สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

นางสาวขันธรัตน์ หิรัญชนะโชค
นายจตุพร ธีระกุล

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา2541

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 33498
วัน, เดือน, ปี 13 ส.ค. 2542

Organic Synthesis Using Zeolite Catalyst

Miss Khantharat Hirunchanachoke
Mr. Jatuporn Theerakul

A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the
Requirement for the Degree of Bachelor of Science
Department of Chemistry
Faculty of Science
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
1998

หัวข้อโครงงานพิเศษ การสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

โดย นางสาวขันธรัตน์ หิรัญชนะโชค

นายจตุพร ธีระกุล

ภาควิชา เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร. ตะวัน สุขน้อย

รศ.ดร. อภิชาต สุขสำราญ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังอนุมัติให้นับโครงงานพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต

_____ หัวหน้าภาค

(ผศ. นงนุช เภตรานุวัฒน์)

คณะกรรมการโครงงานพิเศษ

_____ ประธานกรรมการ

(ผศ. ดร. ธีรวัฒน์ มงคลอัศวรัตน์)

_____ กรรมการ

(ดร. พัชนี เจริญยิ่ง)

_____ กรรมการ

(ดร. ตะวัน สุขน้อย)

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อปัญหาพิเศษภาษาไทย	ก
บทคัดย่อปัญหาพิเศษภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญรูป	ง
สารบัญตาราง	จ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 หัวข้อโครงงานพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
1.3 ขอบเขตการศึกษา	1
1.4 ที่มาและความสำคัญของโครงงานพิเศษ	1
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 Ecdysteroid	3
2.2 ปฏิกิริยา การกำจัดน้ำของสเตียรอยด์(20-Hydroxyecdysone)	4
2.3 ชนิดของซีโอไลต์ซึ่งนำมาทำการศึกษา	6
2.4 ความเป็นมาของซีโอไลต์	6
2.5 โครงสร้างของซีโอไลต์	7
2.6 ช่องว่างภายในโครงสร้างของซีโอไลต์	7
2.7 สมบัติของซีโอไลต์	8
2.8 ประโยชน์และการประยุกต์ใช้งานของซีโอไลต์	8
2.9 การใช้ซีโอไลต์สำหรับการแลกเปลี่ยนไอออน	9
2.10 การดูดซับ	9
2.11 การเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	9
2.12 การสังเคราะห์ซีโอไลต์	10
2.13 การตรวจสอบซีโอไลต์	11

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 การทดลอง	12
3.1 แผนงานการศึกษา	12
3.2 แผนการดำเนินงาน	12
3.3 สารเคมี	13
3.4 อุปกรณ์	14
3.5 วิธีทดลอง	15
บทที่ 4 ผลการทดลอง	
4.1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์	22
4.1.1 ผลการตรวจสอบรูปร่างผลึกของซีโอไลต์	22
4.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของซีโอไลต์	23
4.3 ผลการตรวจสอบปริมาณความเป็นกรด	25
4.4 ผลการตรวจสอบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์	27
4.5 ผลการตรวจสอบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ โดยนำไปใช้ในปฏิกิริยาการขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล	30
4.6 ผลการตรวจสอบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์โดย นำไปใช้ในปฏิกิริยาการขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล	32
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	39
ภาคผนวก	42
เอกสารอ้างอิง	43

หัวข้อโครงงานพิเศษ การสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
นักศึกษา นางสาวขันธรัตน์ หิรัญชนะโชค รหัส 38054207
นายจตุพร ธีระกุล รหัส 38054208
อาจารย์ผู้ควบคุมโครงงานพิเศษ ดร.ตะวัน สุขน้อย
รศ.ดร.อภิชาต สุขสำราญ
ระดับการศึกษา วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม
ภาควิชา เคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2541

บทคัดย่อ

โครงงานวิจัยนี้เป็นการนำซีโอไลต์ ชนิด ZSM-5 มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาการขจัดน้ำ เพื่อสังเคราะห์สารอินทรีย์ที่มีความเฉพาะเจาะจง โดยจะสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 แล้วนำไปตรวจสอบโครงสร้างความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และศึกษารูปร่างพื้นผิวของซีโอไลต์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบสองกราด และองค์ประกอบด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์-ฟลูออเรสเซนส์สเปคโทสโคปี จากนั้นจะปรับปรุงสมบัติของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ให้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรดโดยเทคนิคการแลกเปลี่ยนไอออนด้วยแอมโมเนียมไนเตรตและนำไปเผาโดยใช้ความร้อนอุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส และนำซีโอไลต์ไปตรวจสอบปริมาณความเป็นกรดซึ่งสามารถตรวจสอบได้ด้วยเทคนิคโพเทนซิโอเมทริกไทเทรชัน แล้วจึงนำซีโอไลต์ที่เป็นกรดนี้ไปทดสอบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล และสเตียรอยด์เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความเฉพาะเจาะจง ปฏิกิริยาการขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอลนั้นเกิดขึ้นโดยใช้อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นเพียง 1 ชนิดคือ ไซโคลเฮกซีน ซึ่งสามารถตรวจสอบได้โดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography) ส่วนปฏิกิริยาการขจัดน้ำของ 20-hydroxyecdysone โดยใช้ไดเมทิลฟอมาไมด์เป็นตัวทำละลายและ ซีโอไลต์เอเป็นตัวดึงน้ำออกจากปฏิกิริยา ทำที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส และปั่นกวนตลอดเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ตรวจสอบและแยกด้วยเทคนิคทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี และคอลัมน์โครมาโทกราฟี

Special project title	Organic Synthesis Using Zeolite Catalyst
Name	Miss Khantarat Hiranchanochoke
	Mr. Jatuporn Theerakul
Special project Advisor	Dr. Tawan Sooknoi
	Dr. Apichart Suksamrarn
Department	Chemistry ,King Mongkut's Institute of Technolygy Ladkkrabang
Academic Year	1998

Abstract

The zeolites ZSM-5 with Si/Al 38 was synthesised and characterized by X-ray Powder Diffraction X-ray Fluorescence and Scanning Electron Microscope. The zeolites ZSM-5 was modified to H-ZSM-5 by ion-exchange with ammonium nitrate and subsequently calcination at 450°C. The zeolites H-ZSM-5 can be characterized by Potentiometric titration. Zeolites H-ZSM-5 was then used as catalyst in dehydration of cyclohexanol and 20-Hydroxyecdysone.

The dehydration of cyclohexanol was carried out at 135°C using zeolites H-ZSM-5 as catalyst. Cyclohexanol was dissolved in m-xylene and the reaction was allowed to stir for 8 hours. The products were analysed by gas chromatography. The dehydration of 20-Hydroxyecdysone was performed using similar procedures. 20-Hydroxyecdysone was dissolved in dimethylformamide and the reaction mixture was stirred for 24 hours. Products of the reaction were purified by column chromatography. The pure products was then analysed using thin layer chromatography.

กิตติกรรมประกาศ

โครงงานพิเศษนี้ประสบความสำเร็จไปไม่ได้ถ้าไม่ได้รับความช่วยเหลือและคำแนะนำจากผู้เกี่ยวข้องหลายท่านซึ่งต้องขอขอบคุณเป็นอย่างมาก

ขอขอบคุณพี่นักศึกษาปริญญาโทมหาวิทยาลัยรามคำแหง ที่กรุณาสละเวลามาให้คำแนะนำและช่วยเหลือในการทำคอลัมน์โครมาโทกราฟี

ขอขอบคุณพี่กนกพร สุพงษ์และเจ้าหน้าที่วิทยาศาสตร์ทุกท่าน ที่กรุณาอำนวยความสะดวกในการจัดหาอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในโครงงานพิเศษนี้

ขอขอบคุณ ท่านคณะกรรมการทุกท่านที่ได้กรุณาตรวจทานรายงานและให้คำแนะนำในการทำโครงงานพิเศษ

ขอขอบคุณ ดร.ตะวัน สุขน้อย และ รศ.ดร.อภิชาต สุขสำราญ ในความกรุณาช่วยเหลือและแนะนำในการทำโครงงานพิเศษนี้ด้วยดีตลอดมา

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล 18

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 1-1 โครงสร้างของ 20-Hydroxyecdysone 2

รูปที่ 2-1 โครงสร้างของ Ecdysteroid 3

รูปที่ 2-2 โครงสร้างของ Ecdysteroid related 4

รูปที่ 2-3 โครงสร้างของ 20-Hydroxyecdysone 4

รูปที่ 2-4 ลักษณะโครงสร้างของซีโอไลต์ ZSM-5 6

รูปที่ 4-1 Scanning electron micrograph ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ 22

รูปที่ 4-2 Scanning electron micrograph ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้และเผาเพื่อให้สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์สลายตัว 22

รูปที่ 4-3 X-ray Diffraction pattern ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ 23

รูปที่ 4-4 X-ray Diffraction pattern ของ Tetrapropylammonium ZSM-5 มาตรฐาน 23

รูปที่ 4-5 X-ray Diffraction pattern ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้และเผาเพื่อให้สารประกอบอินทรีย์สลายตัว 24

รูปที่ 4-6 X-ray Diffraction pattern ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้และเผาเพื่อให้สารประกอบอินทรีย์สลายตัวมาตรฐาน 24

รูปที่ 4-7 กราฟการไทเทรตระหว่างสารละลายมาตรฐานโซเดียมเตตระบอเรตกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 27

รูปที่ 4-8 กราฟการไทเทรตระหว่างสารละลายกรดไฮโดรคลอริกกับสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 28

รูปที่ 4-9 การหาปริมาณความเป็นกรดของ ZSM-5 29

รูปที่ 4-10 การหาเปอร์เซ็นต์ conversion ของปฏิกิริยาการกำจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล 30

รูปที่ 5-1 โครงสร้างของ 25,26-Didehydropanasterone A 40

บทที่ 1
บทนำ

1.1 หัวข้อโครงงานพิเศษ

การสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Organic Synthesis Using Zeolite Catalyst)

1.2 วัตถุประสงค์

1.เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ (Zeolite catalyst) ชนิด ZSM-5

2.เพื่อศึกษาและปรับปรุงซีโอไลต์ให้มีคุณสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรด

3.เพื่อนำซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ไปเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำ (Dehydration) ของ สเตียรอยด์

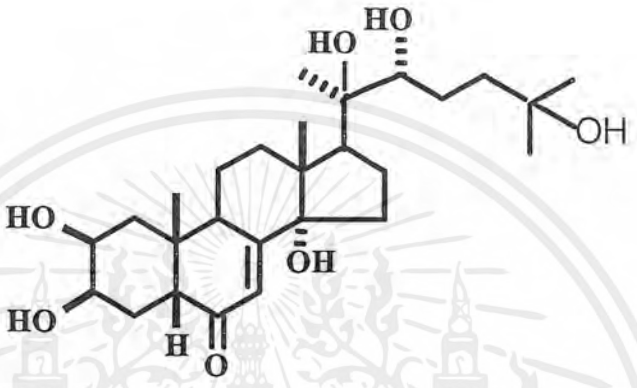
1.3 ขอบเขตการศึกษา

โครงงานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์ ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 แล้วปรับปรุงสมบัติให้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรดเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล (cyclohexanol) และ สเตียรอยด์ (Steroid) โดยข้อมูลได้จากการทดลองจะเป็นความรู้ พื้นฐานที่สำคัญเพื่อปรับปรุงการสังเคราะห์สเตียรอยด์ให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความเฉพาะเจาะจง (Regioselective)

1.4 ที่มาและความสำคัญของโครงงานพิเศษ

สเตียรอยด์ เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่พบได้ในธรรมชาติ มีมากมายกว่า 100 ชนิด มีทั้งในพืชและสัตว์ เอคไดสเตียรอยด์ (Ecdysteroid) เป็นสเตียรอยด์ประเภทหนึ่งที่ได้รับความสนใจในการศึกษาค้นคว้าอย่างมาก เนื่องจากมีฤทธิ์ทางชีวภาพเป็นฮอร์โมนของแมลง และมีผู้สนใจนำมาศึกษาเพื่อหาทางใช้เป็นสารควบคุมแมลงซึ่งไม่เป็นพิษต่อคนและสิ่งแวดล้อม ในธรรมชาติต้นไม้ ทุกชนิดสามารถสังเคราะห์สารประเภทนี้ได้เอง และเมื่อแมลงกินใบหรือส่วนต่างๆ ของพืชเข้าไปจะทำให้แมลงมีระดับของฮอร์โมนมากเกินไป เป็นสาเหตุให้เกิดความผิดปกติในแมลง

เอคไดสเตียรอยด์ (Ecdysteroid) มีมากมายหลายชนิด โดยชนิดที่พบในพืชมากที่สุดคือ 20-Hydroxyecdysteroid (20-ECD) ซึ่งมีโครงสร้างดังรูป



รูปที่ 1-1 โครงสร้างของ 20-Hydroxyecdysone (20-ECD)[1]

จึงมีการนำ 20-ECD มาเป็นสารตั้งต้น เพื่อใช้สังเคราะห์อนุพันธ์ตัวอื่น ๆ ต่อไป แต่ในการสังเคราะห์บางครั้งอาจมีผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการเกิดขึ้น เช่น การสังเคราะห์ 25,26-Didehydroponasterone A โดยผ่านปฏิกิริยาการขจัดน้ำของ 20-ECD (อธิบายในหัวข้อปฏิกิริยาการขจัดน้ำของ 20-ECD) จะได้ Stachysterone C เป็นผลิตภัณฑ์ร่วมเกิดขึ้นด้วย ซึ่งจะทำให้เกิดปัญหาในการแยกผลิตภัณฑ์ออกจากกันเพราะอนุพันธ์ของ 20-ECD ทั้งสองชนิดนี้มีสมบัติใกล้เคียงกันมาก อีกทั้งขั้นตอนในการสังเคราะห์มีความยุ่งยากเนื่องจาก 20-ECD มีหมู่ไฮดรอกซิลที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้หลายหมู่ โดยแต่ละหมู่จะมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาไม่เท่ากัน ดังนั้นจึงต้องมีการป้องกันหมู่ไฮดรอกซิลที่ตำแหน่งอื่นไม่ให้เกิดปฏิกิริยา ซึ่งจะทำให้การสังเคราะห์มีขั้นตอนที่ยุ่งยากและทำให้สิ้นเปลืองมากขึ้น

ดังนั้นโครงงานพิเศษนี้จึงเป็นแก้ปัญหาดังกล่าวโดยการนำเอาตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์มาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำของ 20-ECD เพื่อลดขั้นตอนในการสังเคราะห์และให้ได้ผลิตภัณฑ์เพียงชนิดเดียว

บทที่ 2
ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

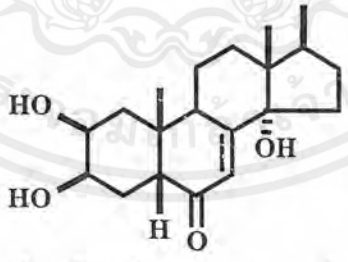
2.1 เอคไดสเตียรอยด์ (Ecdysteroid)[1]

การค้นพบเอคไดสเตียรอยด์ในพืชครั้งแรกในปี 1966 นำไปสู่การค้นพบเอคไดสเตียรอยด์ต่างๆอีกกว่า 100 ชนิด ซึ่งบางชนิดจัดอยู่ในพวกฮอร์โมนของแมลง พืชจำนวนมากมี ecdysteroid เป็นส่วนประกอบหลัก และเอคไดสเตียรอยด์ที่พบมากที่สุดคือ 20-hydroxyecdysone ซึ่งเป็นฮอร์โมนลอกคราบของแมลง และเมื่อแมลงได้รับ 20-hydroxyecdysone มากเกินไป จะส่งผลให้เกิดความผิดปกติของแมลง จึงเป็นการควบคุมจำนวนของแมลงตามธรรมชาติ

ecdysteroid สามารถพบได้ในพืชพวก *embryphytes* เช่น เฟิร์นและไม้ดอกทั่วไปแต่จะไม่พบในพวก *thallophytes* ส่วนสารประกอบ ecdysone สามารถแยกได้จากสาหร่ายสีแดง *Laurencia pinnata* และเห็ด

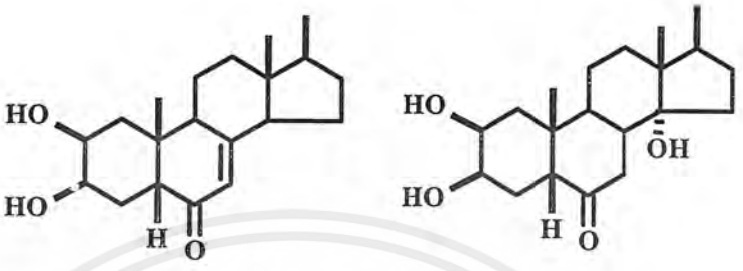
ecdysteroid ที่พบในพืชอาจมีทั้ง C-27,C-28, หรือ C-29 อาจอยู่ในรูปอิสระหรืออยู่ในรูปแบบ polar conjugates หรืออาจจะเป็น C-21,C-24,C-19 ซึ่งเกิดจากการแตกโซ่กิ่ง พืชสปีชีส์เดี่ยวมักจะมีสารประกอบ ecdysteroid หลายชนิดผสมกันอยู่ โดยมีส่วนประกอบหลักเป็น 20-ECD

ecdysteroid คือสารประกอบที่มีนิวเคลียสของ steroid เชื่อมกันด้วย cis-fused วงแหวน A/B มี chromophore และ 14 α-OH ดังรูป



รูปที่ 2-1 โครงสร้างของ Ecdysteroid [1]

ส่วนสารประกอบ ecdysteroid-related ซึ่งจะมีส่วนประกอบไม่ครบ ซึ่งจะขาด14 α-OH หรือ 7-ene หรือมีการเติมที่พันธะคู่ที่ตำแหน่ง 4-ene หรือ 14-ene หรือไม่มีพันธะคู่ที่ตำแหน่งที่ 7 ดังรูป

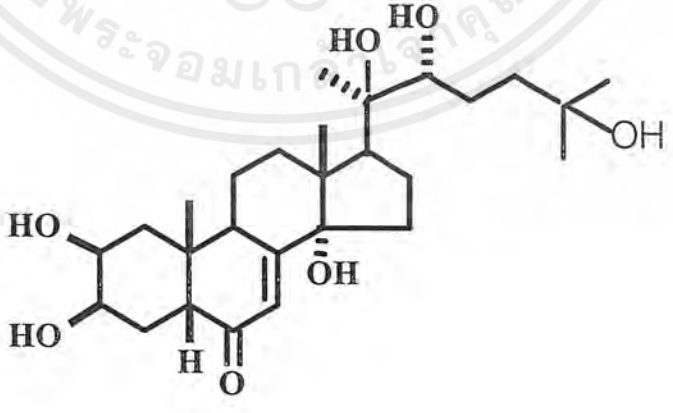


รูปที่ 2-2 โครงสร้างของ Ecdysteroid -related[1]

การสังเคราะห์ ecdysteroid ในพืชนั้น ไม่ทราบว่าเกิดขึ้นจากส่วนใดของพืช สังเกตได้โดย ส่วนของพืชส่วนใบ *Serratura inermis* มีปริมาณ 20-hydroxyecdysone เมื่อคิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เมื่อแห้ง ในผลและในดอกมี 2 เปอร์เซ็นต์ ในใบ 0.25 เปอร์เซ็นต์ ในก้าน 0.01 เปอร์เซ็นต์และไม่พบในราก อย่างไรก็ตามยังไม่สามารถสรุปได้ว่าผลิตจากส่วนใดของพืช ในต้นไม้อื่นพบจากเปลือกไม้หรือเมล็ด

2.2 ปฏิกิริยาการขจัดน้ำของ 20-Hydroxyecdysone

20-Hydroxyecdysone มีโครงสร้างดังรูป



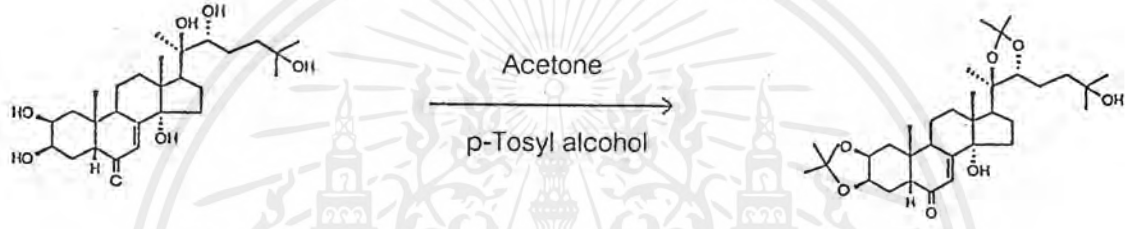
รูปที่ 2-3 โครงสร้างของ20-Hydroxyecdysone (20-ECD)

ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาของหมู่ไฮดรอกซิลที่ตำแหน่งต่างๆ เรียงลำดับได้ดังนี้

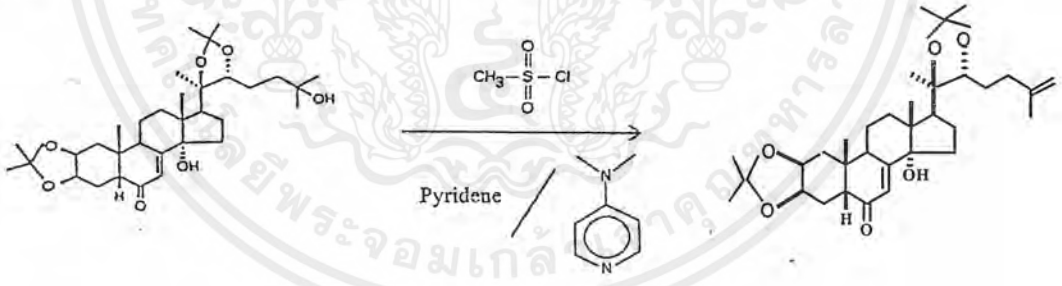
2>22>3>>25>>20>>14

ในการสังเคราะห์ 25,26-Didehydroponasterone A โดยผ่านปฏิกิริยาขจัดน้ำของ 20-ECD จำเป็นต้องให้เกิดปฏิกิริยาที่หมู่ไฮดรอกซิลที่ตำแหน่งที่ 25 ซึ่งมีความว่องไวน้อยกว่าตำแหน่งที่ 2 , 3 และ 22 ดังนั้นจึงต้องป้องกันการเกิดปฏิกิริยาที่ตำแหน่งดังกล่าวโดยการนำ 20-ECD มาทำปฏิกิริยากับ Acetone และ p-Toluene sulphonic acid เกิดเป็น 20-Hydroxyecdysone 2,3:20,22-diacetonide

ดังสมการ



จากนั้นจึงนำ 20-Hydroxyecdysone-2,3-20,22-diacetonide มาทำปฏิกิริยาเพื่อขจัดน้ำ ดังสมการ



แล้วจึงกำจัดหมู่ acetonide ให้เป็นหมู่ไฮดรอกซิล โดยใช้ 70% กรดอะซิติก เช่น

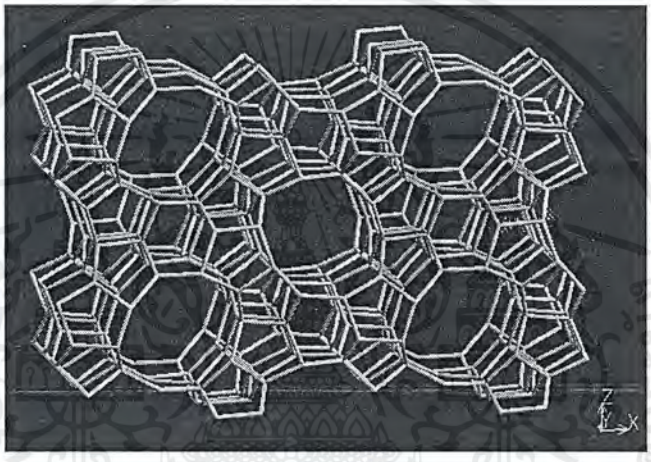
25,26- Didehydroponasterone A

เนื่องจากซีโอไลต์ที่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำของ20-ECDจะเลือกทำปฏิกิริยากับสารที่มีขนาดเล็กกว่า 5.5 อังสตรอม ดังนั้น ปฏิกิริยาการขจัดน้ำจึงน่าจะเกิดเฉพาะหมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่บนโซ่กิ่งเพราะมีแต่โซ่กิ่งเท่านั้นที่สามารถเข้าไปในรูพรุนของซีโอไลต์ได้

2.3 ชนิดของซีโอไลต์ที่นำมาศึกษา

Zeolite ZSM-5

- โครงสร้างเป็นแบบท่อ (Channel) ดังรูป



รูปที่ 2-4 ลักษณะโครงสร้างของ ZSM-5

- มีอะตอมกลางประกอบเป็นหน้าต่าง 10 อะตอม
- ขนาดความกว้างของหน้าต่าง 5.5 อังสตรอม ดังนั้นซีโอไลต์ ZSM-5 จึงเลือกทำปฏิกิริยากับสารที่มีขนาดโมเลกุลเล็กกว่า 5.5 อังสตรอม

2.4 ความเป็นมาของซีโอไลต์

ซีโอไลต์ เป็นแร่อลูมิโนซิลิเกต ซีโอไลต์หมายถึงหินที่เดือดได้ เป็นชื่อที่ตั้งขึ้นโดยนักแร่วิทยาชาวสวีเดน หลังจากพบว่าถ้าได้รับความร้อนจะเกิดฟองอากาศปุดขึ้นมาคล้ายกับว่าแร่เดือดได้ ในปีค.ศ 1845 เวย์ (Way)[2] ได้ศึกษาพบว่ามีดินบางชนิดสามารถดูดจับแอมโมเนียมได้ ซึ่ง เบรค (Brack) ได้อธิบายว่าเป็นเพราะมีองค์ประกอบของซิลิเกตที่มีน้ำอยู่ในโครงสร้างดิน จึงทำให้สามารถดูดจับเกลือแอมโมเนียมได้ นับได้ว่าเป็นการทดลองครั้งแรกในการทดสอบสมบัติของการแลกเปลี่ยนไอออน

ต่อมาในปีค.ศ. 1925 ไวน์เกลและสไตน์โฮฟ (Weigel and Steinhoff)[3] ได้ทำการทดลองเกี่ยวกับสมบัติในการเลือกจับโมเลกุลของสารอินทรีย์ของซีโอไลต์ชนิดชาบาไซต์ (Chabazite) ในช่วงสองทศวรรษหลังต่อมา ค.ศ. 1940-1960 บาร์เรอร์ (Barrer) ได้ทำการศึกษาชนิดของซีโอไลต์และศึกษาสมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนซึ่งเบรค (Brack)[4] ก็ได้ยืนยันผลการสังเคราะห์อะแนล - ซิม (Analcime) ของบาร์เรอร์ (Barrer) โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray powder diffraction) ในช่วงแรกการสังเคราะห์ซีโอไลต์จะทำได้ภายใต้อุณหภูมิและความดันที่ต่ำลงมา

ตั้งแต่ ปี ค.ศ. 1980 เป็นต้นมาพบว่ามีซีโอไลต์ในรูปที่ปรากฏในธรรมชาติและรูปแบบใหม่มากมาย สมบัติเด่นของซีโอไลต์คือ ความสามารถในการเลือกจับหรือดูดซับโมเลกุลของสารบางชนิดโดยเฉพาะที่สังเคราะห์ขึ้นมายังมีสมบัติในการเลือกเฉพาะ (Selectivity) สูง

2.5 โครงสร้างของซีโอไลต์[5]

การจัดเรียงตัวของโครงสร้างซีโอไลต์จะเริ่มจากโครงสร้างปฐมภูมิ (Primary building block หรือ Primary building unit) ซึ่งจะมีรูปร่างเป็นเตตราฮีดรัล (Tetrahedral) ที่มีออกซิเจน 4 อะตอมล้อมรอบซิลิกอนหรืออลูมิเนียม 1 อะตอม โครงสร้างปฐมภูมิจะมีการเชื่อมต่อกันโดยผ่านมุมของออกซิเจนทั้ง 4 อะตอมเพื่อจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างทุติยภูมิ (Secondary building unit)

โครงสร้างทุติยภูมิสามารถสร้างพันธะเชื่อมโยงต่อกันระหว่างโครงสร้างทุติยภูมิกันเองเรียกว่าโครงสร้างตติยภูมิ (Tertiary building unit หรือ Polyhedra) และโครงสร้างตติยภูมินี้สามารถเชื่อมต่อกันเป็นโครงสร้างผลึกของซีโอไลต์ที่แตกต่างกัน

2.6 ช่องว่างภายในโครงสร้างซีโอไลต์

ช่องว่างภายในโครงสร้างซีโอไลต์เกิดจากการเชื่อมต่อกันของอลูมิโนซิลิเกต ซึ่งช่องว่างที่เกิดขึ้นจะมี 2 ลักษณะ คือแบบ Cages และแบบ Channels โดยลักษณะแบบ Cages มักจะเกิดกับพวกที่มีอลูมิเนียมมาก ส่วนแบบ Channels มักเกิดกับ ซีโอไลต์ที่มีซิลิกามาก

2.7 สมบัติของซีโอไลต์

1.มีโครงสร้างเป็นผลึกและมีรูพรุนอยู่ภายใน ทำให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยากับโมเลกุลของสารมาก นอกจากนั้นโพรงขนาดเล็กยังทำหน้าที่คล้ายหม้อปฏิกรณ์ระดับโมเลกุล ซึ่งทำให้เกิดแรงกระทำที่รุนแรงกับโมเลกุลของสาร

2.มีสมบัติในการเลือกสารเข้าออกเพื่อทำปฏิกิริยาทางเคมี ซีโอไลต์ที่มีขนาดรูพรุนขนาดหนึ่งจะสามารถเลือกทำปฏิกิริยากับโมเลกุลของสารที่มีขนาดเหมาะสมเท่านั้นโมเลกุลที่มีขนาดไม่เหมาะสมจะไม่สามารถเปลี่ยนแปลงไปเป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้ การเลือกโมเลกุลดังกล่าวสามารถเลือกได้ทั้งสารตั้งต้น สารมัธยันตร์ และ ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น ดังนี้

◆ เลือกสารตั้งต้นที่จะทำปฏิกิริยา เช่นปฏิกิริยาการแตกสลาย (Cracking) ของ n-alkane

◆ เลือกสารมัธยันต์ที่เกิดขึ้น เช่น ปฏิกิริยา Xylene-Disproportionation

◆ เลือกผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น

3. ช่วยทำให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมีได้เร็วขึ้น เพราะซีโอไลต์ช่วยให้ปฏิกิริยาดำเนินไปในทิศทางที่มีพลังงานก่อกัมมันต์ลดลง ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วขึ้น

4. สามารถปรับเปลี่ยนสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ เช่น

◆ ซีโอไลต์ที่มีสมบัติเป็นกรด (Acid Zeolite)

◆ ซีโอไลต์ที่มีสมบัติเป็นเบส (Basic Zeolite)

◆ ซีโอไลต์ที่มีสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะทรานซิชันอยู่ภายใน

◆ อื่นๆ

5. ทนต่อความร้อน และการเปลี่ยนแปลงความดัน เนื่องจากซีโอไลต์มีลักษณะเป็นโครงข่ายสามมิติและมีโครงสร้างรูพรุนที่หนาแน่น ทำให้สามารถทนต่อความร้อน โดยเฉพาะซีโอไลต์ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาสูง จะมีความเสถียรต่อความร้อนสูงกว่าซีโอไลต์ที่มีอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาต่ำ[6]

2.8 ประโยชน์และการประยุกต์ใช้งานซีโอไลต์

ซีโอไลต์สามารถนำมาประยุกต์เพื่อใช้ประโยชน์ได้มากมาย เช่น

1. การแลกเปลี่ยนไอออน (Ion exchanger)
2. การดูดซับ (Molecular sieve)
3. การเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Zeolite Catalyst)

2.9 การใช้ซีโอไลต์สำหรับการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion exchanger)

ไอออนบวกภายในซีโอไลต์มีความสามารถในการแลกเปลี่ยนกับไอออนบวกอื่นได้ จึงสามารถนำมาใช้ในขบวนการแลกเปลี่ยนไอออน ซึ่งสามารถประยุกต์ใช้งานได้หลายชนิด เช่น ในอุตสาหกรรมการซักฟอก ไอออนบวกในซีโอไลต์จะสามารถแลกเปลี่ยนไอออนบวกของแคลเซียม (Ca^{2+}) และแมกนีเซียม (Mg^{2+}) ที่ผสมอยู่ในผงซักฟอกได้ ไอออนของแคลเซียมหรือแมกนีเซียมเข้าไปอยู่ในโพรงของซีโอไลต์จะเป็นการลดแรงตึงผิวของน้ำ นอกจากนี้ยังใช้ในการบำบัดน้ำเสียหรือสามารถใช้ในการกำจัดโลหะต่างๆ น้ำมัน แอมโมเนียมไอออน

2.10 การดูดซับ (Molecular sieve)

เมื่อทำการไล่น้ำออกจากโพรงของซีโอไลต์จะทำให้เกิดช่องว่างในโพรงของซีโอไลต์มากขึ้น ซึ่งโพรงนี้จะมีความสามารถในการดูดซับโมเลกุลได้มากยิ่งขึ้น จึงทำให้โมเลกุลต่าง ๆ สามารถเข้าสู่ภายในโพรงได้แต่ขนาดของโมเลกุลที่เข้าสู่โพรงจะถูกกำหนดโดยหน้าต่างของโพรง จากสมบัตินี้จึงนำซีโอไลต์มาใช้สำหรับเป็น

- Drying agent เช่น ในการผลิตตู้เย็นจะใช้ซีโอไลต์ในการทำให้สารทำความเย็นประเภท ฮาโลคาร์บอน (Halocarbon) แห้ง หรือ ใช้ในการกำจัดน้ำออกจากไฮโดรเจนและออกซิเจน
- Gas purification โดยทำการไล่สารปนเปื้อนออกจากก๊าซ ได้แก่ ก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ ออกจาก LPG และใช้ในการบำบัดอากาศให้บริสุทธิ์โดยซีโอไลต์จะเข้าไปจับกับไอปรอท ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์
- Liquid-phase separation เป็นการแยกของผสมที่เป็นของเหลวโดยใช้ซีโอไลต์ที่มีขนาดของโพรงต่าง ๆ กัน โดยนำซีโอไลต์มาเรียงเป็นชั้น ๆ ตามขนาดของรูพรุน ใน Fixed bed เพื่อแยกของเหลวที่มีขนาดโมเลกุลต่างกันที่ผสมกันอยู่

2.11 การเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Zeolite Catalysts)

Acid site เกิดขึ้นในซีโอไลต์ที่มีปริมาณของซิลิกาอยู่มาก ๆ หรือมีอัตราส่วนของซิลิกอนต่ออลูมิเนี่ยมสูง ๆ

Basic site เกิดขึ้นในซีโอไลต์ที่มีปริมาณของอะลูมินามาก ๆ หรือมีอัตราส่วนของซิลิกาต่ออะลูมินาต่ำ ๆ

Transition metal site เป็นซีโอไลต์ที่มีโลหะทรานซิชันอยู่ภายในโพรงของซีโอไลต์ ซึ่งจะมีการประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี เช่น การใช้ในปฏิกิริยา Hydrocracking จะใช้ซีโอไลต์ X หรือ Y ที่มี Co, Mo, W และ Ni เป็น Active site

สำหรับการใช้งานโดยใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีมากมายเช่น

- ปฏิกิริยา Hydrocracking
- Benzene alkylation
- Xylene isomerization

2.12 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

การสังเคราะห์ขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ ดังนี้คือ

1.อัตราส่วนของซิลิกากับอะลูมินา(Silica Alumina ratio)

จากการศึกษาพบว่าที่ อัตราส่วนของซิลิกาน้อยกว่า 5 อัตราการเกิดผลึกจะเพิ่มขึ้น เมื่ออัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาในเจลลดลง ในขณะที่อัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินามากกว่า 5 อัตราการเกิดผลึกจะเพิ่มขึ้น เมื่ออัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาเพิ่มมากขึ้น

2. อุณหภูมิและความดัน (Temperature and Pressure)

อุณหภูมิและความดันที่สูงมีผลทำให้ปริมาณน้ำในส่วนผสมในการสังเคราะห์เหลืออยู่น้อย ทำให้ได้ซีโอไลท์ที่มีความเป็นรูพรุนน้อย การสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่อุณหภูมิและความดันต่างกันก็จะได้ซีโอไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกต่างกันด้วย และถ้าทำการทำการตกผลึกซีโอไลต์ที่อุณหภูมิสูงจะช่วยให้เวลาในการตกผลึกลดลง แต่ถ้าใช้อุณหภูมิสูงมากเกินไปอาจจะไม่ได้ซีโอไลต์ตามต้องการ

อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์และองค์ประกอบของเจลที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์จะต้องมีความสัมพันธ์กัน

3.ระยะเวลาในการทำให้เกิดผลึกซีโอไลต์

ระยะเวลาที่ใช้ในการตกผลึกต้องอยู่ในระยะเวลาที่เหมาะสมโดยระยะเวลาในการตกผลึกจะส่งผลต่อปริมาณของซิลิกาและอะลูมินาในเจล สารละลาย และชนิดของผลึกของซีโอไลต์

ระยะเวลาในการตกผลึกจะส่งผลต่อซีโอไลต์ได้ 2 ลักษณะ คือ

- ช่วงเวลาที่เก็บของผสมไว้ในอุณหภูมิห้องก่อนที่จะทำการเพิ่มอุณหภูมิ (Aging) จะส่งผลต่อปริมาณของผลิตภัณฑ์ซีโอไลต์ในการสังเคราะห์ คือ ทำให้ได้ปริมาณของซีโอไลต์มากขึ้น (กรณีสังเคราะห์ซีโอไลต์ X และ Y)

- เมื่อทำการให้ความร้อนในเวลาต่าง ๆ กัน จะให้ผลึกที่ต่างชนิดกันทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปัจจัยต่าง ๆ ที่กล่าวแล้วในข้างต้น

เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นซิลิกาและอะลูมินาในเจลจะละลายเข้าสู่สารละลายและเกิดการก่อผลึกจากสารละลายลดน้อยลง ดังนั้นซิลิกาและอะลูมินาในเจลจึงมีการแพร่เข้าสู่ชั้นของสารละลายอย่างต่อเนื่อง เมื่อเวลาผ่านไปจะทำให้ได้ผลึกซีโอไลต์เพิ่มมากขึ้นปริมาณของซิลิกาและอะลูมินาในเจลจะลดลง ดังนั้นปริมาณของซิลิกาและอะลูมินาจะมีค่าคงที่ในสารละลาย และผลึกซีโอไลต์จะเกิดขึ้นถึงจุด ๆ หนึ่งปริมาณของซิลิกาจะเริ่มลดน้อยลง ทั้งนี้เนื่องจาก ปริมาณของซิลิกาและอะลูมินาในผลึกของซีโอไลต์จะมีการละลายกลับสู่เจล

4. ความเป็นด่าง

การเพิ่มขึ้นของปริมาณไฮดรอกไซด์จะทำให้มีปริมาณของซิลิกาละลายเบสดีกว่าอะลูมินา ซึ่งเป็นผลให้สารละลายที่ได้มีปริมาณความเข้มข้นของซิลิกาสูงมากและทำให้ปริมาณอัตราส่วนซิลิกาต่ออะลูมินาในผลึกซีโอไลต์ลดน้อยลง และเป็นการเร่งการเกิดผลึกและได้ผลึกที่มีขนาดเล็ก

5. สารประกอบเทมเพลท

ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์สิ่งที่จะกำหนดโครงสร้างของซีโอไลต์ได้โดยตรง คือ สารประกอบเทมเพลท โดยสารประกอบเทมเพลทสามารถแบ่งได้เป็น 2 ชนิด คือ

- สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ จุดเด่นของสารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ คือ เมื่อทำการสังเคราะห์ซีโอไลต์ได้ตามต้องการ สามารถทำการเผาให้สลายตัวได้
- สารประกอบเทมเพลทอนินทรีย์ จะพบอยู่ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์อยู่แล้ว เช่น ไอออนของโซเดียม ซึ่งเชื่อว่ามีความสัมพันธ์กับสารประกอบ เทมเพลทอินทรีย์[7]

2.13 การตรวจสอบซีโอไลต์[8]

1. การวิเคราะห์ด้วยวิธีเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Powder Diffraction) เพื่อตรวจสอบชนิดผลิตภัณฑ์ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์โดยนำข้อมูล X-ray Diffraction ของสารที่ได้มาเปรียบเทียบข้อมูล X-ray Diffraction ของซีโอไลต์มาตรฐาน
2. การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด(Scanning Electron Microscope) เพื่อตรวจสอบลักษณะรูปร่าง ชนิด และขนาดของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้
3. การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence) เพื่อทำการหาอัตราส่วนของซิลิกากับอะลูมินา ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ โดยการวิเคราะห์นี้จะแสดงผลออกมาในรูปของเปอร์เซนต์ซิลิกาและอะลูมินา

บทที่ 3
การทดลอง

3.1 แผนงานการศึกษา

โครงงานพิเศษนี้จะศึกษาและสังเคราะซีโอไลต์เพื่อนำซีโอไลต์ที่ได้มาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำ (Dehydration) ของไซโคลเฮกซานอล และ สเตียรอยด์

3.2 แผนการดำเนินงาน

ตอนที่ 1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

1. การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5
2. การเผาซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้เพื่อให้สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์สลายตัว
3. ตรวจสอบลักษณะของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

-หาอัตราส่วนระหว่าง Si/Al โดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)

-ศึกษาลักษณะของผลึกโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope)

-ตรวจสอบโครงสร้างของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray powder diffraction)

ตอนที่2 การปรับปรุงซีโอไลต์ให้มีคุณสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรด

1. ศึกษาวิธีการและปรับปรุงซีโอไลต์ให้มีคุณสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรด
2. หาปริมาณความเป็นกรดของซีโอไลต์โดยวิธีโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน

ตอนที่3 การตรวจสอบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยากำจัดน้ำของซีโอไลต์ที่เตรียมได้

1. ศึกษาวิธีการนำซีโอไลต์มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการกำจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล
2. ตรวจสอบผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นโดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography)

ตอนที่4 การทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของสเตียรอยด์

1. การนำซีโอไลต์มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของ 20-ECD
2. ตรวจสอบผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิคทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี (TLC)

ตอนที่5 การแยกผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของสเตียรอยด์

1. การแยกผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของ 20-ECD
2. การตรวจสอบผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของ 20-ECD โดยใช้วิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี (Columnchromatography)

3.3 สารเคมี

1. สารแขวนลอยซิลิกา (Ludox-AS40) 40 wt%
2. โซเดียมอะลูมิเนต (Sodium aluminate)
3. เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Tetrapropylammoniumbromide)
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide)
5. น้ำกลั่นปราศจากไอออน (Deionized water)
6. แอมโมเนียมไนเตรต (Ammonium nitrate)
7. อะซิโตไนไทรล์ (Acetonitrile)
8. ไซโคลเฮกซานอล (Cyclohexanol)
9. เมตาไซลีน (m-xylene)
10. 20-Hydroxyecdysteroid
11. อากาศ (Air)
12. ก๊าซออกซิเจน (Oxygen gas)
13. ก๊าซไนโตรเจน (Nitrogen gas)
14. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide)
15. โซเดียมเตระบอเรต (Sodium tetraborate)
16. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid)
17. เมทานอล (Methanol)
18. คลอโรฟอร์ม (Chloroform)
19. ไดเมทิลฟอมาไมด์ (Dimethylformamide)
20. สารละลายดีเวลอปปิง (Developing solvent)
21. ไนโตรเจนเหลว

3.4 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
2. ตู้อบ
3. บีกเกอร์พลาสติก
4. เครื่องชั่ง
5. ช้อนตักสาร
6. แท่งแม่เหล็กและเครื่องปั่นกวน
7. กระดาษกรองเบอร์ 42
8. ชุดกรองความดัน
9. กระจกนาฬิกา
10. เตาเผา
11. ขวดพลาสติกรูปชมพู่
12. บิวเรต
13. แท่งแก้วคน
14. ปิเปต
15. กระบอกฉีดยา
16. Heater
17. ข้อต่อ
18. คอนเดนเซอร์
19. เครื่องเทมเพอเรเจอร์กราวิเมตริก (Temperature gravimetric analyzer)
20. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray powder diffraction)
21. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)
22. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography)
23. โพเทนชิโอมิเตอร์ (Potentiometer)
24. กระบอกตวง

3.5 วิธีทดลอง

ตอนที่ 1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ ZSM-5[9]

สูตรเจล $4Na_2O : Al_2O_3 : 40SiO_2 : 2TPA\text{-}Br : 1200H_2O$

1. ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 1.0552 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 41.6 กรัม

2. ชั่งเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPA-Br) 2.4652 กรัม แล้วนำมาละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมไว้ในข้อ 1

3. ชั่งโซเดียมอลูมิเนต (Sodium aluminate) 0.802 กรัม มาละลายด้วยสารละลายในข้อ 2

4. ชั่งสารแขวนลอยซิลิกา (Ludox-AS40) 40 wt % 27.8188 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่น 41.6 กรัม คนให้เข้ากันแล้วเทลงในกรวยแยกจากนั้นค่อยๆหยดลงในสารละลายในข้อ 3 พร้อมทั้งปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก

5. เมื่อหยด สารแขวนลอยซิลิกา (Ludox-AS40) 40 wt % จนหมดแล้ว ปั่นกวนต่ออีก 15 นาที จะได้สารที่มีลักษณะเป็นเจล

6. เทเจลที่ได้ลงในภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง (autoclave) แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 175 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง

7. กรองซีโอไลต์ที่ได้ โดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 และล้างซีโอไลต์จนมี pH ประมาณ 9 ด้วยน้ำกลั่น จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

8. นำซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้นั้นไป เผาเพื่อให้สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์สลายตัว โดยใช้อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศของอากาศ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ เท่ากับ 2 องศาเซลเซียสต่อนาที[10]

ตอนที่ 2 การปรับปรุงซีโอไลต์ให้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรด[10]

1. วิธีปรับปรุงซีโอไลต์ให้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรด

1.1 นำซีโอไลต์มารีฟลักซ์ในสารละลายแอมโมเนียมไนเตรต (NH_4NO_3) ที่มีความเข้มข้น 1 โมล/ลิตร พร้อมทั้งปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก โดยทำที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วทำซ้ำอีก 2ครั้ง

1.2 กรองซีโอไลต์ที่ได้แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

1.3 นำซีโอไลต์ไปเผาเพื่อให้สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์สลายตัวที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศของออกซิเจน เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

2. การไทเทรตเพื่อหาค่าปริมาณความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ที่มีความเป็นกรดที่เตรียมได้ โดยใช้เทคนิคโพเทนซิโอเมทริคไทเทรชัน

2.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิโซเดียมเตตระบอเรต ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์

- ชั่งสารมาตรฐานปฐมภูมิโซเดียมเตตระบอเรต ($Na_2B_4O_7$) น้ำหนัก 1.9069 กรัม
- ละลายด้วยน้ำ และปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

2.2 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลาร์

- ปิเปตกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นจำนวน 2.18 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเท่ากับ 250 มิลลิลิตร

2.3 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์

- ปิเปตสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 28% ปริมาตร 0.80 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเท่ากับ 250 มิลลิลิตร

2.4 การไทเทรตเพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

- ปิเปตสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ จำนวน 25 มิลลิลิตร ใส่แท่งแม่เหล็ก และจัดขั้วแก้ว (Glass electrode) ให้จุ่มลงในสารละลาย
- ทำการวัดค่าความต่างศักย์ก่อนหยดสารละลายโซเดียมเตตระบอเรต
- หยดสารละลายโซเดียมเตตระบอเรต ครั้งละ 0.5 มิลลิลิตร พร้อมวัดค่าความต่างศักย์ทุกครั้งที่หยดสารละลาย จนกระทั่งค่าความต่างศักย์คงที่
- เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้กับปริมาตรไทแทรนด์
- ทำการทดลองซ้ำอีกครั้งแต่เปลี่ยนปริมาตรของสารละลายโซเดียมเตตระบอเรตจาก 0.5 มิลลิลิตร เป็น 0.2 มิลลิลิตร บริเวณที่ค่าศักย์ไฟฟ้ามีการเปลี่ยนแปลงมากที่สุด ซึ่งได้จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้กับปริมาตรไทแทรนด์ที่ได้ไทเทรตในครั้งแรก

2.5 การไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

- ปิเปตสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ จำนวน 25 มิลลิลิตร
- ใส่แท่งคนแม่เหล็ก และจัดขั้วแก้ว ให้จุ่มลงในสารละลาย
- วัดค่าความต่างศักย์ก่อนหยดสารละลายกรดไฮโดรคลอลิกเข้มข้น 0.1 โมลาร์
- หยดสารละลายกรดไฮโดรคลอลิกครั้งละ 0.5 มิลลิลิตร พร้อมวัดค่าความต่างศักย์ทุกครั้งที่หยดสารละลาย จนกระทั่งความต่างศักย์คงที่
- เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่ได้กับปริมาตรของไทแทรนด์

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

- ทำการทดลองซ้ำอีกครั้งแต่เปลี่ยนสารละลายกรดไฮโดรคลอลิกจาก 0.5 มิลลิลิตรเป็น 0.2 มิลลิลิตร บริเวณที่ค่าศักย์ไฟฟ้ามีค่าเปลี่ยนแปลงมากที่สุด ซึ่งทราบได้จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้กับปริมาตรของไทแทรนต์จากการไทเทรตครั้งแรก

2.6 การไทเทรตหาปริมาณความเป็นกรดของซีโอไลต์ด้วยเทคนิคการไทเทรตย้อนกลับ

- ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่ผ่านการปรับปรุงให้มีคุณสมบัติเป็นกรดแล้ว น้ำหนัก 0.075 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร

- ปิเปตสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.05 โมลาร์ จำนวน 25 มิลลิลิตร

- เติมแอมโมเนียมคลอไรด์จำนวน 0.10 กรัม

- นำสารละลายที่ได้ไปให้ความร้อนในอ่างน้ำร้อนอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 นาที

- ใส่แท่งคนแม่เหล็กและจัดขั้วแก้วให้จุ่มลงในสารละลาย

- ทำการวัดค่าความต่างศักย์ก่อนหยดสารละลายกรดไฮโดรคลอลิกความเข้มข้น 0.1โมลาร์

- หยดสารละลายกรดไฮโดรคลอลิก ครั้งละ 0.5 มิลลิลิตร พร้อมวัดค่าความต่างศักย์ที่หยดสารละลาย จนกระทั่งความต่างศักย์คงที่

- เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้กับไทแทรนต์

-ทดลองซ้ำอีกครั้งแต่เปลี่ยนปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอลิกจาก 0.5 มิลลิลิตรเป็น 0.2 มิลลิลิตร บริเวณที่ค่าศักย์ไฟฟ้ามีการเปลี่ยนแปลงมากที่สุด ซึ่งทราบได้จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้กับปริมาตรไทแทรนต์ที่ได้จากการไทเทรตครั้งแรก

-คำนวณหาปริมาณแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่เหลืออยู่ ทำให้ทราบความเป็นกรดในซีโอไลต์

33498

ตอนที่ 3 การทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล (Cyclohexanol)

	น้ำหนักไซโคลเฮกซานอล (กรัม)	น้ำหนักไซลีน (กรัม)	น้ำหนักซีโอไลต์ ZSM -5 (กรัม)	ความเข้มข้นของไซโคลเฮกซานอล % โดยน้ำหนัก
การทดลองครั้งที่ 1	20	40	1	33.3
การทดลองครั้งที่ 2	10	40	1	20

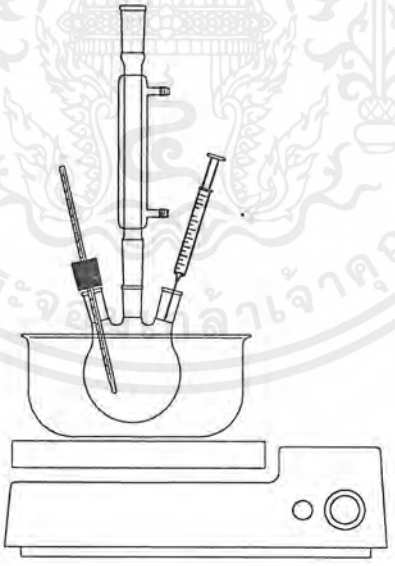
ตารางที่ 1 แสดงปริมาณของสารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล

วิธีทดลอง

1.ชั่งไซโคลเฮกซานอล และ เมตาไซลีน ตามตารางที่1 ใส่ลงในขวด 3 คอ ขนาด 100 มิลลิลิตร และสุ่มตัวอย่างสารละลายด้วยหลอดฉีดยา

2.ชั่งซีโอไลต์ ZSM-5 1 กรัม ใส่ลงในขวด 3 คอขนาด 100 มิลลิลิตร ที่มีสารละลายในข้อ 1 อยู่

3..ทำการทดลองโดยให้ความร้อนพร้อมปั่นกวนที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส



4.สุ่มตัวอย่างเมื่อเวลา 5 นาที 15 นาที 30 นาที และ ทุกชั่วโมง เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

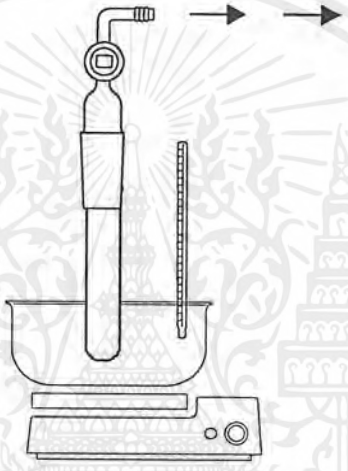
5.นำตัวอย่างไปตรวจสอบผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นโดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (GC)

6. คำนวณหา %yield และ %conversion

ตอนที่ 4 การทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของ20-hydroxyecdysone

1.ปฏิกิริยาการขจัดน้ำของ 20-hydroxyecdysone โดยไม่ใช้ตัวทำละลาย

- ชั่ง 20-hydroxyecdysone 5 มิลลิกรัมและซีโอไลต์ ZSM-5 50 มิลลิกรัม ใส่หลอดทดลองขนาดเล็ก
- ละลาย 20-hydroxyecdysone ด้วยเมทานอล
- ใช้ปั๊มสูญญากาศดูดเมทานอลออกจนแห้งสนิท
- ให้ความร้อนแก่หลอดทดลองที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส
- ตรวจสอบผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี



2.การทำปฏิกิริยาการขจัดน้ำโดยใช้ไดเมทิลฟอมาไมด์เป็นตัวทำละลาย

- ชั่ง 20-hydroxyecdysone 5 มิลลิกรัมและซีโอไลต์ ZSM-5 50 มิลลิกรัม ใส่ในขวดก้นกลมขนาดเล็ก
- ละลาย 20-hydroxyecdysone ด้วยไดเมทิลฟอมาไมด์ 1 กรัม
- นำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส
- ตรวจสอบผลิตภัณฑ์ด้วยทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี

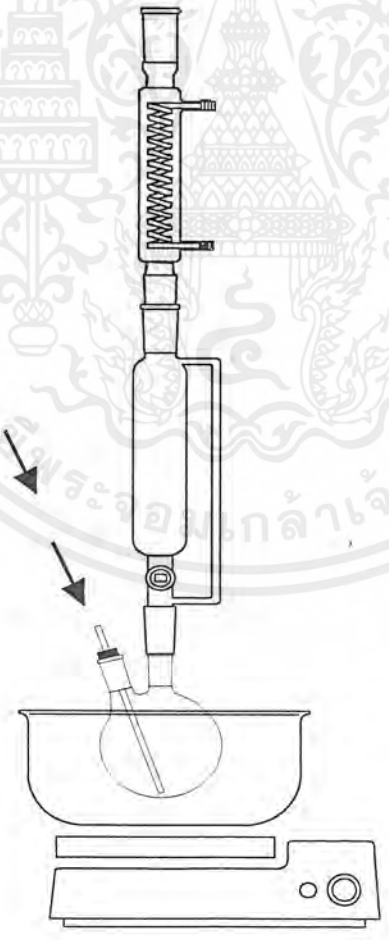
<u>3.การทำปฏิกิริยาการขจัดน้ำโดยใช้ไดเมทิลฟอมาไมด์เป็นตัวทำละลายและใช้ซีโอไลต์เอเป็นตัวดูดน้ำ เพื่อดึงน้ำออกจากปฏิกิริยา</u>

- ชั่ง 20-hydroxyecdysone 150 มิลลิกรัม ซีโอไลต์ ZSM-5 150 มิลลิกรัม ไดเมทิล - ฟอมาไมด์ 20 กรัม ใส่ในขวด 2 คอ

- นำซีโอไลต์เอไปเผาที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง มาใส่ลงใน pressure equalizer ซึ่งต่อกับขวด 2 คอ และ คอนเดนเซอร์ชนิดเกลียว

- ให้ความร้อนแก่ขวดก้นกลมที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งปั่นกวนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และพ่นก๊าซไนโตรเจนตลอดเวลา เพื่อให้ไดเมทิลฟอมาไมด์และน้ำที่เกิดขึ้นระเหยแล้วกลั่นตัวไหลผ่านซีโอไลต์เอ กลับลงไปในขวด 2 คออีก เพื่อดึงน้ำออกจากปฏิกิริยา

- ตรวจสอบผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิคทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี



ตอนที่ 5 การแยกผลิตภัณฑ์ที่ได้

เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมีสารหลายชนิดปนกัน ดังนั้นจึงต้องแยกสารเหล่านี้ออกจากกันก่อน โดยใช้วิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี

วิธีแยกผลิตภัณฑ์

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของ 20-ECD สามารถแยกออกจากกันโดยใช้คอลัมน์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 เซนติเมตร ซึ่งบรรจุด้วยซิลิกาเจลเบอร์ 1.07729 จำนวน 30 กรัม โดยใช้คลอโรฟอร์ม ตามด้วยอลูมินาชนิดเป็นกลางเบอร์ 1097 ซึ่งแพคให้มีความสูง 1 เซ็นติเมตร แล้วนำสเตียรอยด์ทั้งหมดที่ผ่านการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำแล้ว จำนวน 141.1 มิลลิกรัม มาละลายด้วยเมทานอล แล้วคลุกด้วยซิลิกาเบอร์ 1.07734 จากนั้นนำมาระเหยเมทานอลออก แล้วนำมาใส่ลงในคอลัมน์ที่เตรียมไว้

จากนั้นเริ่มใช้คลอโรฟอร์ม 100% เป็นตัวทำละลาย แล้วค่อยๆ เพิ่มความเป็นขั้วของตัวทำละลาย โดยเพิ่มความเข้มข้นของเมทานอลครั้งละ 1%

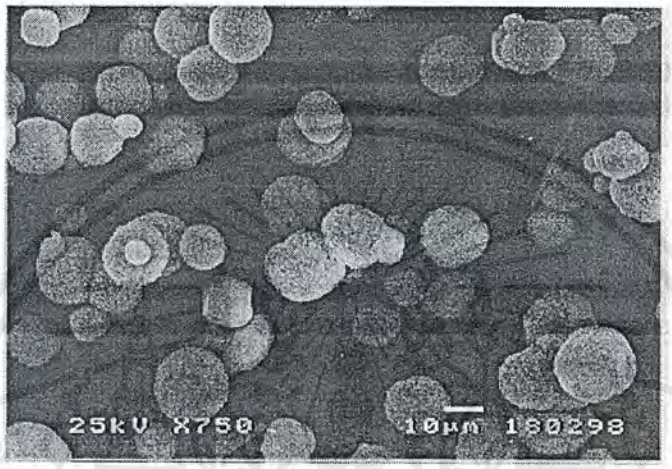
บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

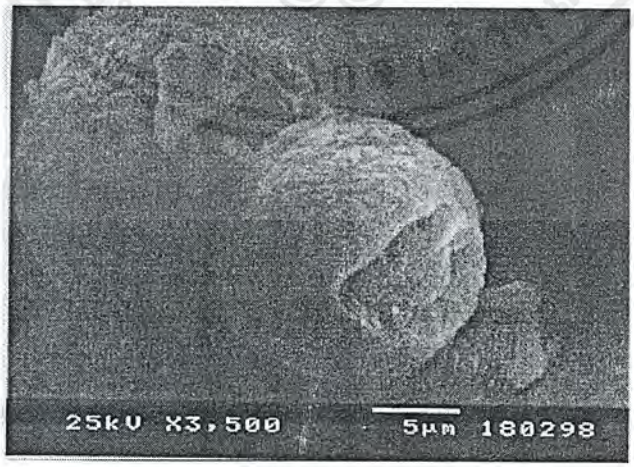
4.1.1 การตรวจสอบรูปร่างผลึกของซีโอไลต์

เมื่อนำซีโอไลต์ซึ่งได้จากการสังเคราะห์ไปวิเคราะห์ลักษณะผลึกซีโอไลต์โดยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดพบว่าลักษณะโครงสร้างเป็นลักษณะกลมดังรูปที่ 4-1



รูปที่ 4-1 Scanning electron micrograph ของ ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

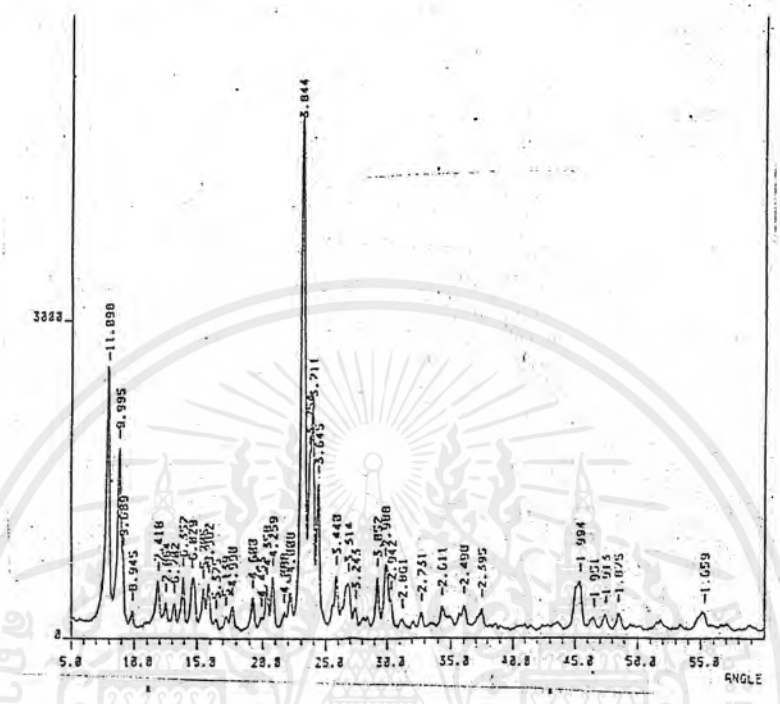
และเมื่อเผาไล่สารประกอบเทมเพลทย์อินทรีย์แล้ว นำไปโครงสร้างผลึกซีโอไลต์โดยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดพบว่าลักษณะโครงสร้างเป็นลักษณะกลมดังรูปที่ 8 แต่เนื่องจากเผาด้วยความร้อนสูงทำให้ผลึกบางส่วนแตกออก



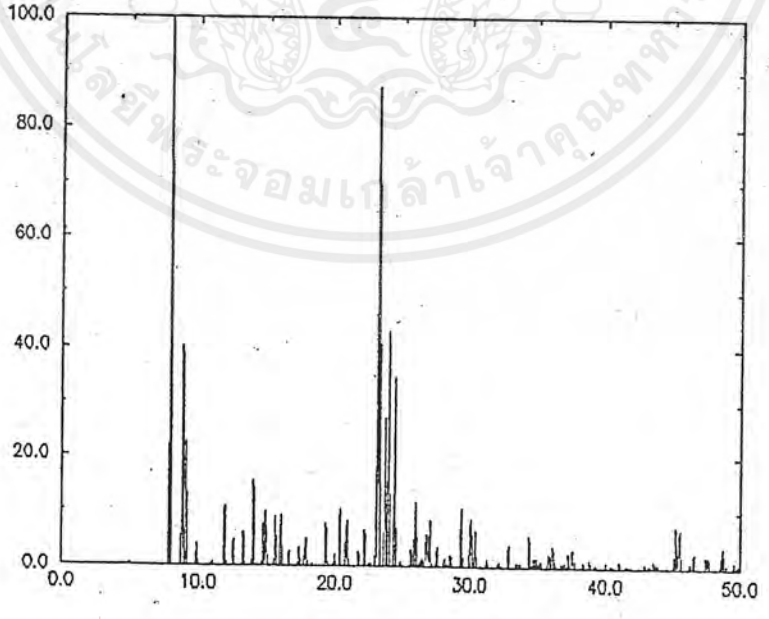
รูปที่ 4-2 Scanning electron micrograph ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้และเผาไล่สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์แล้ว

อย่างไรก็ตามจาก X-ray diffraction pattern พบว่าซีโอไลต์ที่เผาไล่สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์แล้วยังคงมีความเป็นผลึกสูงโดยเปรียบเทียบกับ X-ray diffraction pattern มาตรฐานดังรูป 4-3-4-6

4.1.2 การตรวจสอบโครงสร้างของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์



รูปที่ 4-3 X-ray diffraction pattern ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 4-4 X-ray diffraction pattern ของ Tetrapropylammonium ZSM-5

รูปที่ 4-5 X-ray diffraction pattern ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ และ เผาไล่สารประกอบอินทรีย์แล้ว

รูปที่ 4-6 X-ray diffraction pattern ของ Calcined ZSM-5

จาก X-ray diffraction pattern ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้พบว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ X-ray diffraction pattern ของซีโอไลต์มาตรฐานทั้งก่อนและหลังการเผาไล่สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์แล้ว มีพีคปรากฏที่ตำแหน่งเดียวกัน

4.1.3 การหาอัตราส่วนระหว่าง Si/Al

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์สเปคโทรสโคปี เราสามารถหาอัตราส่วน Si/Al ได้โดย

จากสูตรเจล

สูตรเจล $4Na_2O : Al_2O_3 : 40SiO_2 : 2TPA\text{-}Br : 1200H_2O$

การคำนวณจะไม่คิดปริมาณเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ และน้ำเนื่องจากซีโอไลต์ที่นำมาวิเคราะห์ผ่านการเผาไล่สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ไปแล้ว

ใน 1 โมลมี Na_2O เท่ากับ 247.9160 กรัม คิดเป็นร้อยละ 9 โดยน้ำหนัก

Al_2O_3 เท่ากับ 101.9612 กรัม คิดเป็นร้อยละ 3.7 โดยน้ำหนัก

SiO_2 เท่ากับ 2403.3920 กรัม คิดเป็นร้อยละ 87.29 โดยน้ำหนัก

เมื่อนำซีโอไลต์ 0.25 กรัม และละอองซิลิกา 1.75 กรัม ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์-ฟลูออเรสเซนซ์สเปคโทรสโคปีพบว่าผลการวิเคราะห์เป็นดังนี้

องค์ประกอบ	SiO_2	Al_2O_3	Na_2O
เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก	94.85	0.32	<0.10
น้ำหนัก(กรัม)	1.897	0.0064	0.002

เมื่อหักละอองซิลิกา ซึ่งเป็นซิลิกาออก

องค์ประกอบ	SiO_2	Al_2O_3	Na_2O
น้ำหนักกรัม	0.147	0.0064	0.002

เมื่อคิดเป็นโมล SiO_2 0.00244 โมล Al_2O_3 0.0000627 โมล

อัตราส่วน ซิลิกาต่ออะลูมินาโดยโมล เท่ากับ 38.9212 ใกล้เคียงกับสูตรเจลดังนั้นซีโอไลต์ที่เตรียมได้นี้น่าจะเป็นซีโอไลต์ ZSM-5 ที่ต้องการ

ดังนั้นสูตรของ unit cell ซีโอไลต์ ZSM-5 คือ $Al_{2.4}Si_{93.6}O_{192}$

ซึ่งคิดได้โดย $T_{96}O_{192}$ T คือ Si + Al = 96

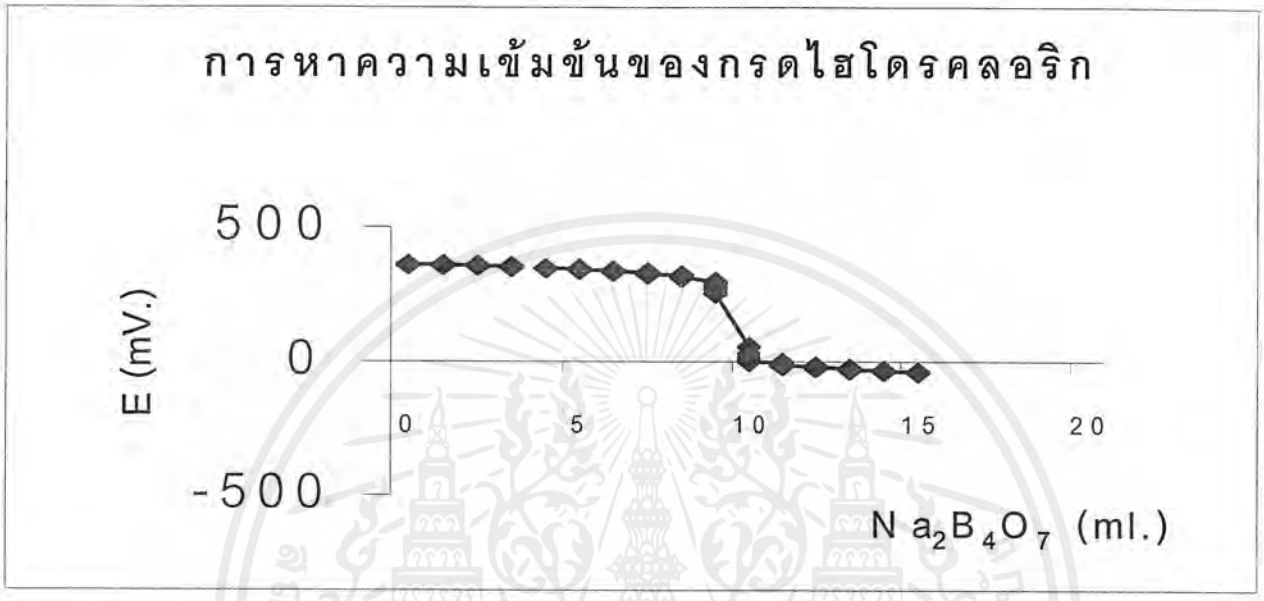
การคำนวณพบว่า Si/Al = 38.9212 ดังนั้น เมื่อแก้สมการเราจะได้ Al=2.4 Si=93.6

4.2 การหาปริมาณความเป็นกรดซีโอไลต์

4.2.1 การหาปริมาณความเป็นกรดของซีโอไลต์

ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมเตตระบอเรต โดยน้ำหนักของโซเดียมเตตระบอเรต คือ 1.92 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร คิดเป็น 0.1004 โมลาร์

4.2.1.1 การไทเทรตเพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนของกรดไฮโดรคลอริก



รูปที่ 4-7 กราฟการไทเทรตระหว่างสารละลายมาตรฐานโซเดียมเตตระบอเรตกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

จากกราฟรูปที่ 4-7 เป็นการไทเทรตระหว่างสารละลายมาตรฐานโซเดียมเตตระบอเรต ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์กับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกโดยใช้เทคนิคโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน แล้ววัดค่าความต่างศักย์ที่เปลี่ยนไป จากนั้นนำไปพลอตกราฟระหว่างค่าความต่างศักย์กับปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมเตตระบอเรตที่รู้ความเข้มข้นแน่นอน 0.1 โมลาร์ ได้จุดยุติเท่ากับ 9.9 มิลลิลิตร แล้วนำผลไปคำนวณหาความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกจากสมการ

$$Na_2B_4O_7 + 2\,HCl \rightarrow 2\,H^+ + B_4O_7^{2-} + 2NaCl$$

จำนวนโมล HCl/โมล โซเดียมเตตระบอเรต เท่ากับ 2

จำนวนโมล ของโซเดียมเตตระบอเรตเข้มข้น 0.1004 โมลาร์ ที่มีปริมาตร 9.9 มิลลิลิตร เท่ากับ 0.00099 โมล

จำนวนโมลของ กรดไฮโดรคลอริกเท่ากับ 0.001988 โมล

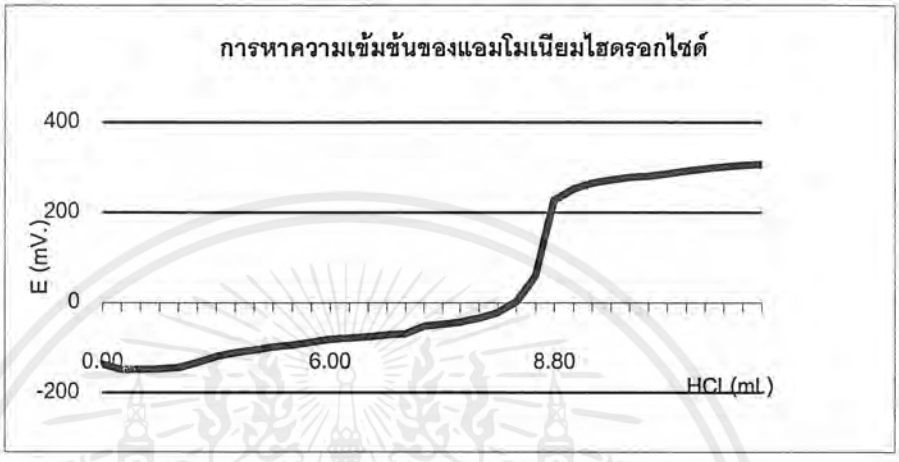
ดังนั้น จากสูตร mol เท่ากับ MV/1000

M คือ ความเข้มข้นกรด(โมลต่อลิตร)

V คือ ปริมาตรกรดไฮโดรคลอริก

หาความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกเท่ากับ 0.07952 โมลต่อลิตร

4.2.1.2 การไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 4-8 กราฟการไทเทรตระหว่างสารละลายกรดไฮโดรคลอริกกับสารละลายแอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์

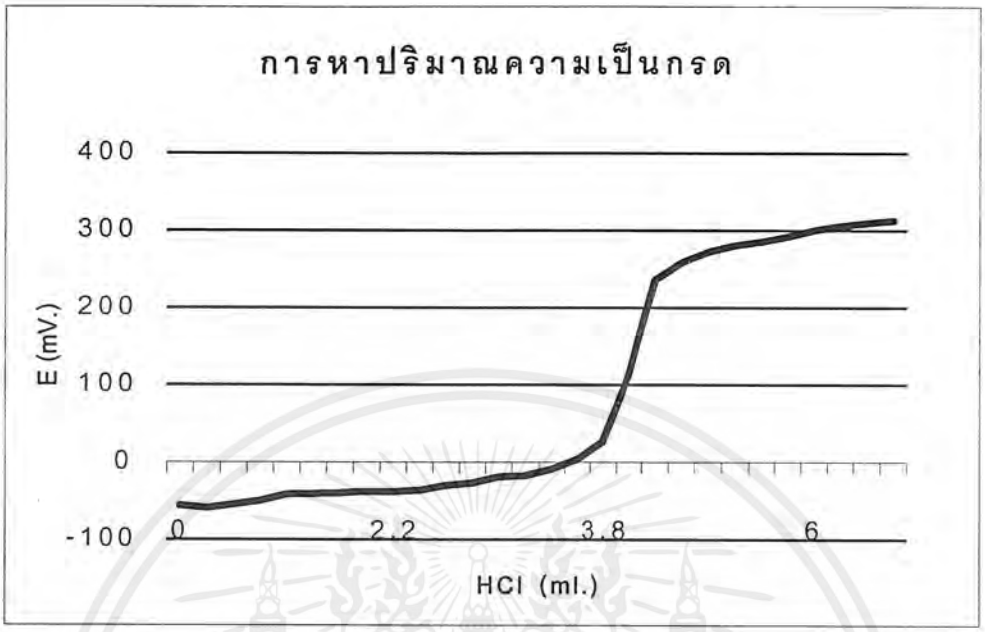
จากกราฟรูปที่ 4-8 เป็นการไทเทรตระหว่างสารละลายกรดไฮโดรคลอริกกับสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์โดยใช้เทคนิคโพเทนซิโอเมตริกไทเทรชัน แล้ววัดค่าความต่างศักย์ที่เปลี่ยนไป จากนั้นนำไปพลอตกราฟ ระหว่าง ความต่างศักย์กับปริมาตรของกรดไฮโดรคลอริกได้จุดยุติเท่ากับ 8.7 มิลลิลิตร

แล้วนำผลไปคำนวณความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ดังสมการ

$$NH_4OH + HCl \rightarrow NH_4Cl + H_2O$$

หาความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ได้เท่ากับ 0.0277 โมลต่อลิตร

4.2.1.3 การไทเทรตหาปริมาณความเป็นกรดด้วยเทคนิคการไทเทรตย้อนกลับ



รูปที่ 4-9 กราฟการหาปริมาณความเป็นกรดของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์

จากกราฟรูปที่ 4-9 เป็นการหาปริมาณความเป็นกรดด้วยเทคนิคการไทเทรตย้อนกลับ หลังสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ นี้ทำปฏิกิริยากับ H-ZSM-5 แล้วได้จุดยุติเท่ากับ 4 มิลลิลิตร

จากสมการ

$$NH_4OH_{(\text{เกินพอ})} + \text{H-ZSM-5} \rightarrow NH_4\text{-ZSM-5} + H_2O + NH_4OH_{(\text{ที่เหลือ})}$$

$$NH_4OH_{(\text{ที่เหลือ})} + HCl \rightarrow NH_4Cl + H_2O$$

โมลของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ - โมลของกรดในซีโอไลต์ = โมลของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือ

ดังนั้น โมลของกรดในซีโอไลต์ = 0.000690 - 0.000318

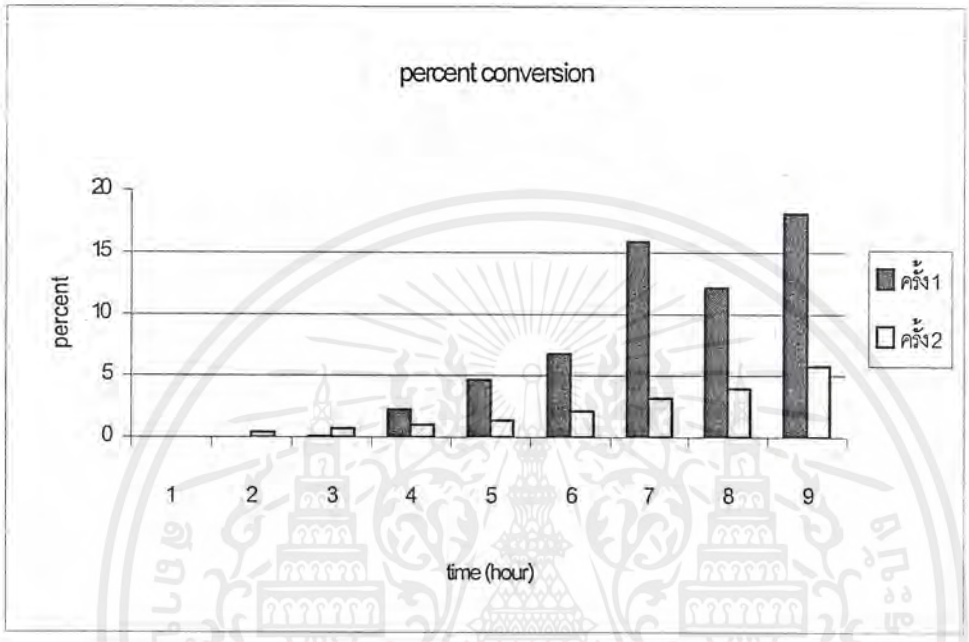
= 0.000372 โมล

0.075 กรัมซีโอไลต์มีโมลกรดเท่ากับ 0.000372 โมล

1 กรัมซีโอไลต์มีโมลกรดเท่ากับ 0.00496 โมล

4.3 การตรวจสอบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์

เมื่อเรานำซีโอไลต์ซึ่งอยู่ในรูปความเป็นกรดแล้ว มาทำปฏิกิริยาการขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล ไปเป็นไซโคลเฮกซีนผลการทดลองแสดงดังรูป



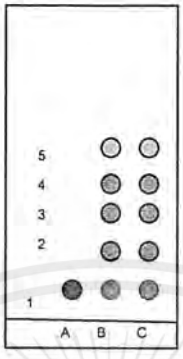
รูป 4-10 กราฟแสดง percent conversion ของปฏิกิริยาการขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอล

การทดลองครั้งที่ 1 สามารถคำนวณหาเปอร์เซนต์ conversion ได้ประมาณ18% และ การทดลองครั้งที่ 2 ได้ประมาณ 6%

จากการทดลองทั้งสองครั้งจะเห็นได้ว่าเปอร์เซนต์ conversion ของการทดลองครั้งที่ 1 จะมากกว่าการทดลองครั้งที่ 2 เนื่องจากความเข้มข้นของไซโคลเฮกซานอลในการทดลองที่ 1 มากกว่าการทดลองครั้งที่ 2 โดยครั้งที่ 1 ความเข้มข้นไซโคลเฮกซานอล 33 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ครั้งที่ 2 ความเข้มข้นไซโคลเฮกซานอล 20 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก จึงทำให้สารตั้งต้นมีโอกาสพบกับตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าดังนั้นไซโคลเฮกซานอลจึงสามารถเปลี่ยนไปเป็นไซโคลเฮกซีนได้ดีกว่า

4.4 การตรวจสอบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์โดยนำไปใช้ในปฏิกิริยาการขจัดน้ำของสเตียรอยด์

4.4.1 ปฏิกิริยาการขจัดน้ำของสเตียรอยด์แบบไม่ใช้ตัวทำละลาย



A คือ สารตั้งต้น

B คือ สารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์

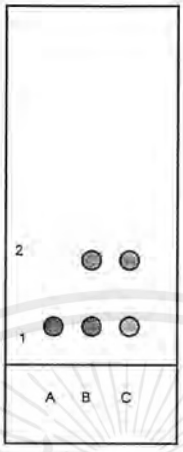
C คือผลิตภัณฑ์

สาร	ผลการให้สีเมื่อส่องด้วย UV 254 nm	ผลการให้สีเมื่อส่องด้วย UV 366 nm	ผลกับสาร developing solvent
A1	ให้สีม่วง	-	ให้สีชมพูแล้วเปลี่ยนเป็นเขียว
B1	ให้สีม่วง	-	ให้สีชมพูแล้วเปลี่ยนเป็นเขียว
B2	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
B3	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
B4	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
B5	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
C1	ให้สีม่วง	-	ให้สีชมพูแล้วเปลี่ยนเป็นเขียว
C2	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
C3	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
C4	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
C5	ให้สีม่วง	-	สีเขียว

จากรูปพบว่าเกิดผลิตภัณฑ์ที่มีความเป็นขั้วน้อยกว่า 20-hydroxyecdysone แสดงให้เห็นว่าซีโอไลต์ที่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สามารถทำให้เกิดการขจัดน้ำของ 20-ECD ได้ แต่ผลิตภัณฑ์ที่ได้มี 4 ตัว ซึ่งความไม่เฉพาะเจาะจงนี้อาจ มีสาเหตุมาจากการทำปฏิกิริยาโดยไม่ใช้ตัวทำละลาย จะทำให้โมเลกุล

ของ 20-ECD ไม่สามารถเคลื่อนไหวได้อย่างอิสระ นอกจากนั้นการทำปฏิกิริยาการขจัดน้ำโดยไม่ใช้ตัวทำละลายยังให้เปอร์เซนต์ yield ที่ต่ำ โดยพิจารณาจากความเข้มของจุดสารตั้งต้นยังเข้มอยู่ เนื่องจากมีสารตั้งต้นบางส่วนที่ไม่สัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยา

4.4.2 การทำปฏิกิริยาการขจัดน้ำของสเตียรอยด์โดยใช้ไดเมทิลฟอมาไมด์เป็นตัวทำละลาย



A คือ สารตั้งต้น

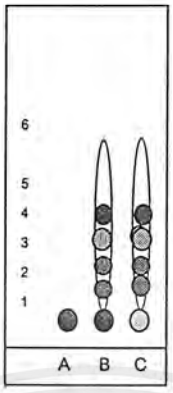
B คือ สารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์

C คือผลิตภัณฑ์

สาร	ผลการให้สีเมื่อส่องด้วย UV 254 nm	ผลการให้สีเมื่อส่องด้วย UV 366 nm	ผลกับสาร developing solvent
A1	ให้สีม่วง	-	ให้สีชมพูแล้วเปลี่ยนเป็นเขียว
B1	ให้สีม่วง	-	ให้สีชมพูแล้วเปลี่ยนเป็นเขียว
B2	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
C1	ให้สีม่วง	-	ให้สีชมพูแล้วเปลี่ยนเป็นเขียว
C2	ให้สีม่วง	-	สีเขียว

จากรูปพบว่าเกิดผลิตภัณฑ์ที่มีขั้วน้อยกว่า 20-ECD เพียงตัวเดียวแต่ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมีปริมาณน้อย ซึ่งน่าจะมีสาเหตุมาจากน้ำที่ปนอยู่ในไดเมทิลฟอมาไมด์ และน้ำที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยา ทำให้เกิดปฏิกิริยาการเติมน้ำเข้าที่พันธะคู่ที่เกิดขึ้นทำให้ปริมาณของผลิตภัณฑ์จึงไม่เพิ่มขึ้นถึงแม้จะใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้นก็ตาม

4.4.3 การทดลองปฏิกิริยาการขจัดน้ำของสเตียรอยด์แบบใช้ตัวทำละลายคือไดเมทิลฟอมาไมด์และใช้ซีโอไลต์เอเป็นตัวดูดน้ำ ดึงน้ำออกจากปฏิกิริยา



A คือ สารตั้งต้น

B คือ สารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์

C คือ ผลิตภัณฑ์

สาร	ผลการให้สีเมื่อส่องด้วย UV 254 nm	ผลการให้สีเมื่อส่องด้วย UV 366 nm	ผลกับสาร developing solvent
A1	ให้สีม่วง	-	ให้สีชมพูแล้วเปลี่ยนเป็นเขียว
B1	ให้สีม่วง	-	ให้สีชมพูแล้วเปลี่ยนเป็นเขียว
B2	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
B3	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
B4	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
B5	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว
B6	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว
C1	ให้สีม่วง	-	ให้สีชมพูแล้วเปลี่ยนเป็นเขียว
C2	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
C3	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
C4	ให้สีม่วง	-	สีเขียว
C6	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว
C5	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว

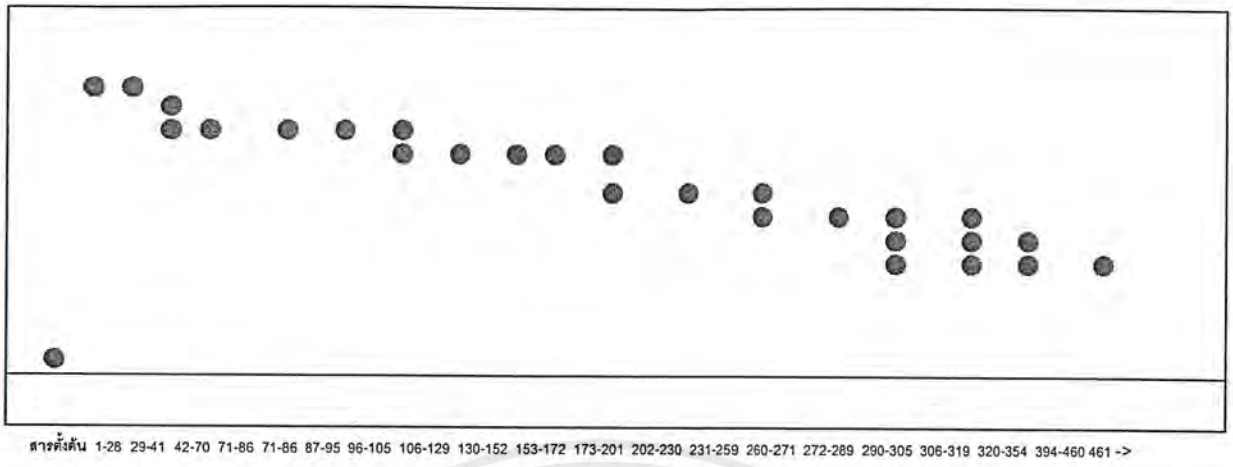
จากรูปพบว่า หลังจากทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง สารตั้งต้นถูกเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ทั้งหมดโดย ผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นมีประมาณ 5 ชนิด ซึ่งมีขั้วน้อยกว่าสารตั้งต้น และดูดกลืนรังสียูวีที่ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตร บางชนิดดูดกลืนรังสียูวีความยาวคลื่น 366 นาโนเมตร โดย C3 มีความเข้มมากสุด ซึ่งน่าจะเป็นผลิตภัณฑ์ตัวหลักของปฏิกิริยา

4.5 ผลการแยกผลิตภัณฑ์ด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี

เนื่องจากการเก็บ fraction ที่ได้จากการชะคอลัมน์ด้วย สารละลายคลอโรฟอร์มและเมทานอลได้ทั้งหมด 461 fraction เมื่อนำส่วนต่างๆไปทดสอบด้วยการส่อง uv และ เทคนิคทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี ได้ผลดังตาราง

หลอด	ผลการให้สีเมื่อส่องด้วย UV 254 nm	ผลการให้สีเมื่อส่องด้วย UV 366 nm	ผลกับสาร devolpong solvent	น้ำหนัก(มิลลิกรัม)
1--28	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว	2.9
29-41	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว	1.9
42-70	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว	5
71-86	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว	0.7
87-95	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว	1.4
96-105	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว	1.4
106-129	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว	4.8
130-152	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว	3.5
153-172	ให้สีม่วง	ให้สีเหลืองเขียว	สีเขียว	1.4
173-201	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	2.9
202-230	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	8
231-259	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	3.1
260-271	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	2.5
272-289	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	5.2
290-305	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	3.6
306-319	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	3.6
320-354	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	7.2
394-460	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	9.1
461--->	ให้สีม่วง	-	สีเขียว	12

ผลการให้สีกับ developing solvent แสดงดังรูป



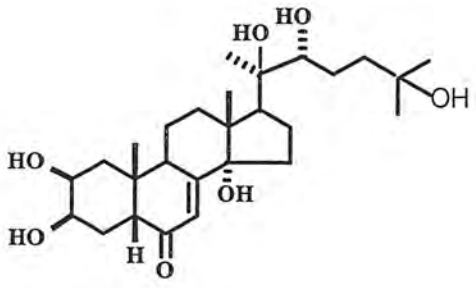
ดังนั้นจากรูปพบว่าผลิตภัณฑ์ซึ่งเกิดขึ้นมีมากมาย จึงแยกเอาเฉพาะส่วนซึ่งค่อนข้างบริสุทธิ์ซึ่งคือหลอด 272-289 โดย ไปวิเคราะห์เทียบกับผลิตภัณฑ์มาตรฐานคือ 25,26-Didehydroponasterone A สารนี้เป็นผลิตภัณฑ์หนึ่งของปฏิกิริยาการขจัดน้ำของ 20-hydroxyecdysone ซึ่งรู้สูตรโครงสร้างแน่นอนผลการทดลองแสดงดังรูป

A คือ 25,26-Didehydroponasterone A

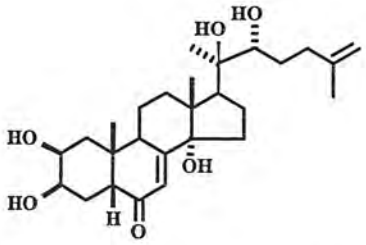
B คือ ผลิตภัณฑ์ + 25,26-Didehydroponasterone A

C คือ ผลิตภัณฑ์

พบว่าขึ้นตรงกับ 25,26-Didehydroponasterone A อย่างไรก็ตามเพื่อให้การยืนยันโครงสร้างสารอย่างปราศจากข้อสงสัย จะต้องใช้เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี รวมทั้งเทคนิคแมสสเปกโทรเมตรีด้วย



20-hydroxyecdysone



25, 26-Didehydroponasterone A

รูปแสดงโครงสร้างของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ในปฏิกิริยาการขจัดน้ำของสาร 20-hydroxyecdysone ด้วยซีโอไลต์

บทที่ 5
สรุปผลการทดลอง

ตอนที่ 1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

จาก scanning electron micrograph ของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ทั้งก่อน และหลังการเผาไล่สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์ พบว่าซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นผลึกกลม และจาก X-ray diffraction pattern ของ ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้เมื่อเปรียบเทียบกับ X-ray diffraction pattern ของซีโอไลต์มาตรฐานทั้งก่อนและหลังการเผาไล่สารประกอบเทมเพลทอินทรีย์แล้ว พบว่ากราฟมีลักษณะเป็นยอดแหลมที่ตำแหน่ง 2θ เดียวกันจึงสรุปได้ว่าซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้นี้เป็นซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 จริง และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ พบว่า ซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้นี้มีอัตราส่วนระหว่าง Si/Al = 39

ตอนที่ 2 การหาปริมาณความเป็นกรดซีโอไลต์

จากการไทเทรตโดยใช้เทคนิคโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชันพบว่าซีโอไลต์ที่ผ่านการปรับปรุงให้มีสมบัติเป็นกรด และสามารถหาปริมาณความเป็นกรดเท่ากับ 4.96×10^{-3} โมลของกรดต่อกรัมซีโอไลต์

ตอนที่ 3 การตรวจสอบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาขจัดน้ำของซีโอไลต์

จากการทดลองทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอลทั้งสองครั้งพบว่าซีโอไลต์ที่เตรียมได้นี้ สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำของไซโคลเฮกซานอลได้ และเมื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ conversion พบว่าการทดลองครั้งที่ 1 มีเปอร์เซ็นต์ conversion สูงกว่าการทดลองครั้งที่ 2 ซึ่งน่าจะเป็นเพราะในการทดลองครั้งที่ 1 มีความเข้มข้นของไซโคลเฮกซานอล 33.3% ซึ่งมากกว่าในการทดลองครั้งที่ 2 (20%) ดังนั้นโอกาสที่สารตั้งต้นจะสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์จึงมีมากกว่าในการทดลองครั้งที่ 2 สรุปได้ว่าความเข้มข้นของสารตั้งต้นมีผลต่อปฏิกิริยาคือ ถ้าสารตั้งต้นมีความเข้มข้นมากกว่าก็จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีกว่า

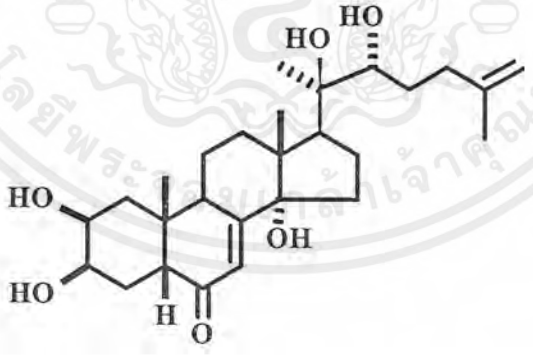
ตอนที่ 4 การแยกผลิตภัณฑ์การทำปฏิกิริยาการขจัดน้ำของสเตียรอยด์

เมื่อเปรียบเทียบการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำทั้ง 3 วิธีพบว่าวิธีที่ดีที่สุดคือการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำโดยใช้ DMF เป็นตัวทำละลายและใช้ซีโอไลต์เอเป็นตัวดึงน้ำออกจากปฏิกิริยา เนื่องจากวิธีนี้สามารถทำให้สารตั้งต้นเปลี่ยนเป็นผลิตภัณฑ์ทั้งหมด ซึ่งการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำโดยใช้ DMF เป็นตัวทำละลายแต่ไม่ใช้ซีโอไลต์เอ ไม่สามารถทำได้เพราะน้ำที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาจะทำให้เกิดปฏิกิริยาการเติมน้ำบนพันธะคู่ที่เกิดขึ้น ผลิตภัณฑ์จึงเปลี่ยนกลับไปเป็นสารตั้งต้นอีก

ส่วนการทำปฏิกิริยาการขจัดน้ำโดยไม่ใช้ตัวทำละลายยังทำให้มีสารตั้งต้นบางส่วนที่ไม่สัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาดังนั้นถึงแม้จะทำปฏิกิริยานานขึ้นก็ไม่สามารถทำให้ปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์ได้

ตอนที่ 5 การแยกผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาการขจัดน้ำของสเตียรอยด์

การแยกผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาขจัดน้ำของ 20-ECD ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี สามารถแยกผลิตภัณฑ์ได้ 5 ชนิด และเมื่อนำผลิตภัณฑ์หลักที่เกิดขึ้นไปเปรียบเทียบกับ 25,26-Didehydroponasterone A โดยใช้เทคนิคทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี (TLC) พบว่าผลิตภัณฑ์หลักที่ได้นี้มีค่า Rf เท่ากับค่า Rf ของ 25,26-Didehydroponasterone A ดังนั้นผลิตภัณฑ์หลักที่ได้นี้จึงอนุมานได้ว่ามีโครงสร้างเหมือนกับ 25,26-Didehydroponasterone A ซึ่งมีโครงสร้างดังรูป



25, 26-Didehydroponasterone A

สรุปได้ว่าการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของ 20-ECD โดยใช้ซีโอไลต์ชนิด ZSM-5 ที่สังเคราะห์ได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สามารถทำให้เกิดการขจัดน้ำที่หมู่ไฮดรอกซิลตำแหน่งที่ 25 ซึ่งอยู่บนโซ่กิ่งได้

ดังนั้นการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของ 20-ECD โดยใช้ซีโอไลต์ ZSM-5 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจึงน่าจะเป็นวิธีการที่ดีที่จะใช้เพื่อปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์ 25,26-Didehydroponasterone A ที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน เนื่องจากซีโอไลต์สามารถทำให้เกิดการขจัดน้ำที่หมู่ไฮดรอกซิลตำแหน่งที่ 25 ที่อยู่บนโซ่กิ่งได้โดยไม่ต้องป้องกันการเกิดปฏิกิริยาของหมู่ไฮดรอกซิลตรงตำแหน่งอื่นที่มีความว่องไวมากกว่า จึงสามารถลดขั้นตอนยุ่งยากในการสังเคราะห์ทำให้สิ้นเปลืองน้อยลงและที่สำคัญคือผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมี 25,26-Didehydroponasterone A เป็นผลิตภัณฑ์หลักโดยไม่มี Starchysterone C เป็นผลิตภัณฑ์ร่วมปนมาเหมือนกับการทำปฏิกิริยาขจัดน้ำของ 20-ECD วิธีทั่วๆไป ซึ่งจะทำให้ลดปัญหาในการแยกผลิตภัณฑ์เนื่องจาก 25,26-Didehydroponasterone A และ Starchysterone C มีความเป็นขั้วใกล้เคียงกันมาจึงแยกออกจากกันได้ยากมาก และถึงแม้ว่าการใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ชนิดอื่นด้วยแต่ผลิตภัณฑ์เหล่านี้ก็สามารถแยกออกจากกันโดยใช้วิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีได้ง่าย

ภาคผนวก

ขั้นตอนการคำนวณ

1.การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ ZSM-5

ใช้เตตระโพรพิลแมโมเนียมโบรไมด์เป็นสารประกอบเทมเพลทอินทรีย์

สูตรเจล $4Na_2O : Al_2O_3 : 40SiO_2 : 2TPA\text{-}Br : 1200H_2O$

ในการสังเคราะห์ต้องการ

1.1 น้ำ 25 กรัม คิดเป็น 1.3889 โมล

1.2 อะลูมินา 0.0011574โมล

1.3 โซเดียมออกไซด์ 0.0046296 โมล

เนื่องจากการวิเคราะห์โซเดียมอะลูมิเนต ด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์ พบว่าโซเดียมอะลูมิเนตนำมาใช้ในการสังเคราะห์ประกอบด้วยอะลูมินา 58.84 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก และโซเดียมออกไซด์ 41.15 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก

ดังนั้นจึงต้องใช้โซเดียมอะลูมิเนต 0.2005 กรัม จึงจะได้อะลูมินา 0.0011574 โมล และโซเดียมออกไซด์ 0.0013296 โมล

ส่วนโซเดียมออกไซด์ยังขาดอีก 0.0033 โมล สามารถเพิ่มได้จากโซเดียมไฮดรอกไซด์ ดังสมการ

$$2NaOH \longrightarrow Na_2O + H_2O$$

ซึ่งต้องใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.0066 โมล คิดเป็น 0.2638 กรัม และจะได้น้ำ 0.0033 โมล คิดเป็น 0.00528 กรัม

1.4 ซิลิกา 0.0463 โมล

เนื่องจากซิลิกาเตรียมได้จากสารละลายคอลลอยด์ของซิลิกาในน้ำ (Ludox) 40 %โดยน้ำหนัก จึงต้องชั่งสารละลายคอลลอยด์ของซิลิกา (Ludox) 40 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนักมา 6.9547 กรัม เพื่อให้ได้ซิลิกา 0.0463 โมล และน้ำ 4.2 กรัม

1.5 เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ 0.0023148 โมล คิดเป็น 0.6163 กรัม

ส่วนน้ำที่ต้องเพิ่มคำนวณได้จาก ปริมาณน้ำที่ต้องการ ลบด้วยน้ำที่ได้จากโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายคอลลอยด์ของซิลิกา เท่ากับ 25-0.0528-4.2 เท่ากับ 20.7472 กรัม

เอกสารอ้างอิง

1. Cronstedt, A. F., Acad. *Handl. Stockholm*,1756,17,120.

2. Weigel, O. and Steinhoff, E .,"Adsorption of Organic Liquid Vapors by Chabazite" Z.Kristallogr. 61(1925):125-154.

3.Breck, D. W.,"Synthetic Zeolites,Properties and Applications ".AIME preprint 73 H36, . England,1973 : 32.

4.Meier, W. M.,Molecular Sieves, Society for Chemical Industry, London, 10(1968).

5.Meier, W. M. and Olson, D. H., Atlas of Zeolite Structure types, 3rd ed., Butterworths, 1992.

6.Dyer, A. *An Introduction to Zeolite Molecular* , Wiley, New York, *1998*.

7.Davis, E., *Chemtech, 1994*, 24(9) ,22.

8.Breck, D. W.,"Synthetic Zeolites, Properties and Applications ", AIME preprint 73 H36, England, 1973:57.

9.Parrillo D. J. , and Gorte R. J. *J.Phys. Chem*.1993,97,8786-8792.

10.Wendlandt K. P., Toufar H. and Unger B. *J.Chem.Soc. Faraday.Trans*.1991,87, 2507-2513

11.Smirniotis P. G. and Ruckenstein E.*Ind.Eng.Chem.Res*.1994,33,800-813