากศักย์ของพลังงานจากแถบเวเลนซ์ (valance band potential) จะต้องมีค่าใกล้เคียงกับศักย์รีดักชัน (reduction potential) ของ potassium thioacetate จึงสามารถรีดิวซ์ potassium thioacetate เป็นสารประกอบ disulfide ได้ ดังนั้นพลังงานที่เหมาะสมจากแถบวาเลนซ์ของ CdS QDs จะต้องสอดคล้องกับพลังงานในการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน Blue CdS QDs เป็นควอนตัมดอทที่มีขนาดเล็กที่สุด มีแถบช่องว่างพลังงานกว้างที่สุด ทำให้ศักย์ของพลังงานจากแถบเวเลนซ์ต่ำ ซึ่งอาจเป็นผลทำให้ Blue CdS QDs สามารถถ่ายโอนพลังงานจาก hole ไปยังสารตั้งต้นเพื่อเกิดปฏิกิริยารีดักชันได้ดีที่สุดจึงสะท้อนออกมาเป็นร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์และร้อยละของผลผลิตที่สูงกว่า CdS QDs ชนิดอื่นอย่างมีนัยสำคัญ ในส่วนของควอนตัมดอทชนิดที่ 3-6 สามารถเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันได้แต่ให้ผลไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญกับการปราศจากการใช้ CdS QDs เป็นคะตะลิสต์ อาจเนื่องจากควอนตัมดอททั้ง 4 ชนิดดังที่กล่าวมาเริ่มมีขนาดของอนุภาคที่ใหญ่ขึ้น ศักย์ของพลังงานจากแถบเวเลนซ์ที่สูงขึ้นตามไปด้วย อาจส่งผลให้ประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาต่ำ ควอนตัมดอทส่วนสุดท้ายคือ Bulk CdS QDs เป็นควอนตัมดอทที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นให้มีขนาดใหญ่ ไม่สามารถเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ได้และปราศจากการใช้ stabilizer ถูกนำมาศึกษาโดยคาดหวังว่าอิทธิพลของ stabilizer ที่ใช้ในควอนตัมดอทชนิดที่ 2-6 อาจมีผลต่อการยับยั้งการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันเนื่องจากค่าร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์และร้อยละของผลผลิตที่เกิดขึ้นนั้นค่อนข้างต่ำหากเทียบกับการเร่งปฏิกิริยาในบทความตีพิมพ์ของ S. Das แต่จากการทดลองการใช้ Bulk CdS QDs เป็นคะตะลิสต์ให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์และร้อยละของผลผลิตที่ต่ำที่สุด และมีค่าต่ำกว่าการทดลองที่ไม่ใช้คะตะลิสต์ ที่เป็นเช่นนี้อาจจะเนื่องมาจาก Bulk CdS QDs มีศักย์ของพลังงานจากแถบเวเลนซ์สูงมากกว่าควอนตัมดอทชนิดอื่น ๆ ทำให้ไม่สามารถถ่ายโอนพลังงานพลังงานเพื่อไปเร่งปฏิกิริยาได้ อีกทั้งยังอาจดูดกลืนแสงเกือบทั้งหมดไว้กับตัวอนุภาคเองจนไม่มีพลังงานใด ๆ นำไปใช้การเร่งปฏิกิริยาให้เปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ

เมื่อวิเคราะห์ร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ซึ่งถือว่ามีค่าค่อนข้างต่ำ แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์สารปฏิกิริยาแอมิเดชันนี้ยังมีประสิทธิภาพไม่ดีพอ อาจเนื่องมาจากหลายปัจจัย เช่น สารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ในปฏิกิริยานี้มีคุณภาพที่ด้อยกว่าสารตั้งต้นตามที่ S. Das ใช้, คุณภาพของแหล่งกำเนิดแสงที่ใช้ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแตกต่างกัน, สภาพวะในการทดลองต่าง ๆ ที่อาจจะยังไม่เหมาะสม รวมทั้งชนิดของ CdS QDs อาจจะไม่จำเพาะต่อการเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้มากเพียงพอที่จะให้ผลลัพธ์เป็นไปตามที่ผู้วิจัยคาดหวัง ทั้งนี้ผลิตภัณฑ์ส่วนอื่น ๆ ที่ไม่ใช่ผลิตภัณฑ์เป้าหมาย ผู้วิจัยคาดว่าอาจจะเป็นสารประกอบ disulfide หมายเลข 4 (รูปที่ 1.8) ซึ่งในขั้นตอนการสกัดแยกสารชนิดนี้จะถูกแยกขึ้นไปอยู่ยังชั้นน้ำ ดังนั้นเมื่อผู้วิจัยนำชั้นของ  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ไปตรวจสอบด้วยเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  จึงมีอาจพบสารที่เป็นสารประกอบ disulfide อยู่ใน  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมและการมี *p*-anisidine เหลืออยู่ในปริมาณมากก็อาจบอกเป็นนัยได้ว่าสารประกอบ disulfide ยังไม่ได้ประสาน (Coupling) เข้ากับ *p*-anisidine จนพร้อมที่จะเกิดสารผลิตภัณฑ์ อาจสามารถแก้ปัญหาได้ด้วย

การเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยา อาจทำให้สารประกอบ disulfide มีระยะเวลาในการประสานเข้ากับ *p*-anisidine ได้ดีขึ้นและให้ผลิตภัณฑ์ปริมาณที่มากขึ้น

จากทุก ๆ การทดลองของปฏิกิริยาเอมิเดชั่น เมื่อพิจารณาถึงร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ซึ่งจะมีค่ามากกว่าร้อยละของผลผลิตอยู่หลายเท่า แสดงว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นไม่ใช่ผลิตภัณฑ์เป้าหมาย แต่อาจเกิดผลิตภัณฑ์อื่นแทนเรียกว่าผลพลอยได้จากกระบวนการ (by product) โดยสารที่เป็นผลพลอยได้จากกระบวนการอาจมีหลากหลายชนิดและมีปริมาณที่น้อยมากจนไม่อาจตรวจพบได้จาก  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัม (รูปที่ 3.13) ซึ่งผู้วิจัยคาดว่าอาจจะเป็นอนุพันธ์ของอนิลีน (Aniline) ชนิดต่าง ๆ แต่อย่างไรก็ตามหากต้องการทราบโครงสร้างของผลพลอยได้จากกระบวนการชนิดต่าง ๆ เทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  อาจไม่เพียงพอต่อการศึกษา การนำเทคนิค LC-MS มาวิเคราะห์ร่วมด้วยอาจทำให้สามารถวิเคราะห์ผลของผลพลอยได้จากกระบวนการได้อย่างแม่นยำมากขึ้น

## บทที่ 4

### สรุปผลการทดลอง

การสังเคราะห์ CdS QDs ด้วยวิธีที่ 2 ในสภาวะความเป็นกรด-ด่างที่มีค่า pH 10 เมื่อวิเคราะห์คุณสมบัติเชิงแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนส์มีค่า FWHM ที่แคบกว่าการสังเคราะห์ CdS QDs ด้วยวิธีที่ 1 และ CdS QDs จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 2 มีเสถียรภาพที่ดีของการเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์เมื่อเวลาผ่านไป 14 วัน เมื่อการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุด้วยเทคนิค SEM-EDS พบว่ามีธาตุ Cd, S, O, N, C ซึ่งสามารถยืนยันได้ว่ามีทุกองค์ประกอบของ CdS QDs ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น เมื่อวัดขนาดอนุภาคแบบ hydrodynamic size ด้วยเทคนิค DLS พบว่า Blue CdS QDs มีขนาด 3.029 nm, Green CdS QDs มีขนาด 4.232 nm, Yellow CdS QDs มีขนาด 5.287 nm, Orange CdS QD มีขนาด 11.18 nm และ Red CdS QDs มีขนาด 8.015 nm จากนั้นนำ CdS QDs ทุกชนิดไปทดสอบเพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชัน จากผลการทดลองพบว่า Blue CdS QDs มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาแอมิเดชันมากที่สุด โดยร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์อยู่ที่ร้อยละ 37 ซึ่งมากกว่าการทดลองที่ปราศจากการใช้ CdS QDs เป็นคะตะลิสต์อยู่เกือบ 4 เท่ามากกว่า CdS QDs ชนิดที่ 3-6 อยู่ประมาณ 2 เท่า และมากกว่า Bulk CdS QDs อยู่กว่า 10 เท่า ในส่วนร้อยละของผลผลิตอยู่ที่ร้อยละ 4 ซึ่งมีค่ามากกว่าการทดลองที่ปราศจากการใช้ CdS QDs เป็นคะตะลิสต์และ CdS QDs ชนิดที่ 3-6 อยู่ประมาณ 2 เท่าโดยเฉลี่ย



## เอกสารอ้างอิง

- [1.] Jagan, N.; Carey, JS., Visible light photoredox catalysis: applications in organic synthesis. *Chemical Society Reviews* **2011**, *40* (1), 102-113
- [2.] Prier, CK.; Rankic, DA.; MacMillan, DWC., Visible Light Photoredox Catalysis with Transition Metal Complexes: Applications in Organic Synthesis. *Chemical Reviews* **2013**, *113* (7), 5322-5363.
- [3.] Samanta, S.; Das, S.; Biswas, P., Photocatalysis by 3,6-Disubstituted-s-Tetrazine: VisibleLight Driven Metal-Free Green Synthesis of 2-Substituted Benzimidazole and Benzothiazole. *The Journal of Organic Chemistry* **2013**, *78* (22), 11184-11193
- [4.] Das, S.; Ray, S.; Ghosh, AB.; Samanta, PK.; Samanta, S.; Adhikary, B.; Biswas, P., Visible light driven amide synthesis in water at room temperature from Thioacid and amine using CdS nanoparticles as heterogeneous Photocatalyst. *Applied Organometallic Chemistry* **2018**, *32* (3), e4199
- [5.] Wetchakul, N., โทเทเนียมไดออกไซด์กับการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการกำจัดสารประกอบอินทรีย์ในน้ำ. Retrived from. [https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/269\\_25-30.pdf](https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/269_25-30.pdf) (accessed 08.02.21).
- [6.] Carey, JS.; Laffan, D.; Thomson, C.; Williams, MT., Analysis of the reactions used for the preparation of drug candidate molecules. *Org Biomol Chem* **2006**, *4* (1), 2337-2347
- [7.] Yu, X.; Sun, D., Macrocyclic drugs and synthetic methodologies toward macrocycles. *Molecules* **2013**, *18* (1), 6230-6268
- [8.] Montalbetti, CAGN.; Falque, V., Amide bond formation and peptide coupling. *Tetrahedron* **2005**, *61*(1), 10827-10852
- [9.] Leggio, A.; Gioia, ML.; Perri, F.; Liguori, A., N-Nosyl- $\alpha$ -amino acids in the solution phase peptide synthesis. *Tetrahedron* **2005**, *63* (1), 8164-8173
- [10.] Dunetz, JR.; Magano, J.; Weisenburger, GA.; Large-scale applications of amide coupling reagents for the synthesis of pharmaceuticals. *Org Process Res Dev* **2016**, *20* (1), 140-177
- [11.] Montalbetti, CAGN.; Falque, V., Amide bond formation and peptide coupling. *Tetrahedron* **2005**, *61* (46), 10827-10852

[12.] El-Faham, A.; Albericio, F., Peptide coupling reagents more than a letter soup. *Chem Rev* **2011**, *111* (1), 6557–6602

[13.] Allen, CL.; Chhatwal, AR.; Williams, JMJ., Direct amide formation from unactivated carboxylic acids and amines. *Chem Commun* **2012**, *48* (1), 666–668

[14.] Wilson, JD.; Weingarten, H., Titanium tetrachloride promoted conversion of carboxylic acids to carboxamides. *Can J Chem* **1970**, *48* (1), 983–986

[15.] Powers, KW.; Brown, SC.; Krishna, VB.; et al., Research Strategies for Safety Evaluation of Nanomaterials. Part VI. Characterization of Nanoscale Particles for Toxicological Evaluation. *ToxicolSci* **2006**, *90* (2), 296-303.

[16.] ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ., Atomic Force Microscope. Retrived from. [http://www.nanotec.or.th/th/?page\\_id=545](http://www.nanotec.or.th/th/?page_id=545) (acessed 04.03.21)

[17.] Ministry of Science and Technology, Thailand., เครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอน. Retrived from. <http://www.most.go.th/main/index.php/flagship/120-slri/1532-slri.html> (acessed 04.03.21)

[18.] EUROPA., Nanotechnologies. Retrived from. <http://ec.europa.eu/health/opinions2/en/nanotechnologies/index.html> (acessed 04.03.21)

[19.] Nano.gov National Nanotechnology Initiative., What is naontechnology? Retrived from. <http://www.nano.gov> (acessed 04.03.21)

[20.] อุตสาหกรรมนาโนเทคโนโลยี., บทที่ 1 แนวปฏิบัติสำหรับการควบคุมและผลิตภัณฑ์นาโนที่มีคุณภาพ Retrived from [http://www.nanotec.or.th/th/wp-content/uploads/2013/12/4\\_1.pdf](http://www.nanotec.or.th/th/wp-content/uploads/2013/12/4_1.pdf) (acessed 07.03.21)

[21.] Oberdorster, G.; Maynard, A.; Donaldson, K.; et al., Principles for characterizing the potential human health effects from exposure to nanomaterials: elements of a screening strategy. *Part FibreToxicol* **2005**, *2* (8), 1-35

[22.] Dhrysa, C.; Sadhasivam S., Therapeutic efficacy of nanoparticles and routes of administration. *Biomaterials Research* **2019**, *23* (20), 1-29

[23.] Heesun, Y., Quantum Dot Physics: A Guide to Understanding QD Displays. *Public Information Display* **2012**, *1* (1), 1-8

[24.] Senasu, T.; Nanan, S., Photocatalytic performance of CdS nanomaterials for photodegradation of organic azo dyes under artificial visible light and natural solar light irradiation. *Mater Electron* **2017**, *28*, 17421–17441

[25.] Rihe, L.; Leslie E., Orgel Oxidative acylation using thioacids. *Nature* **1997**, *389*, 52–54

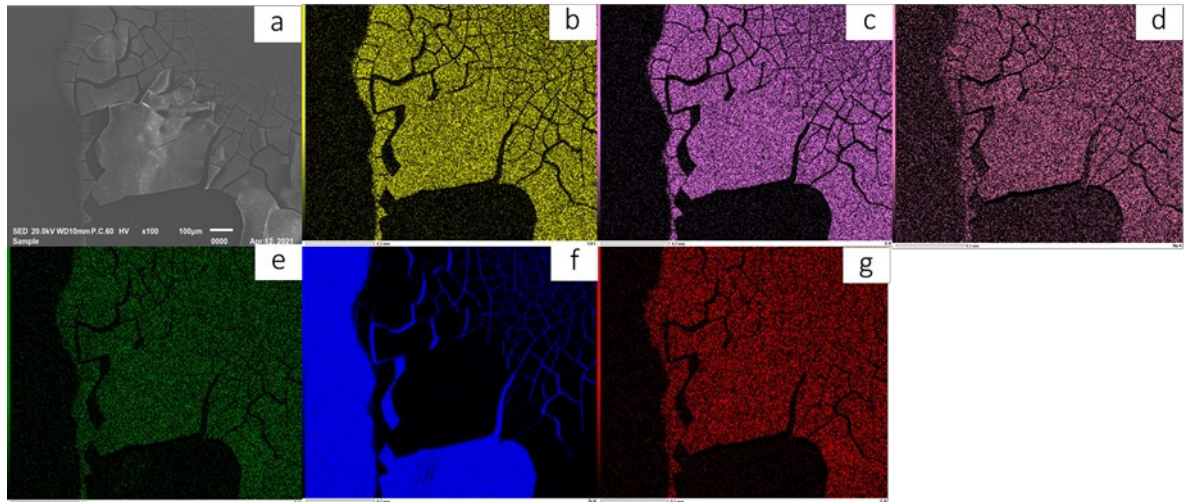
[26.] Das, S.; Ray, S.; Ghosh, AB.; Samanta, PK.; Samanta, S.; Adhikary, B.; Biswas, P., Visible light driven amide synthesis in water at room temperature from Thioacid and amine using CdS nanoparticles as heterogeneous Photocatalyst. *Applied Organometallic Chemistry* **2018**, *32* (3), e4199.

[27.] Shen, Q.; LIU, Y.; YU, X.; LIU, XY.; ZOU, MQ.; LI, JF.; ZHOU, JG., Formation of II-VI Semiconductormanocrystals with tunable visible emission in queous solution promoted by hydrazine. *NANO* **2012**, *7* (6), 1250046.1-11

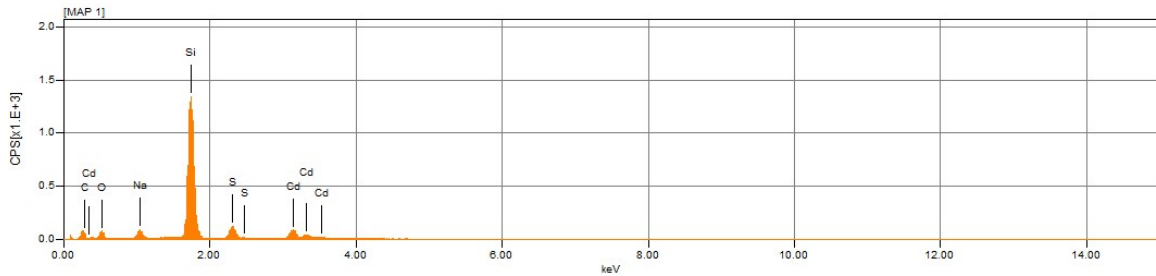
[28.] Won, YH.; Cho, O.; Kim, T.; Chung, DY.; Kim T.; Chung, H.; Jang, H.; Lee J.; Kim, D.; Jang, H., Highly efficient and stable InP/ZnSe/ZnS quantum dot light-emitting diodes. *Nature* **2019**, *575* (7784), 634-638

## ภาคผนวก

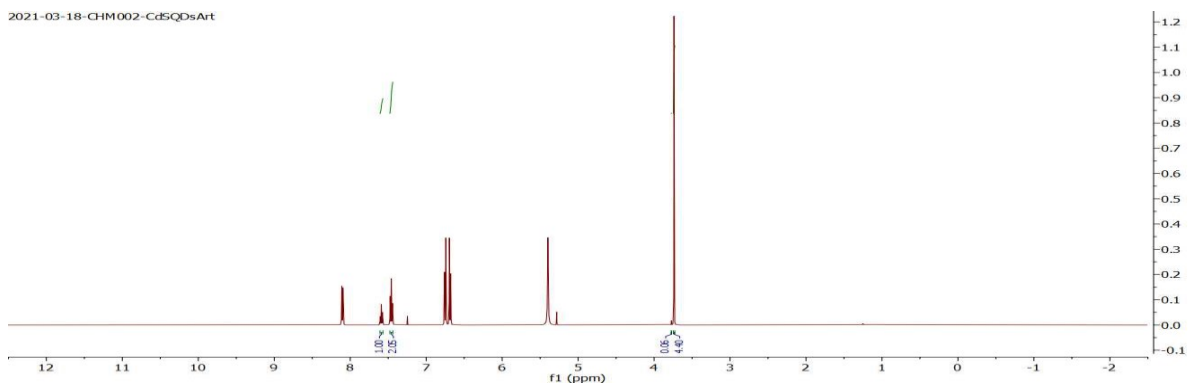
## 1. ข้อมูลเพิ่มเติมของ Green CdS QDs



รูปที่ S1 แสดงการสแกนตำแหน่งการกระจายตัวของอะตอมต่าง ๆ ของ Green CdS QDs ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมต SEM-EDS (22kv, 100X) ภาพแสดงลักษณะพื้นผิวภายนอกของ CdS QDs ที่กำลังกำลังขยาย 100X (a.), การกระจายตัวของธาตุแคดเมียม Cd (b.), การกระจายตัวของธาตุซัลเฟอร์ S (c.), การกระจายตัวของธาตุโซเดียม Na (d.), การกระจายตัวของธาตุออกซิเจน O (e.), การกระจายตัวของธาตุไนโตรเจน Si (f.), การกระจายตัวของธาตุซิลิกอน C (g.)

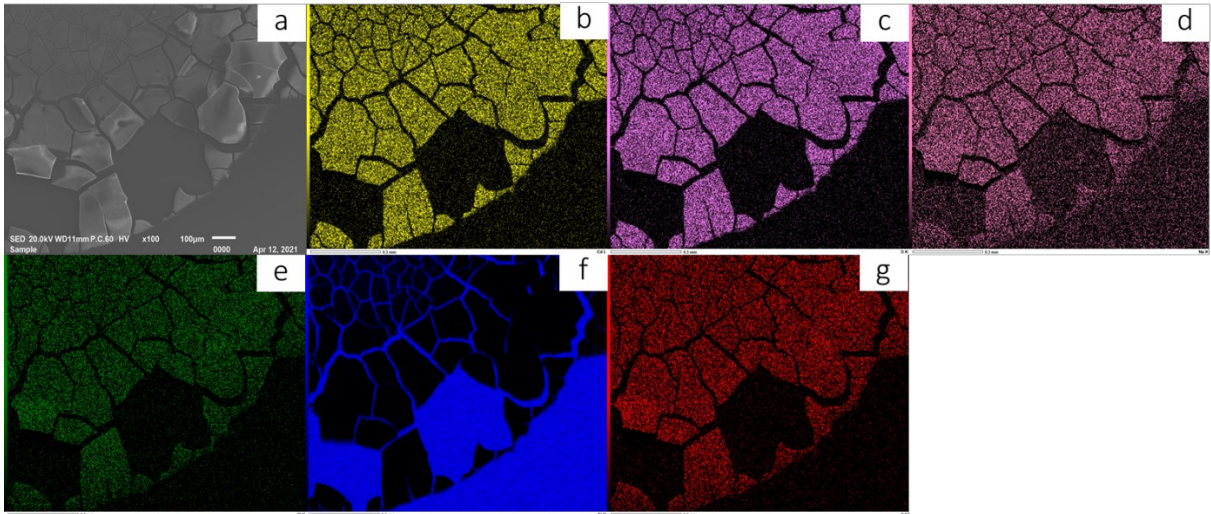


รูปที่ S2 สเปกตรัมแสดงปริมาณธาตุต่าง ๆ ของ Green CdS QDs ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมต SEM-EDS (22kv, 100X)

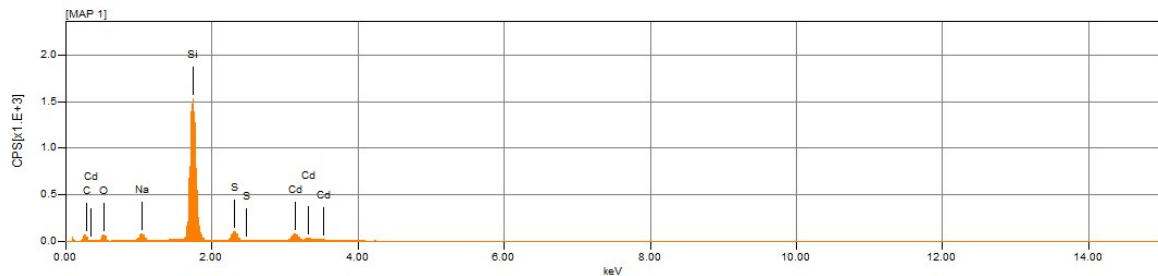


รูปที่ S3 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ Green CdS QDs เป็นคะตะลิสต์

## 2. ข้อมูลเพิ่มเติมของ Yellow CdS QDs

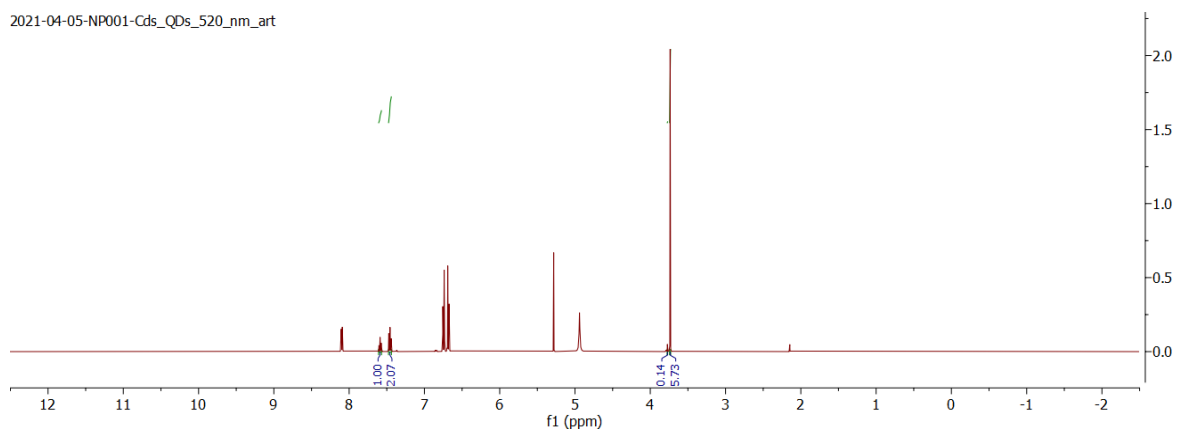


รูปที่ S4 แสดงการสแกนตำแหน่งการกระจายตัวของอะตอมต่าง ๆ ของ Yellow CdS QDs ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมด SEM-EDS (22kv, 100X) ภาพแสดงลักษณะพื้นผิวภายนอกของ CdS QDs ที่กำลังกำลังขยาย 100X (a), การกระจายตัวของธาตุแคดเมียม Cd (b.), การกระจายตัวของธาตุซัลเฟอร์ S (c.), การกระจายตัวของธาตุโซเดียม Na (d.), การกระจายตัวของธาตุออกซิเจน O (e.), การกระจายตัวของธาตุไนโตรเจน Si (f.), การกระจายตัวของธาตุซิลิกอน C (g.)



รูปที่ S5 สเปกตรัมแสดงปริมาณธาตุต่าง ๆ ของ Yellow CdS QDs ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมด SEM-EDS (22kv, 100X)

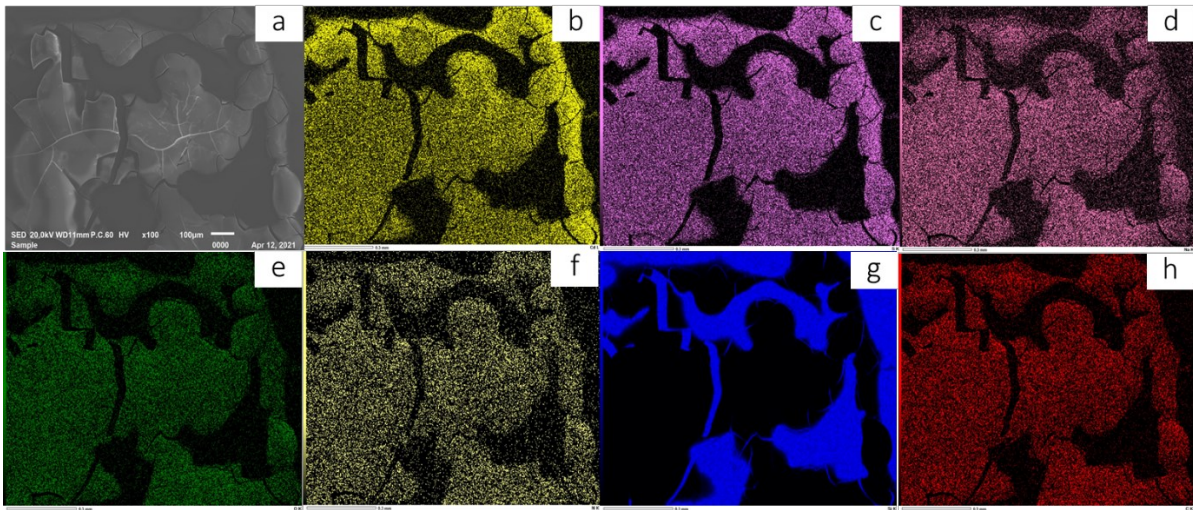
2021-04-05-NP001-Cds\_QDs\_520\_nm\_art



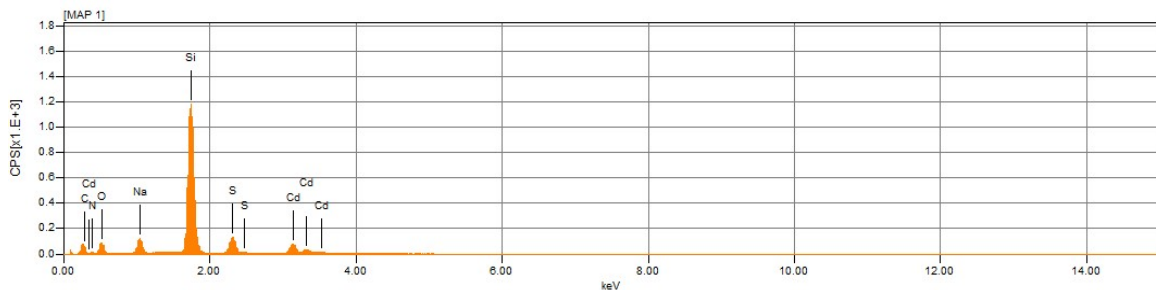
รูปที่ S6 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ Yellow CdS QDs เป็นคะตะลิสต์



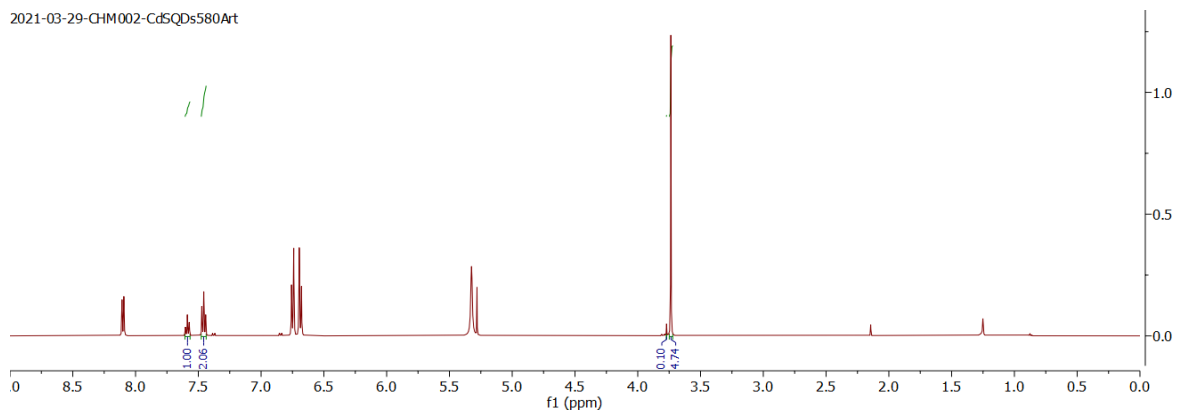
### 3. ข้อมูลเพิ่มเติมของ Orange CdS QDs



รูปที่ S7 แสดงการสแกนตำแหน่งการกระจายตัวของอะตอมต่าง ๆ ของ Orange CdS QDs ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมด SEM-EDS (22kv, 100X) ภาพแสดงลักษณะพื้นผิวภายนอกของ CdS QDs ที่กำลังกำลังขยาย 100X (a.), การกระจายตัวของธาตุแคดเมียม Cd (b.), การกระจายตัวของธาตุซัลเฟอร์ S (c.), การกระจายตัวของธาตุโซเดียม Na (d.), การกระจายตัวของธาตุออกซิเจน O (e.), การกระจายตัวของธาตุนโตรเจน N (f.), การกระจายตัวของธาตุซิลิกอน Si (g.), การกระจายตัวของธาตุคาร์บอน C (h.)

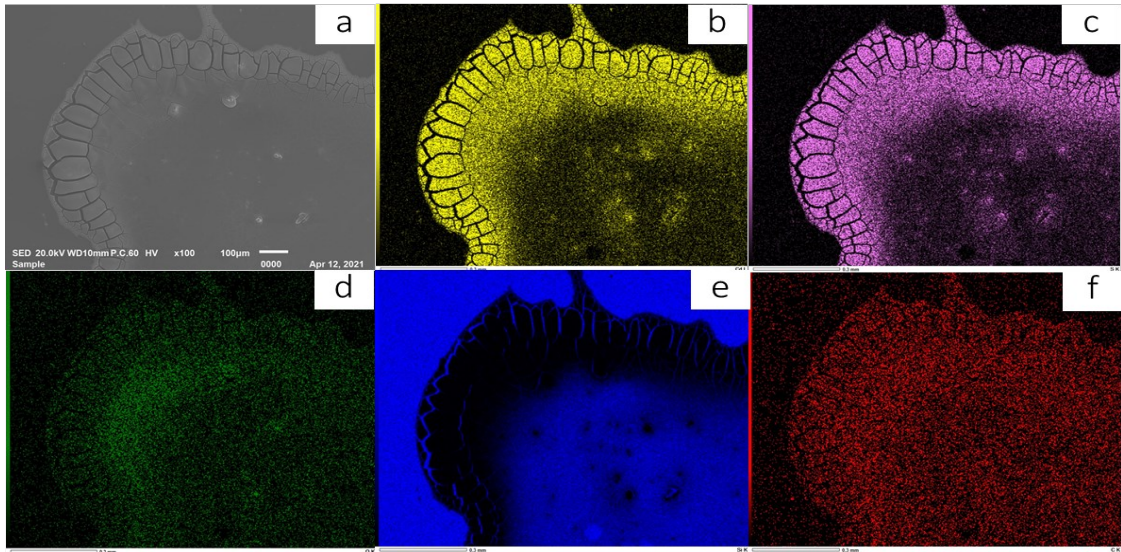


รูปที่ S8 สเปกตรัมแสดงปริมาณธาตุต่าง ๆ ของ Orange CdS QDs ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมด SEM-EDS (22kv, 100X)

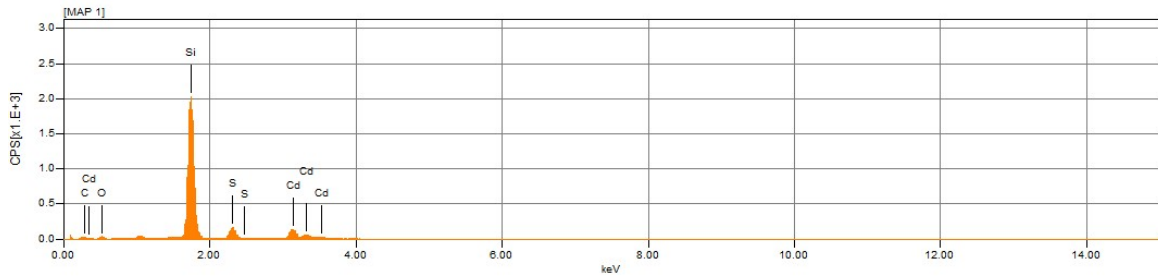


รูปที่ S9 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ Orange CdS QDs เป็นคะตะลิสต์

#### 4. ข้อมูลเพิ่มเติมของ Red CdS QDs

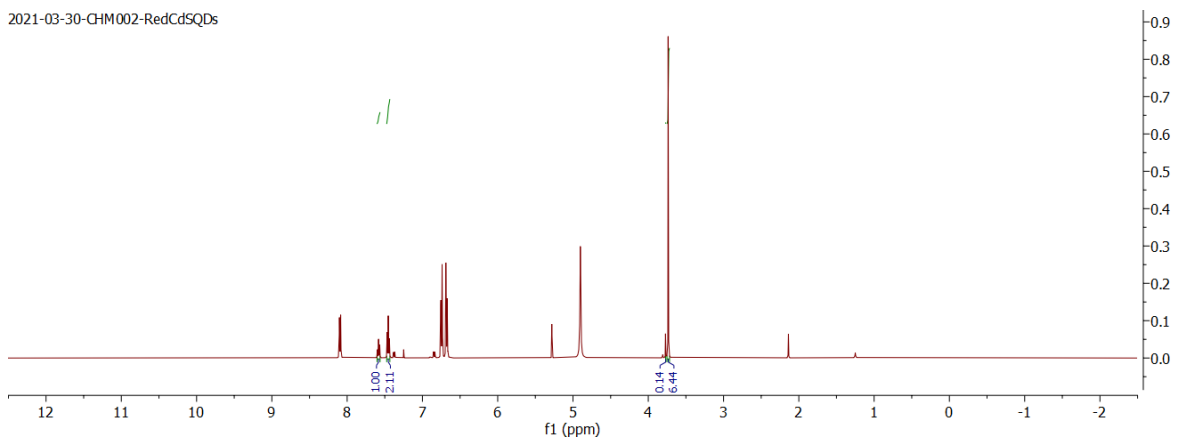


รูปที่ S10 แสดงการสแกนตำแหน่งการกระจายตัวของอะตอมต่าง ๆ ของ Red CdS QDs ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมด SEM-EDS (22kv, 100X) ภาพแสดงลักษณะพื้นผิวภายนอกของ CdS QDs ที่กำลังกำลังขยาย 100X (a), การกระจายตัวของธาตุแคดเมียม Cd (b.), การกระจายตัวของธาตุซัลเฟอร์ S (c.), การกระจายตัวของธาตุออกซิเจน O (d.), การกระจายตัวของธาตุซิลิกอน Si (e.), การกระจายตัวของธาตุคาร์บอน C (f.)



รูปที่ S11 สเปกตรัมแสดงปริมาณธาตุต่าง ๆ ของ Red CdS QDs ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนโหมด SEM-EDS (22kv, 100X)

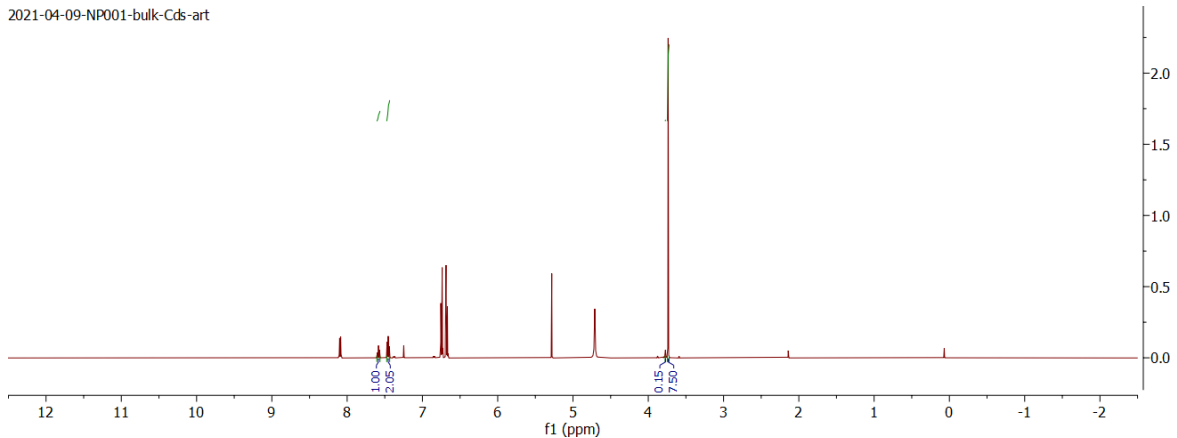
2021-03-30-CHM002-RedCdSQDs



รูปที่ S12 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาเอมิเคชั่นโดยใช้ Orange CdS QDs เป็นคะตะลิสต์

## 5. ข้อมูลเพิ่มเติมของ Bulk CdS QDs

2021-04-09-NP001-bulk-Cds-art



รูปที่ S13 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ Orange CdS QDs เป็นคะตะลิสต์

## 6. ตัวอย่างการคำนวณ %Yield

ข้อมูลจากรูปที่ 3.13 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาแอมิเดชันโดยใช้ Blue CdS QDs เป็นคะตะลิสต์

- Benzoic acid ปริมาณ 13.75 mg =  $\frac{13.75 \text{ mg}}{122.12 \text{ g/mol}} = 0.1126 \text{ mmol}$   
 ดังนั้น Benzoic acid 0.1126 mmol มีพื้นที่ใต้พีคสัดส่วนเป็น 1.00 (normalized)
- พื้นที่ใต้พีคของ N-(4-methoxyphenyl)acetamide (ผลิตภัณฑ์) สัดส่วนเป็น 0.12  
 แต่ที่ตำแหน่ง  $\alpha$  (~3.79 ppm) มี 3H และถูกเจือจาง 2 เท่าก่อนนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$   
 พื้นที่ใต้พีคของผลิตภัณฑ์จึงมีสัดส่วนเป็น  $0.12 \div 3 \times 2 = 0.087 \times 0.1126 \text{ mmol (ref)}$   
 ดังนั้นเมื่อใช้ Benzoic acid เป็นสารมาตรฐานมาเทียบจะได้ผลิตภัณฑ์ปริมาณ = 0.0090 mmol
- พื้นที่ใต้พีคของ *p*-anisidine (สารตั้งต้นกำหนดปริมาณ) สัดส่วนเป็น 3.35  
 แต่ที่ตำแหน่ง 1 (~3.73 ppm) มี 3H และถูกเจือจาง 2 เท่าก่อนนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$   
 ดังนั้นพื้นที่ใต้พีคของ *p*-anisidine มีสัดส่วนเป็น  $3.35 \div 3 \times 2 = 2.23 \times 0.1126 \text{ mmol (ref)}$   
 ดังนั้นเมื่อใช้ Benzoic acid เป็นสารมาตรฐานมาเทียบจะได้ *p*-anisidine ปริมาณ = 0.25 mmol

$$\text{ผลผลิตร้อยละ} = \frac{\text{ผลผลิตจริง}}{\text{ผลผลิตตามทฤษฎี}} \times 100\%$$

$$\text{ผลผลิตร้อยละ (\%Yield)} = \frac{0.0090 \text{ mmol product}}{0.25 \text{ mmol } p\text{-anisidine}} \times 100 = 3.5$$

ดังนั้น ผลผลิตร้อยละ (%Yield) ของการใช้ Blue CdS QDs เป็นคะตะลิสต์ประมาณเท่ากับ 4



## 7. ตัวอย่างการคำนวณ %Conversion

ข้อมูลจากรูปที่ 3.13 แสดง  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของปฏิกิริยาเอมิเดชันโดยใช้ Blue CdS QDs เป็นคะตะลิสต์

- Benzoic acid ปริมาณ  $13.75 \text{ mg} = \frac{13.75 \text{ mg}}{122.12 \text{ g/mol}} = 0.1126 \text{ mmol}$   
 ดังนั้น Benzoic acid  $0.1126 \text{ mmol}$  มีพื้นที่ใต้พีคสัดส่วนเป็น 1.00 (normalized)
- ปริมาณ *p*-anisidine ทั้งหมดที่ใช้  $0.4 \text{ mmol}$
- พื้นที่ใต้พีคของ *p*-anisidine (สารตั้งต้นกำหนดปริมาณ) สัดส่วนเป็น 3.35  
 แต่ที่ตำแหน่ง 1 ( $\sim 3.73 \text{ ppm}$ ) มี 3H และถูกเจือจาง 2 เท่าก่อนนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$   
 ดังนั้นพื้นที่ใต้พีคของ *p*-anisidine มีสัดส่วนเป็น  $3.35 \div 3 \times 2 = 2.23 \times 0.1126 \text{ mmol (ref)}$   
 ดังนั้นเมื่อใช้ Benzoic acid เป็นสารมาตรฐานมาเทียบจะได้ *p*-anisidine ปริมาณ =  $0.25 \text{ mmol}$

$$\text{ร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ (\%Conversion)} = \frac{\text{mol ของ } p\text{-anisidine ที่เปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์}}{\text{mol ของ } p\text{-anisidine ที่ใช้}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ (\%Conversion)} = \frac{0.40 - 0.25 \text{ mmol}}{0.40 \text{ mmol}} \times 100 = 37$$

ดังนั้นร้อยละการเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ (%Conversion) เมื่อใช้ Blue CdS QDs เป็นคะตะลิสต์เท่ากับ 37

## ประวัติผู้วิจัย

นายสิริวิชัย ติดมา เกิดเมื่อวันที่ 10 เดือน กันยายน พ.ศ. 2541 ที่จังหวัด ศรีสะเกษ สำเร็จการศึกษา  
ชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนศรีสะเกษวิทยาลัย จังหวัดศรีสะเกษ เมื่อปีการศึกษา 2559 เข้าศึกษาต่อ  
ในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปี  
การศึกษา 2560 ได้รับทุนพัฒนาส่งเสริมผู้มีความสามารถพิเศษทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (ทุน พสวท.)  
เมื่อพ.ศ. 2560 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 11/1 หมู่ 1 ตำบลมศักดิ์ อำเภอยุขันธ์ จังหวัดศรีสะเกษ  
รหัสไปรษณีย์ 33140 อีเมล Arttiesirawit@hotmail.com