

การศึกษาการเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ



ณัฐกานต์ หวังเฟื่องคณากุล

นิธิกานต์ วิวัฒนกิติกุล

บัณฑิต อำนวย์ชาญชัย

เลขที่.....

เลขทะเบียน.....33508

วัน, เดือน, ปี 1 3 2542

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ปีการศึกษา 2541  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# Catalytic Study of Titanium Containing Zeolites



A Special Project Submitted in Partial Fulfilment of the Requirement of the  
Degree of Bachelor of Science  
Department of Chemistry  
Faculty of Science

King Mongkut 's Institute of Technology Ladkrabang

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
1998  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

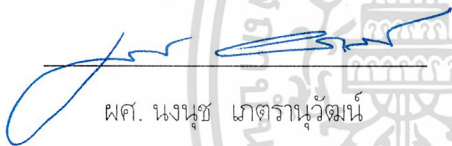
หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาการเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

โดย นางสาวณัฐกานต์ หวังเฟื่องคณากุล  
นางสาวนธิกานต์ วัฒนกิติกุล  
นายบัณฑิต อนันต์ชาญชัย

ภาควิชา เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ตะวัน สุขน้อย

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้รับโครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

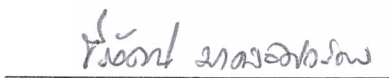
  
ผศ. นงนุช เกตรานูวัฒน์ หัวหน้าภาค

คณะกรรมการโครงการพิเศษ



รศ.ดร. คัทตา ไตรศักดิ์

ประธานกรรมการ



ผศ.ดร. ชีรวัดน์ มงคลอัครวัฒน์

กรรมการ



ดร. ตะวัน สุขน้อย

กรรมการ

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ในสถานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาการเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ
นักศึกษา	นางสาวณัฐกานต์ หวังเฟื่องคนากุล นางสาวนธิกานต์ วัฒนกิติกุล นายบัณฑิต อนันต์ชาญชัย
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. ตะวัน สุขน้อย
ภาควิชา	เคมี
ปีการศึกษา	2541

### บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ เป็นการศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ โดยซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ ได้แก่ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1) และไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) ซึ่งสามารถตรวจสอบเอกลักษณ์ โดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR) และเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็ง (Autosorb-1C)

สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ สามารถตรวจสอบโดยนำซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน โดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์ ในกรณีนี้จะได้ศึกษาผลของปริมาณไททาเนียมที่แตกต่างกัน ความสมบูรณ์ของผลึก เวลาในการทำปฏิกิริยา อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ชนิดและปริมาณตัวทำละลาย นอกจากนี้ยังทำการศึกษาแนวทางของกลไกของเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน จากการศึกษาพบว่า ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ที่มีปริมาณไททาเนียมและความเป็นผลึกสูง จะทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ดี ปฏิกิริยาออกซิเดชันจะเริ่มคงที่หลังจากใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง อุณหภูมิของปฏิกิริยาที่เหมาะสมจะอยู่ในช่วง 60-80 องศาเซลเซียส กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่เหมาะสม ทำให้เกิดเปอร์อะซิติก ซึ่งมีส่วนช่วยในปฏิกิริยาออกซิเดชัน และปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซนจะเกิดเป็นไซโคลเฮกซานอลก่อนบางส่วน จึงเกิดเป็นไซโคลเฮกซาโนน และมีบางส่วนของไซโคลเฮกซาโนนที่เกิดจากไซโคลเฮกเซนโดยตรง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title                   Catalytic Study of Titanium Containing Zeolites  
Name                                       MISS NATTAKARN WANGFUENKANAGUL  
  MISS NITHIKAN WATTANAKITIKUN  
  MR. BUNDHIT ANANTCHANCHAI  
Special Project Advisor                Dr. TAWAN SOOKNOI  
Department                             Chemistry  
Academic Year                         1998

### Abstract

In this special project, catalytic study of titanium containing zeolites are investigated. Titanium silicalite (TS-1) and Titanium MCM-41 (Ti-MCM-41) are synthesised and characterised by X-Ray Diffractometer (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) and Autosorb-1C

Catalytic activities are evaluated by oxidation of cyclohexane with hydrogenperoxide. The effects of titanium content, crystallinity, reaction time, reaction temperature and solvent are experimentally studied. In addition mechanism of the reaction are also investigated. It is found that Titanium silicalite with high amount of titanium and crystallinity possess high activity for the reaction. The conversion reaches it maximum after 8 hours and appropriated reaction temperature is ranged between 60-80 °C. Acetic was found to enhance catalytic activity as compared to those using methyl ethyl ketone as solvent. It is also evidenced that cyclohexane is produced from oxidation of cyclohexanol and directly from cyclohexane.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจากคณาจารย์และบุคลากรหลายฝ่ายที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อความสมบูรณ์ของโครงการนี้ ทางผู้จัดทำโครงการพิเศษนี้จึงขอขอบพระคุณผู้ให้ความช่วยเหลือและความอนุเคราะห์ดังรายนามต่อไปนี้

ขอขอบคุณ ดร.ตะวัน สุขน้อย ที่ให้คำแนะนำและคำปรึกษาเป็นอย่างดีในการทำโครงการพิเศษฉบับนี้มาตลอด

ขอขอบคุณ ดร.ไพศาล เสตะสุวรรณ ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในการตรวจวิเคราะห์ซีไอไลต์ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)

ขอขอบคุณ คุณสมศักดิ์ แสงศิลา และเจ้าหน้าที่ฝ่ายวิจัยหินและแร่ กองวิเคราะห์ กรมทรัพยากรธรณี ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในการตรวจวิเคราะห์ซีไอไลต์ ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)

ขอขอบคุณ ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่กรุณาเอื้อเฟื้อและอำนวยความสะดวกในการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ขอขอบคุณ กรรมการทุกท่าน ที่ช่วยในการตรวจสอบและแก้ไข ให้โครงการพิเศษฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเคมี ภาควิชาเคมี ทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือและให้ความสะดวกในการใช้เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือเป็นอย่างดีมาตลอด และขอบคุณกำลังใจจากเพื่อน ๆ พี่ ๆ และน้อง ๆ ทุกคนที่ทำให้โครงการพิเศษนี้ สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

นางสาวณัฐกานต์ หวังเฟื่องคนากุล

นางสาวนิธิกานต์ วัฒนกิติกุล

นายบัณฑิต อนันต์ชาอุชัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ญ
บทที่ 1 บทนำ	1
วัตถุประสงค์ในการวิจัย	2
ขอบเขตการวิจัย	2
ผลที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง	3
ซีโอไลต์	3
โครงสร้างของซีโอไลต์	3
วัสดุคล้ายซีโอไลต์	4
สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์	5
ขั้นตอนการสังเคราะห์ซีโอไลต์	6
ตัวแปรที่มีผลต่อการเกิดซีโอไลต์	7
สมบัติของซีโอไลต์	7
ซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ	9
ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1)	11
ไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41)	13
ซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้า (Ti-Beta)	15
กลไกที่คาดว่าจะเกิดขึ้นในปฏิกิริยาออกซิเดชันเมื่อใช้ซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ	17
การประยุกต์นำซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 การดำเนินการวิจัย	19
สารเคมี	19
เครื่องมือที่ใช้	20
ขั้นตอนการวิจัย	22
วิธีการวิจัย	23
ตอนที่ 1 การศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ที่มีไททาเนียม เป็นองค์ประกอบ	23
การสังเคราะห์ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1)	23
การสังเคราะห์ไททาเนียม MCM-41	24
การเผาไหม้เพลดอกอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์ (Calcination)	25
การตรวจสอบซีโอไลต์สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ	26
ตอนที่ 2 การศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียม เป็นองค์ประกอบ	28
การทดลองที่ 1 ศึกษาผลของปริมาณไททาเนียมและความสมบูรณ์ ของผลึกที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน	29
การทดลองที่ 2 ศึกษาผลของเวลาที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน	29
การทดลองที่ 3 ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน	29
การทดลองที่ 4 ศึกษาผลของตัวทำละลายที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน	29
การทดลองที่ 5 ศึกษาแนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ของไซโคลเฮกเซน	31
การทดลองที่ 6 ศึกษาการนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่	31
บทที่ 4 ผลการวิจัยและวิจารณ์	32
ตอนที่ 1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ	32
การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Powder Diffraction, XRD)	32
การวิเคราะห์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier-Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)	32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์อื่นใด  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)	50
การวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของ ของแข็ง (Autosorb-1C)	51
ตอนที่ 2 การศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียม เป็นองค์ประกอบ	52
ผลของปริมาณไททาเนียมและความสมบูรณ์ของผลึกที่แตกต่างกัน	53
ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยา	55
ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา	57
ผลของตัวทำละลายที่ใช้ในปฏิกิริยา	58
แนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยา	65
การนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่	68
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย	69
ตอนที่ 1 การศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็น องค์ประกอบ	69
ตอนที่ 2 การศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็น องค์ประกอบ ที่มีผลต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน	70
ข้อเสนอแนะ	71
ภาคผนวก ก ผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี	72
ภาคผนวก ข ผลและวิธีการคำนวณผลที่ได้จากการไทเทรตที่ได้จากการสังเคราะห์ เปอร์อะซิติก	93
ภาคผนวก ค ผลที่ได้จากการสังเคราะห์เปอร์อะซิติก	95
ภาคผนวก ง วิธีคำนวณสูตรเฉลี่ยในการสังเคราะห์ซีโอไลต์	96
ภาคผนวก จ สารและสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์	100
ภาคผนวก ฉ การเตรียมสารมาตรฐาน	101
ภาคผนวก ช การคำนวณหาปริมาณผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น	102
ภาคผนวก ซ โครมาโทแกรมที่ได้จากเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี	104
ภาคผนวก ฌ ผลของเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)	114
ภาคผนวก ฎ ผลของเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็ง (Autosorb-1C)	116



## สารบัญตาราง (ต่อ)

		หน้า
ตารางที่ 8ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1) โดยใช้กรดอะซีติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส	81
ตารางที่ 9ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1) โดยใช้กรดอะซีติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ก่อน	82
ตารางที่ 10ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซีติก 25 กรัม เป็นตัวทำละลาย	83
ตารางที่ 11ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซีติก 20 กรัม เป็นตัวทำละลาย	84
ตารางที่ 12 ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซีติก 20 กรัม และน้ำ 10 กรัม เป็นตัวทำละลาย	85
ตารางที่ 13 ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1) โดยใช้กรดอะซีติก ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้ไซโคลเฮกซานอลเป็นสารตั้งต้น	86
ตารางที่ 14ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1R) โดยใช้กรดอะซีติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส	87
ตารางที่ 15ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1R) โดยใช้กรดอะซีติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้เปอร์อะซีติกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์	88
ตารางที่ 16ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-2) โดยใช้กรดอะซีติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส	89

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า	
ตารางที่ 17ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-2) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส	90
ตารางที่ 18ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-2) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส	91
ตารางที่ 19ก	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-2) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 48 ชั่วโมง	92
ตารางที่ 1ข	แสดงปริมาตรสารที่ใช้ในการไทเทรตในการสังเคราะห์เปอร์อะซิติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1R)	93
ตารางที่ 2ข	แสดงปริมาตรสารที่ใช้ในการไทเทรตในการสังเคราะห์เปอร์อะซิติกโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	93
ตารางที่ 1ค	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์เปอร์อะซิติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B3-1R)	95
ตารางที่ 2ค	แสดงผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์เปอร์อะซิติก โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	95
ตารางที่ 1จ	แสดงสูตรเฉลี่ยและแหล่งที่มาของสารที่ใช้ และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์	100

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2-1a	แสดงลักษณะไททาเนียมที่เป็น Titanyl group (Species I) ที่อยู่ในโครงสร้างของซีโอไลต์	9
รูปที่ 2-1b	แสดงลักษณะไททาเนียมที่รูปทรงเหลี่ยมสี่หน้า (Species II) ที่อยู่ในโครงสร้างของซีโอไลต์	9
รูปที่ 2-2a	แสดง Infrared spectrometer ของ pure silica	10
รูปที่ 2-2b	แสดง Infrared spectrometer ของ Ti-Beta (1.03 Ti/uc)	10
รูปที่ 2-2c	แสดง Infrared spectrometer ของ high silica (Si/Al > 700)	10
รูปที่ 2-2d	แสดง Infrared spectrometer ของ Ti-Beta (1.63 Ti/uc)	10
รูปที่ 2-3a	แสดงโครงสร้างแบบ Channel แบบ MFI	11
รูปที่ 2-3b	แสดง framework แบบ MFI	11
รูปที่ 2-3c	แสดง windows ซึ่งเป็นรูพรุนจุลภาคขนาดกลาง (10 T-ring)	11
รูปที่ 2-4	แสดง X-ray diffraction pattern ของ ZSM-5	12
รูปที่ 2-5	แสดง Scanning electron micrograph ของโครงสร้างแบบ MFI ของ ZSM-5	12
รูปที่ 2-6	แสดงกลไกการเกิด MCM-41	13
รูปที่ 2-7	แสดง X-ray diffraction pattern ของ MCM-41	14
รูปที่ 2-8a	แสดง Transmittant electron micrograph ของ MCM-41	14
รูปที่ 2-8b	แสดง Transmittant electron micrograph ของ MCM-41	14
รูปที่ 2-8c	แสดง Scanning electron micrograph ของ MCM-41	14
รูปที่ 2-8d	แสดง Transmittant electron micrograph ของ MCM-41	14
รูปที่ 2-9a	แสดงโครงสร้างแบบ Channel แบบ BEA	15
รูปที่ 2-9b	แสดง framework แบบ BEA	15
รูปที่ 2-9c	แสดง windows ซึ่งเป็นรูพรุนจุลภาคขนาดใหญ่ (12 T-ring)	15
รูปที่ 2-10	แสดง X-ray diffraction pattern ของซีโอไลต์บีต้า	16
รูปที่ 2-11	แสดง Scanning electron micrograph ของซีโอไลต์บีต้า	16
รูปที่ 3-1	แสดงการจัดชุดรีฟลักซ์ในการศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

		หน้า
รูปที่ 4-1a	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B1)	32
รูปที่ 4-1b	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B1)	32
รูปที่ 4-2	แสดง X-ray diffraction pattern ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B1) หลังเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์	33
รูปที่ 4-3a	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2)	34
รูปที่ 4-3b	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2)	34
รูปที่ 4-4	แสดง X-ray diffraction pattern ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2)	35
รูปที่ 4-5a	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) หลังเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์	36
รูปที่ 4-5b	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) หลังเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์	36
รูปที่ 4-6	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) หลังเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์	37
รูปที่ 4-7a	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1)	39
รูปที่ 4-7b	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1)	39
รูปที่ 4-8	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1)	40
รูปที่ 4-9	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2)	41
รูปที่ 4-10a	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) หลังเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์	42
รูปที่ 4-10b	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) หลังเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์	42

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับผูกมัดให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

		หน้า
รูปที่ 4-11	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) หลังเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์	43
รูปที่ 4-12	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) หลังเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์	44
รูปที่ 4-13	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) หลังเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์ และทำการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 420 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง	45
รูปที่ 4-14	แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของไททาเนียม MCM-41	46
รูปที่ 4-15	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียม MCM-41	46
รูปที่ 4-16	แสดง FT-IR ของชั้นไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41)	48
รูปที่ 4-17	แสดง FT-IR ของชั้นผลึกไทโนซิลิเกต (TS-1 B1)	48
รูปที่ 4-18	แสดง FT-IR ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2)	49
รูปที่ 4-19	แสดง FT-IR ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3)	49
รูปที่ 4-20	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	53
รูปที่ 4-21	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2 และ B3-2) และไททาเนียม MCM-41 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	54
รูปที่ 4-22	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	55
รูปที่ 4-23	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield base on cyclohexane กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1B3-2) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	56
รูปที่ 4-24	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	57

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

		หน้า
รูปที่ 4-25	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield of total product base on hydrogen peroxide กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้า ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และไม่ใช่ตัวทำละลาย	58
รูปที่ 4-26	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield of peracetic base on acetic acid กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาของการสังเคราะห์เปอร์อะซิติก โดยใช้และไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	59
รูปที่ 4-27	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Selectivity กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาของการสังเคราะห์เปอร์อะซิติก โดยใช้และไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	60
รูปที่ 4-28	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้ตัวออกซิไดส์ต่าง ๆ	61
รูปที่ 4-29	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ลดลงและปริมาณเปอร์อะซิติกที่เกิดขึ้น กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส	62
รูปที่ 4-30	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield of total product base on hydrogen peroxide กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1 และ B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส	62
รูปที่ 4-31	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield of total product base on hydrogen peroxide กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1 และ B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	63
รูปที่ 4-32	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง % conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) โดยเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ก่อน และเติมไซโคลเฮกเซนก่อน ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส	65
รูปที่ 4-33	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield of cyclohexanone based on cyclohexanol กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยใช้ไซโคลเฮกซานอลเป็นสารตั้งต้น ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	67

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4-34	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1 และ B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	68
รูปที่ 1ข	แสดงโครมาโทแกรมที่ได้จากสารมาตรฐาน ที่ใช้ในการตรวจสอบผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น	104
รูปที่ 2ข	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมบีตา ซึ่งไม่ใช่ตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส	104
รูปที่ 3ข	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมบีตา ซึ่งใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส	105
รูปที่ 4ข	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียม MCM-41 ซึ่งใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส	105
รูปที่ 5ข	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	106
รูปที่ 6ข	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	106
รูปที่ 7ข	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	107
รูปที่ 8ข	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	107
รูปที่ 9ข	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส	108

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์สำหรับใช้ในการเรียนการสอนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า โดยเติมไฮดรเจนเปอร์ออกไซด์ก่อน และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

		หน้า
รูปที่ 10ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติก 25 กรัม เป็นตัวทำละลาย	108
รูปที่ 11ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติก 20 กรัม เป็นตัวทำละลาย	109
รูปที่ 12ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติก 20 กรัม และน้ำ 10 กรัม เป็นตัวทำละลาย	109
รูปที่ 13ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้ไซโคลเฮกซานอลเป็นสารตั้งต้น และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	110
รูปที่ 14ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	110
รูปที่ 15ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เปอร์อะซิติกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์	111
รูปที่ 16ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	111
รูปที่ 17ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	112
รูปที่ 18ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย	112

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 19ซ	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่าง ๆ	113
รูปที่ 1ฅ	แสดงผลที่ได้เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ของไททาเนียม MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้	114
รูปที่ 2ฅ	แสดงผลที่ได้เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้	115
รูปที่ 1ฅญ	แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้	117
รูปที่ 2ฅญ	แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้	118
รูปที่ 3ฅญ	แสดงกราฟแสดงค่า BET ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้	119
รูปที่ 4ฅญ	แสดงกราฟแสดง Pore size distribution ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้	120
รูปที่ 5ฅญ	แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่สังเคราะห์ได้	121
รูปที่ 6ฅญ	แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่สังเคราะห์ได้	122
รูปที่ 7ฅญ	แสดงกราฟแสดงค่า BET ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่สังเคราะห์ได้	123
รูปที่ 8ฅญ	แสดงกราฟแสดง Pore size distribution ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่สังเคราะห์ได้	124
รูปที่ 9ฅญ	แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) ที่สังเคราะห์ได้	125
รูปที่ 10ฅญ	แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) ที่สังเคราะห์ได้	126
รูปที่ 11ฅญ	แสดงกราฟแสดงค่า BET ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) ที่สังเคราะห์ได้	127

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่ขึ้นด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 1

### บทนำ

#### ความสำคัญและที่มาของโครงการพิเศษ

ในปัจจุบัน ซีไอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งในทางอุตสาหกรรม เนื่องจากซีไอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาออกซิเดชันสารประกอบอินทรีย์ เช่น อัลเคน อัลคีน แอลกอฮอล์ ให้เป็นสารประกอบจำพวกอัลดีไฮด์ คีโตน อีพอกไซด์ และกรดคาร์บอกซิลิกได้ที่อุณหภูมิต่ำ ในปฏิกิริยาจะใช้ซีไอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์ ในสภาวะที่ไม่รุนแรง และช่วยให้สารประกอบจำพวกอัลเคนถูกออกซิไดส์ได้ง่ายขึ้น เนื่องจากสารประกอบอัลเคนมีความเสถียร โดยปกติต้องใช้สภาวะรุนแรงในการแตกพันธะคาร์บอน-คาร์บอน นอกจากนี้ซีไอไลต์ยังมีความเฉพาะเจาะจงต่อสารที่จะเข้ามาทำปฏิกิริยา เนื่องจากซีไอไลต์มีขนาดรูพรุนและโครงสร้างที่แน่นอน

ในงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาการสังเคราะห์ซีไอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบซึ่งมีความแตกต่างในทางโครงสร้างและขนาดรูพรุน ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ซีไอไลต์ 2 ชนิด ได้แก่ ซีไอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1) และไททาเนียม MCM-41 ทำการศึกษาความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้ซีไอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นไซโคลเฮกซาโนน และไซโคลเฮกซานอล ซึ่งไซโคลเฮกซาโนนสามารถใช้เป็นสารตั้งต้นในปฏิกิริยาเอมมอกซิเมชันให้กลายเป็นคาร์โบ-แลกโตน สำหรับใช้ทำเป็นไนลอน-6 โดยปฏิกิริยาดังกล่าวสามารถใช้ซีไอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้เช่นกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## วัตถุประสงค์ในการวิจัย

1. เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ
2. เพื่อศึกษาถึงความแตกต่างของปริมาณไททาเนียมและความสมบูรณ์ของผลึกของซีโอไลต์ที่มีต่อการเร่งปฏิกิริยา
3. เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสม ได้แก่ เวลา อุณหภูมิ และตัวทำละลายสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซน
4. เพื่อศึกษาแนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซน

## ขอบข่ายการวิจัย

1. ศึกษาการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ ได้แก่ ซีโอไลต์ไทเทเนียมบีต้าไททาเนียม MCM-41 และซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์
2. ศึกษาวิธีการตรวจสอบซีโอไลต์โดยวิธีต่าง ๆ
3. ศึกษาอิทธิพลของปริมาณไททาเนียมของซีโอไลต์ที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน
4. ศึกษาถึงอิทธิพลของความสมบูรณ์ของผลึกที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน
5. ศึกษาอิทธิพลของเวลาที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน
6. ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซนในวัฏภาคของเหลว
7. ศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน
8. ศึกษาแนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน
9. ศึกษาการนำซีโอไลต์กับมาใช้ใหม่

## ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทำให้ทราบถึงวิธีการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ
2. ทำให้ทราบถึงผลของปริมาณไททาเนียมและความสมบูรณ์ของผลึกซีโอไลต์ที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน
3. ทำให้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน
4. ทำให้ทราบถึงแนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

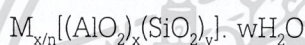
### ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

#### ซีโอไลต์ (Zeolite)

ซีโอไลต์มาจากคำภาษากรีกว่า Zein และ Lithos หมายความว่า "หินเดือด" ซึ่งถูกค้นพบในปี 1756 โดยนักแร่วิทยา ชาวสวีเดน ชื่อ Cronstedt

ซีโอไลต์ คือ ผลึกที่มีอยู่ในธรรมชาติที่ประกอบด้วยสารประกอบจำพวกอะลูมิโนซิลิเกตที่มีโครงสร้างเป็น 3 มิติ และเป็นพอลิฮีดร่า (Polyhedral) ของ  $[\text{SiO}_2]^{4-}$  และ  $[\text{AlO}_4]^{4-}$  ซึ่งจะมีไอออนบวกกับน้ำอยู่ในช่องว่าง

สูตรโครงสร้างของซีโอไลต์ แสดงได้ในรูปหน่วยเซลล์ของผลึกดังนี้



เมื่อ M เป็นไอออนที่มีประจุบวก n

w เป็นจำนวนโมเลกุลของน้ำ

y/x มีค่าระหว่าง 1-∞ ขึ้นกับโครงสร้างของผลึก

#### โครงสร้างของซีโอไลต์

การจัดเรียงตัวของซีโอไลต์ในขั้นเริ่มต้นเริ่มจากโครงสร้างปฐมภูมิ (Primary building block หรือ Primary unit) ซึ่งมีลักษณะเป็นเตตราฮีดรอล (tetrahedral) ที่มีออกซิเจน 4 ตัวล้อมรอบซิลิกอน 1 อะตอม จากโครงสร้างปฐมภูมิจะเชื่อมต่อกันผ่านมุมของออกซิเจนเป็นโครงสร้างทุติยภูมิ (Secondary Building units หรือ sbus) ซึ่งมีอยู่ทั้งหมด 9 แบบ จากนั้นโครงสร้างทุติยภูมิจะมีการสร้างพันธะเชื่อมต่อกันระหว่างโครงสร้างกลายเป็นโครงสร้างตติยภูมิ (Tertiary building unit หรือ Polyhedra) ขึ้น และโครงสร้างตติยภูมิจะเชื่อมกันได้เป็นโครงร่างผลึกของซีโอไลต์ การเชื่อมกันนี้จะทำให้เกิดช่องว่างหรือรูพรุนในซีโอไลต์ ซึ่งแบ่งเป็น 2 ชนิด คือ

1. โครงสร้างแบบ Cage ซึ่งซีโอไลต์ที่มีรูพรุนแบบนี้ มักจะเป็นซีโอไลต์ที่มี Si/Al ต่ำ เช่น ซีโอไลต์ A, X, Y เป็นต้น
2. โครงสร้างแบบ Channel ซึ่งซีโอไลต์ที่มีรูพรุนแบบนี้ มักจะเป็นซีโอไลต์ที่มี Si/Al สูง เช่น ZSM-5 เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเชื่อมต่อกันของ sbus ในลักษณะที่ต่างกันจะทำให้ได้ลักษณะของโครงสร้างที่แตกต่างกันหลาย ๆ ชนิด เมื่อนำธาตุอื่นมาแทนที่ซิลิกอนอะตอมทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์มีความซับซ้อนมากยิ่งขึ้น เช่น การนำไททาเนียมอะตอมเข้าแทนที่ซิลิกอนอะตอม ซึ่งทำให้ซีโอไลต์มีการประยุกต์ใช้งานได้มากขึ้น แต่การนำอะตอมอื่นเข้าไปแทนที่ก็มีข้อควรระวัง คือ จะต้องไม่ทำให้เกิดความเค้นภายในโครงสร้างมากเกินไป และต้องทำให้โครงสร้างมีประจุเป็นกลาง เช่น ใน  $[\text{SiO}_2]_n$  แต่ถ้าทำการแทนที่ซิลิกอนอะตอม ด้วยอะลูมิเนียมอะตอม จะทำให้เกิดประจุลบเหลืออยู่บนโครงร่างผลึก ซึ่งทำให้ซีโอไลต์จะต้องมีไอออนบวกมาทำให้สมดุล และไอออนบวกนั้นจะไม่เกิดพันธะที่แข็งแรงบนโครงร่างผลึกของซีโอไลต์ ทำให้ซีโอไลต์มีคุณสมบัติในการแลกเปลี่ยนไอออนได้ ซึ่งไอออนบวกเหล่านี้จะอยู่ในช่องว่างรูพรุนของซีโอไลต์ ทำให้สามารถควบคุมขนาดของรูพรุนของซีโอไลต์ได้ โดยขนาดของไอออนบวก

ในโครงสร้างของซีโอไลต์ จะมีช่องว่างซึ่งภายในจะมีน้ำ และประจุบวก และเมื่อทำการไล่น้ำออกหมด ทำให้ซีโอไลต์มีคุณสมบัติทางเคมี ทางกายภาพ ในการดูดซับสารที่ต่างกัน ในซีโอไลต์แต่ละชนิด

ลักษณะของน้ำในผลึกของซีโอไลต์จะแปรผันกับขนาดของช่องว่างภายในโพรงของโครงร่างผลึก ซึ่งปกติจะมีน้ำมากถึง 50 เปอร์เซ็นต์ของปริมาณผลึกทั้งหมด เมื่อไล่น้ำออกทำให้เกิดช่องซึ่งสามารถดูดซับสารอื่นไว้ได้

สำหรับปริมาณและตำแหน่งของน้ำในโครงสร้างของน้ำในโครงร่างผลึกของซีโอไลต์จะขึ้นอยู่กับ

1. ลักษณะของโครงร่างของโมเลกุลซีโอไลต์ เช่น
  - ☆ ขนาดของรูพรุน
  - ☆ รูปร่างของรูพรุนหรือโพรง
2. จำนวนและธรรมชาติของไอออนประจุบวกที่อยู่ในโพรงของโครงร่างผลึกซีโอไลต์

## วัสดุคล้ายซีโอไลต์ (Zeotype Materials)

วัสดุคล้ายซีโอไลต์ (Zeotype Materials) คือ วัสดุรูพรุนจุลภาคที่มีโครงสร้างเหมือนซีโอไลต์ แต่แตกต่างที่มีอะตอมอื่นเข้ามาแทนที่ซิลิกาหรืออะลูมินา เช่น ออกไซด์ของโลหะ เป็นต้น ทำให้องค์ประกอบทางเคมีแตกต่างไปจากซีโอไลต์ ซึ่งวัสดุคล้ายซีโอไลต์จะมีองค์ประกอบของธาตุอื่น ทำให้สมบัติต่าง ๆ เปลี่ยนแปลงไปแม้จะมีโครงสร้างเป็นแบบเดียวกันก็ตาม สามารถแบ่งวัสดุคล้ายซีโอไลต์ ได้ดังนี้

### 1. Metallosilicates

เป็นวัสดุที่เกิดจากธาตุวาเลนซ์สาม (Trivalent) ชนิดอื่นนอกเหนือจากอะลูมิเนียม (Al) เช่น โบรอน แกลเลียม เป็นต้น กับซิลิกามารวมกันเป็นโครงร่าง (framework) ทำให้โครงสร้างที่ได้มีขั้วเกิดขึ้น และทำให้ควบคุมความเป็นกรดเป็นเบสได้ โลหะที่มาแทนที่อะลูมิเนียม ทำให้วัสดุซีโอไลต์มีสมบัติในการออกซิเดชัน หรือรีดักชันได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. Metalloaluminate

เป็นวัสดุที่เกิดจากธาตุวาเลนซ์สี่ (Tetravalent) ชนิดอื่น มาแทนที่ซิลิกอน ซึ่งการเกิด Metalloaluminate เกิดได้ยาก เนื่องจากจะทำให้ต้องมีประจุบวกมาดุลประจุเป็นจำนวนมากทำให้โครงสร้างไม่เสถียรต่อความชื้น และโลหะที่มีวาเลนซ์สี่มีไม่มาก ธาตุที่สามารถรวมกับอะลูมิเนียมแล้วเกิดเป็นโครงสร้างได้คือ ไททาเนียม

## 3. Aluminophosphate

☆ *Aluminium-phosphorus-oxygen framework (AlPO<sub>4</sub>s)*

AlPO<sub>4</sub>s เป็นโครงสร้างทรงเหลี่ยมสี่หน้า (tetrahedral) ของ PO<sub>4</sub> กับ AlO<sub>4</sub> ในปริมาณที่เท่า ๆ กัน ซึ่งประจุบวกของ PO<sub>4</sub> จะไปดุลประจุลบของ AlO<sub>4</sub> จึงทำให้ภายในโครงสร้างไม่จำเป็นต้องมีแคทไอออน (cation) มาดุลประจุ จึงทำให้ไม่สามารถแลกเปลี่ยนไอออนได้

☆ *Silicon-aluminium-phosphorus-oxygen framework (SAPOs)*

SAPOs มีส่วนประกอบคล้าย AlPO<sub>4</sub> แต่โครงสร้างของ SAPOs จะประกอบด้วยธาตุ 3 ชนิด คือ ซิลิกอน (Si) อะลูมิเนียม (Al) ฟอสฟอรัส (P) ปริมาณของฟอสฟอรัสจะมีปริมาณน้อยกว่าอะลูมิเนียม ทำให้เกิดประจุลบเกิดขึ้น จึงทำให้ SAPOs ต้องมีแคทไอออนมาดุลประจุลบที่เกิดขึ้น ดังนั้น SAPOs จึงมีความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion exchange)

SAPOs ที่มีลักษณะโครงสร้างเหมือนกับ AlPO<sub>4</sub> จะใช้ชื่อเหมือนกัน เช่น SAPO-5 จะมีโครงสร้างเหมือน AlPO<sub>4</sub>-5

☆ *Metal-aluminium-phosphorus-oxygen framework (MeAPs)*

MeAPOs เกิดจากโลหะอื่น ๆ ร่วมกับอะลูมิเนียม และ ฟอสฟอรัส เกิดเป็นโครงสร้างทรงเหลี่ยมสี่หน้า (tetrahedral) โลหะที่สามารถเกิดเป็นโครงสร้างทรงเหลี่ยมสี่หน้า (tetrahedral) ได้ ได้แก่ โคบอลต์ (Co) เหล็ก (Fe) แมงกานีส (Mn) และสังกะสี (Zn) โดยปริมาณโลหะที่เกิดเป็น MeAPOs มีได้ตั้งแต่ 0-40% ของอะลูมิเนียมทั้งหมด โครงสร้างของ MeAPOs จะเหมือนกับ AlPO<sub>4</sub> และ SAPO

☆ *Metal-aluminium-phosphorus-silicon-oxygen frameworks (MeAPSOs)*

MeAPSOs ประกอบด้วยโลหะอื่น ๆ ได้แก่ อะลูมิเนียม ฟอสฟอรัส และซิลิกอน รวมเป็นโครงสร้างทรงสี่หน้า โดยโครงสร้างของ MeAPSOsที่มีการศึกษาโครงสร้างอย่างแน่นอน ได้แก่ CoAPSOs

## สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์

ซีโอไลต์ สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ได้ เนื่องจากซีโอไลต์มีคุณสมบัติที่เหมาะสม คือ

1. ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถปรับเปลี่ยนให้เหมาะสมกับชนิดการเกิดปฏิกิริยาได้หลาย

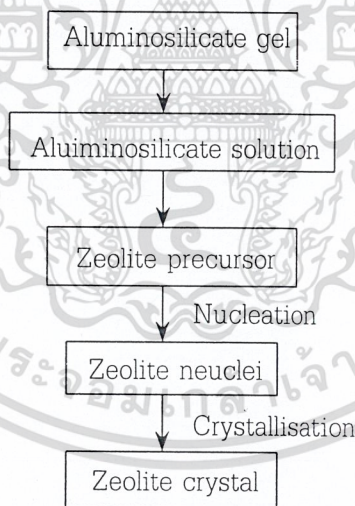
ประเภท

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ซีโอไลต์มีพื้นผิวที่ใช้ทำปฏิกิริยาได้มาก เนื่องจากมีความเป็นรูพรุน ตัวเร่งปฏิกิริยาควรมีตำแหน่งว่างไว (active site) บนพื้นผิวสูง และสารตั้งต้นที่ใช้ทำปฏิกิริยาสามารถเข้าไปถึงตำแหน่งที่ว่างไวได้มากที่สุด
- ซีโอไลต์มีโครงสร้างเป็นร่างแห 3 มิติทำให้มีความแข็งแรง
- มีความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงความดันและอุณหภูมิ

### ขั้นตอนการสังเคราะห์ซีโอไลต์

การสังเคราะห์ซีโอไลต์เริ่มจากสารประกอบของซิลิกอนและอะลูมิเนียมที่อยู่ในสภาวะของแข็งละลายกลายเป็นสารละลายหรือเจล การที่ซิลิกอนจะละลายออกมาเป็นสารละลายได้จะต้องใช้ pH สูง จากนั้นซิลิกอนหรืออะลูมิเนียมที่เป็นสารละลายซึ่งมีความไม่เสถียรจะจับตัวเป็นโครงสร้างที่เสถียรที่สุดเท่าที่จะทำได้ซึ่งเป็นสื่อซีโอไลต์ (precursor) ของซีโอไลต์ (secondary building unit รูปร่างต่าง ๆ) จากนั้นสื่อซีโอไลต์ จะเกิดการรวมตัวเป็นนิวเคลียสของซีโอไลต์เล็ก ๆ ซึ่งนิวเคลียสของซีโอไลต์ เหล่านี้จะประกอบไปด้วย unit cell ของซีโอไลต์ซึ่งมีโครงสร้างเหมือนซีโอไลต์ที่จะสังเคราะห์ทุกอย่างแต่มีขนาดเล็ก จากนั้นจะเป็นช่วงที่เกิดการโตของผลึกทำให้ผลึกของซีโอไลต์มีขนาดใหญ่ขึ้น



โดยในการเกิดซีโอไลต์มีขั้นตอนที่สำคัญ 2 ขั้นตอน คือ

1. ขั้น Nucleation

ในขั้นนี้ Precursor (ซึ่งเป็น Secondary building unit) หรือ polyhedra จะเกิดเป็น unit cell ซึ่งขั้นนี้เป็นขั้นสำคัญในการกำหนดโครงสร้างของซีโอไลต์

2. ขั้น Crystallisation

ขั้นนี้เจลจะเป็นตัวให้ซิลิกอนและอะลูมิเนียมแก่สารละลาย ผลึกจะเกิดขึ้นในส่วนของสารละลายขั้นนี้จะไม่มผลต่อโครงสร้างของซีโอไลต์ แต่อาจมีผลต่อองค์ประกอบของผลึก

## ตัวแปรที่มีผลต่อการเกิดซีโอไลต์

### 1. อัตราส่วนระหว่างซิลิกอนกับอะลูมิเนียม (Si/Al)

ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่มีอะลูมิเนียมมากการเกิดผลึกของซีโอไลต์จะเกิดขึ้นได้เร็วเนื่องจากอะลูมิเนียมมีความสามารถในการเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกได้สูง เพราะอะลูมิเนียมมีส่วนที่มีขั้ว ดังนั้นถ้าเพิ่มปริมาณซิลิกอนจะทำให้การตกผลึกช้าลง ในทางกลับกัน ถ้าต้องการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่มีปริมาณซิลิกอนสูงมาก ถ้ามีอะลูมิเนียมเจือปน ก็จะทำให้การเกิดผลึกช้าลง เนื่องจากเป็นอะลูมิเนียมถือเป็นสิ่งปนเปื้อน ทำให้เพิ่มความไม่บริสุทธิ์

### 2. pH

ซิลิกอนสามารถละลายได้ดีใน pH ที่สูง ดังนั้นถ้าต้องการสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่มีปริมาณซิลิกอนสูง จะต้องใช้ pH ที่สูง ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์เพราะจะทำให้ซิลิกอนที่อยู่ในสถานะของแข็งละลายออกเป็นสารละลายได้ดี เมื่อซิลิกอนละลายออกมาเป็นสารละลายก็จะเกิดการตกผลึกของซีโอไลต์ทำให้เกิดซีโอไลต์ขึ้น แต่สารละลายต้องไม่มี pH สูงเกินไปที่ทำให้ซิลิกอนที่อยู่ในรูปสารละลายไม่สามารถตกผลึกกลายเป็นซีโอไลต์

### 3. อุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์

ถ้าใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์สูง จะทำให้ความสามารถในการตกผลึกของซีโอไลต์เกิดได้เร็วกว่าอุณหภูมิต่ำ และระยะเวลาในสังเคราะห์ถ้าระยะเวลาในการตกผลึกมีมาก จะทำให้ได้ผลึกที่มีขนาดใหญ่

### 4. เทมเพลท จะแบ่งเป็น 2 ชนิด คือ

4.1 เทมเพลทอนินทรีย์ (inorganic template) เช่น Na, K, Rb เป็นต้น จะเป็นตัวกำหนด secondary building unit, unit cell และโครงสร้างของซีโอไลต์ เนื่องจากเทมเพลทอนินทรีย์ชนิดต่าง ๆ จะมีความเฉพาะกับ secondary building unit, unit cell และโครงสร้างของซีโอไลต์ที่ต่างชนิดกันไป

4.2 เทมเพลทอินทรีย์ (organic template) เช่น quaternary ammonium salt เป็นต้น ซึ่งมีความเป็นเบสมากกว่าเทมเพลทอนินทรีย์ จึงทำให้สามารถสังเคราะห์ซีโอไลต์ที่มีซิลิกอนสูง ได้ที่ pH ที่ต่ำลง และเทมเพลทอินทรีย์ยังเป็นตัวกำหนดโครงสร้างของซีโอไลต์

## สมบัติของซีโอไลต์

### 1. สมบัติความทนต่อความร้อน (Thermal Stability), ความชื้น (Hydrothermal Stability) และสารเคมี (Chemical Stability)

เนื่องจากซีโอไลต์มีโครงสร้างเป็น 3 มิติ จึงทำให้มีโครงสร้างที่แข็งแรง และยังมีรูพรุนที่มีขนาดเล็ก (จะมีความแข็งแรงกว่ารูพรุนขนาดใหญ่) ทำให้ซีโอไลต์มีความทนทานต่อความดันและอุณหภูมิ ซีโอไลต์ที่มีซิลิกาในโครงสร้างมากจะมีความทนทานต่อการกัด ส่วนซีโอไลต์ที่มีอะลูมิเนียมมากจะมีความทนทานต่อความเป็นเบส ดังนั้นซีโอไลต์จึงมีความทนทานต่อสารเคมีสูง

2. พื้นที่ผิว (Surface area)

ความเป็นรูพรุนของซีโอไลต์ (มี porosity สูง) ทำให้ซีโอไลต์มีพื้นที่ผิวที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาได้มาก

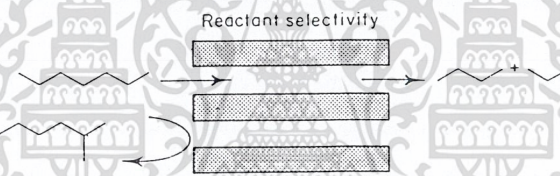
3. ทำหน้าที่เป็นปฏิกรณ์เคมีระดับโมเลกุล (Molecular reactor)

เนื่องจากซีโอไลต์มีรูพรุนขนาดเล็ก (Microporosity) ใกล้เคียงกับขนาดของโมเลกุล ทำให้โมเลกุลตัวหนึ่ง ๆ สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ภายในรูพรุนของซีโอไลต์ได้อย่างเหมาะสม ดังนั้นอาจจะกล่าวได้ว่ารูพรุนของซีโอไลต์เปรียบเสมือนเป็นปฏิกรณ์เคมีระดับโมเลกุล

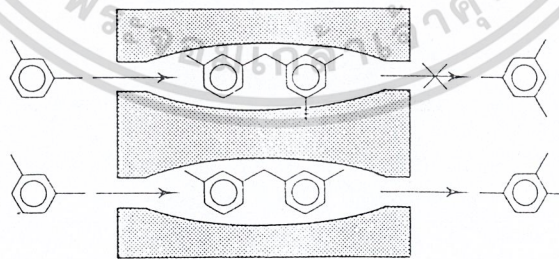
4. กำหนดความเฉพาะเจาะจงต่อสารที่เข้าในรูพรุน (Shape selectivity)

ขนาดของรูพรุนของซีโอไลต์ทำให้สามารถกำหนดความเฉพาะเจาะจงของผลิตภัณฑ์ที่ได้โดย

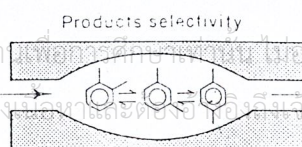
4.1 ความเฉพาะเจาะจงของสารตั้งต้น (Reactant Shape Selectivity) เราสามารถกำหนดหรือเลือกชนิดของสารตั้งต้นที่เข้าทำปฏิกิริยาในซีโอไลต์ โดยเลือกขนาดของรูพรุนให้มีความเหมาะสมกับสารที่ต้องการให้เข้าทำปฏิกิริยา เช่น ปฏิกิริยาการแตกตัวของนอร์มัลอัลเคน<sup>[1]</sup>



4.2 ความเฉพาะเจาะจงของสารมัธยันตร์ (Intermediate Shape Selectivity) ซีโอไลต์จะเลือกให้มีการเกิดปฏิกิริยาที่ผ่านสารมัธยันตร์ (Intermediate) ที่เหมาะสมกับรูพรุนของมันเท่านั้น เช่น Xylene disproportionation<sup>[1]</sup>



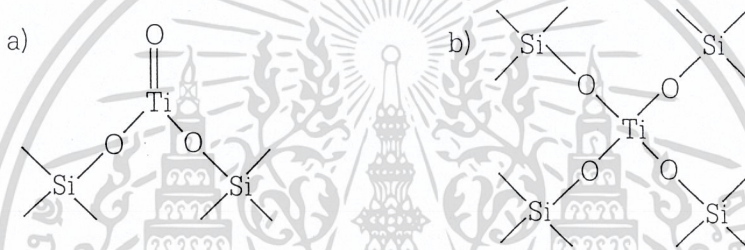
4.3 ความเฉพาะเจาะจงของผลิตภัณฑ์ (Product Shape Selectivity) ซีโอไลต์จะยอมให้ผลิตภัณฑ์ที่มีขนาดเหมาะสมผ่านออกมาเนื่องจากผลของขนาดรูพรุน เช่น p-xylene production<sup>[1]</sup>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานในห้องปฏิบัติการเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามเผยแพร่เปลี่ยนแปลงเนื้อหาและข้อมูลของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

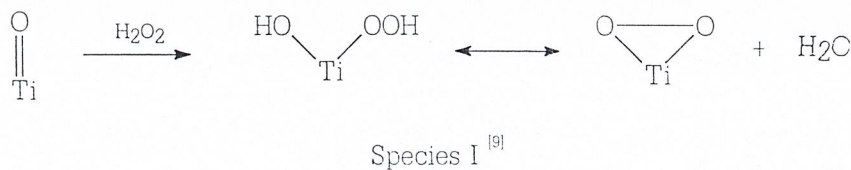
## ซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

ซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ เป็นสารประกอบประเภทเมทาโลซิลิเกต (metallo silicate) หรือ เมทาโลอะลูมิโนซิลิเกต ซึ่งในการสังเคราะห์นั้น ไททาเนียมจะเข้าไปแทนที่ซิลิกอนในโครงสร้าง แต่จะไม่ทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์เดิมเปลี่ยนแปลงไป เช่น ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1) จะมีโครงสร้างแบบ MFI ซึ่งเหมือนกับ ZSM-5 ซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้า มีโครงสร้างแบบ BEA เหมือนซีโอไลต์บีต้า เป็นต้น แต่ปริมาณไททาเนียมจะขึ้นต่อปริมาณของรูพรุน เนื่องจากความยาวของพันธะ Si-O ไม่เท่ากับ Ti-O โดยได้มีผู้ทำการศึกษาพบว่า<sup>[15]</sup> เมื่อเพิ่มปริมาณไททาเนียมจะทำให้ปริมาณของรูพรุนมากขึ้น แต่ปริมาณไททาเนียมที่จะเข้าไปอยู่ในโครงสร้างจะต้องมีค่าที่เหมาะสม ถ้ามากเกินไปไททาเนียมที่ใส่เข้าไป จะอยู่ในรูปของไททาเนียมออกไซด์

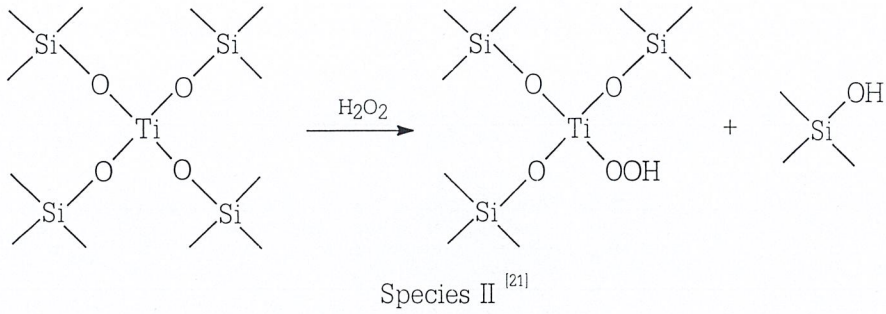


รูปที่ 2-1 แสดงลักษณะไททาเนียมที่อยู่ในโครงสร้างของซีโอไลต์ a) แสดง Titanyl group (Species I) ภายในโครงสร้างของซีโอไลต์ b) แสดงโครงสร้างทรงเหลี่ยมสี่หน้า (Species II) ของไททาเนียมภายในซีโอไลต์<sup>[21]</sup>

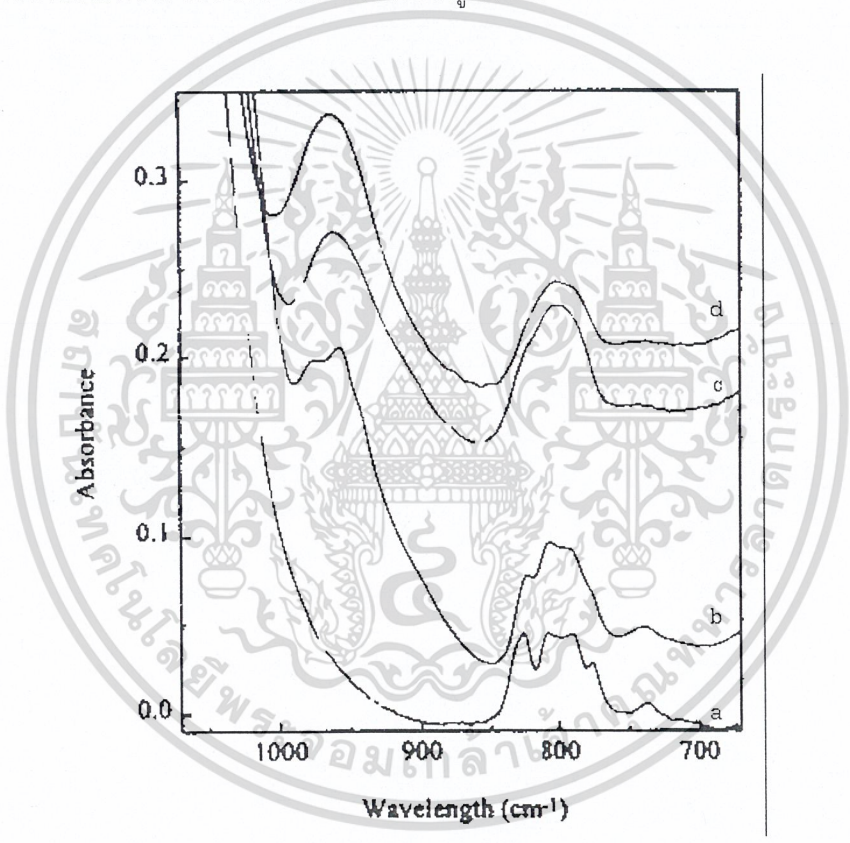
ไททาเนียมที่อยู่ในโครงสร้างของซีโอไลต์ ได้มีผู้ทำการศึกษาพบว่า จะเกิดได้ 2 แบบ คือ มีลักษณะเป็น Titanyl group ดังแสดงในรูป 2-1a (Species I) หรือมีโครงสร้างเป็นทรงเหลี่ยมสี่หน้า (Tetrahedral) ดังรูป 2-1b (Species II) ซึ่งเป็นตำแหน่งที่วงโคจรของซีโอไลต์ ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบอินทรีย์ โดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ได้ดังสมการ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ตำแหน่งที่วงไว้ในซีโอไลต์สามารถตรวจสอบได้โดยใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (IR หรือ FT-IR) ซึ่งจะพบตำแหน่งพีกที่  $960-970\text{ cm}^{-1}$  ดังแสดงในรูปที่ 2-2



รูปที่ 2-2 แสดง Infrared spectrometer ของซีโอไลต์ที่มีไททานเนียมเป็นองค์ประกอบ จากล่าง  
 a) pure silica b) Ti-Beta (1.03 Ti/uc) c) high silica (Si/Al > 700) d) Ti-Beta (1.63 Ti/uc)

นอกจากนี้ยังพบว่าซีโอไลต์ที่มีไททานเนียมเป็นองค์ประกอบ จะเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เมื่อเทียบกับไททานเนียมออกไซด์ <sup>[19]</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1)

ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1) เป็นซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมอยู่ในโครงสร้าง และมีลักษณะโครงสร้างเหมือนซิลิกาไลต์ หรือ ZSM-5 คือ เป็นโครงสร้างแบบ MFI มีโครงสร้างเป็นแบบท่อ (Channel Structure) ซึ่งเป็นท่อตัดกัน 2 ทิศทาง โดยเทมเพลตอินทรีย์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ เตตระไพรอพิล-แอมโมเนียมไอออน ( $\text{TPA}^+$ ) ซึ่งขนาดของรูพรุนของซีโอไลต์ชนิดนี้ จะเป็นรูพรุนจุลภาคขนาดกลาง (10 T-ring or medium pore ดังรูปที่ 2-3c) มีขนาดรูพรุน 5.5 - 5.6 อังสตรอม เนื่องจากซีโอไลต์ชนิดนี้มีรูพรุนขนาดกลาง จึงสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับสารที่มีโมเลกุลที่ไม่ใหญ่มากนัก นอกจากนั้นซีโอไลต์ชนิดนี้ยังมีความเสถียรต่อความร้อนสูง

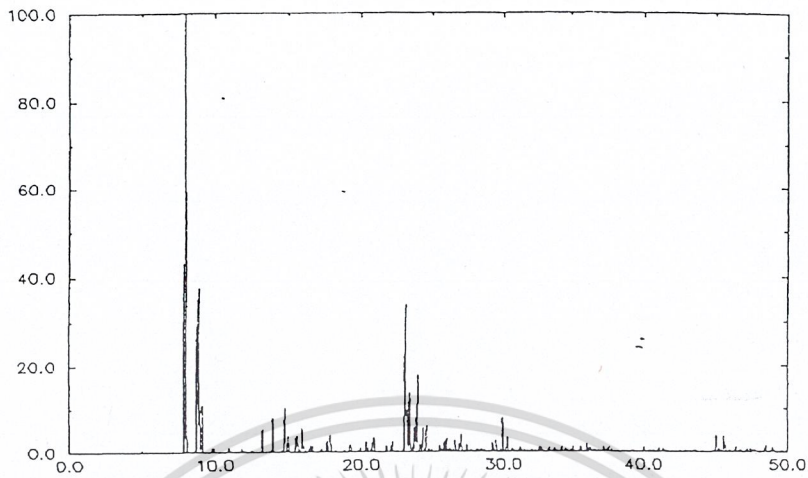


**รูปที่ 2-3** แสดงโครงสร้างของซีโอไลต์ ZSM-5 a) แสดงโครงสร้างแบบ channel แบบ MFI  
b) แสดง framework แบบ MFI c) แสดง windows ซึ่งเป็นรูพรุนจุลภาคขนาดกลาง (10 T-ring)

เมื่อทำการตรวจสอบซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบว่า จะมีพีคของ 2 $\theta$  เท่ากับ 7.96, 8.88, 23.20, 24.00 และ 24.44 ดังรูปที่ 2-4 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์มีรูพรุนขนาดกลาง

ผลึกของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์จะลักษณะเป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาด 5-20 ไมครอน ดังแสดงในรูปที่ 2-5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-4 แสดง X-ray diffraction pattern ของ ZSM-5 <sup>[3]</sup>

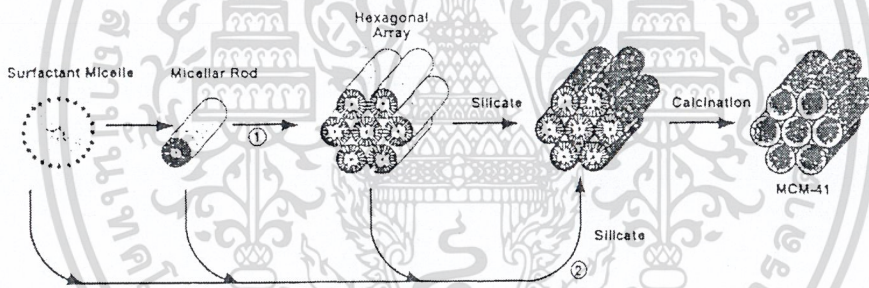


รูปที่ 2-5 แสดง Scanning electron micrograph ของ โครงสร้างแบบ MFI ของ TS-1 <sup>[3]</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41)

เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซิลิเกตอีกชนิดหนึ่งที่มีไททาเนียมอยู่ในโครงสร้าง มีลักษณะโครงสร้างเหมือนกับ MCM-41 ซึ่งขนาดรูพรุนและลักษณะโครงสร้างของ MCM-41 จะถูกกำหนดได้โดยโดยใช้เทมเพลตอินทรีย์ที่เป็นสารลดแรงตึงผิว (surfactant) เช่น เฮกซะดีซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTABr) เฮกซะดีซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (CTACl) เฮกซะดีซิลไตรเมทิลเมทิลไฮดรอกไซด์ เป็นต้น โดยไททาเนียม MCM-41 จะมีขนาดรูพรุนระดับมัธยภาค (mesopore) มีขนาดความกว้างของรูพรุน 15-100 อังสตรอม มีลักษณะของผลึกเป็นแบบทรงเหลี่ยมหกหน้า (Hexagonal) ดังรูปที่ 2-8c โดยลักษณะการเกิดเป็นไททาเนียม MCM-41 จะเริ่มต้นจากการเกิดเป็นไมเซลล์ของสารลดแรงตึงผิว ไมเซลล์ที่เกิดขึ้นจะจัดตัวเป็นแท่ง (Micellar Rod) และแท่งของไมเซลล์จะจัดตัวในลักษณะรูปทรงหกเหลี่ยม (Hexagonal array) ซิลิเกตที่อยู่ในสารละลายจะมาหุ้มอยู่โดยรอบ ซึ่งขนาดของท่อภายในโครงสร้างจะขึ้นกับความยาวของสายโซ่ของสารลดแรงตึงผิว หลังจากการเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ ทำให้รูพรุนที่ได้สะอาด โดยขั้นตอนทั้งหมด แสดงได้ดังรูปที่ 2-6

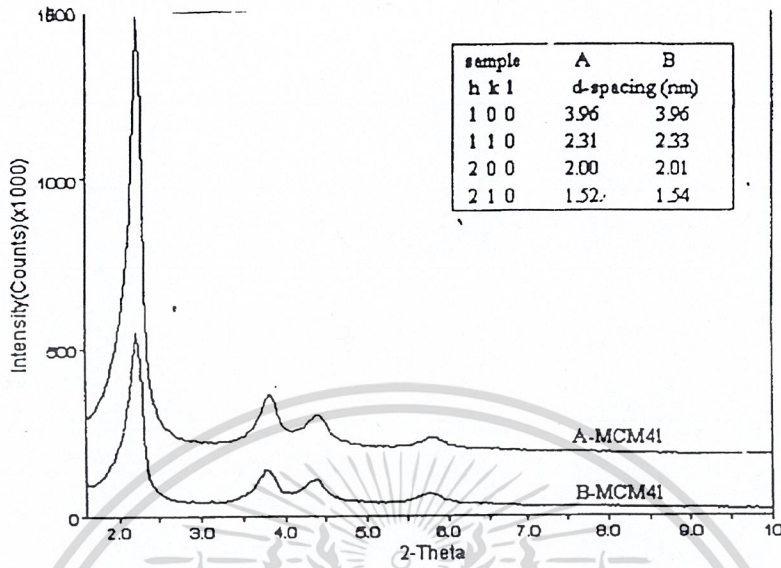


รูปที่ 2-6 เป็นกลไกของการเกิด MCM-41 <sup>[4]</sup>

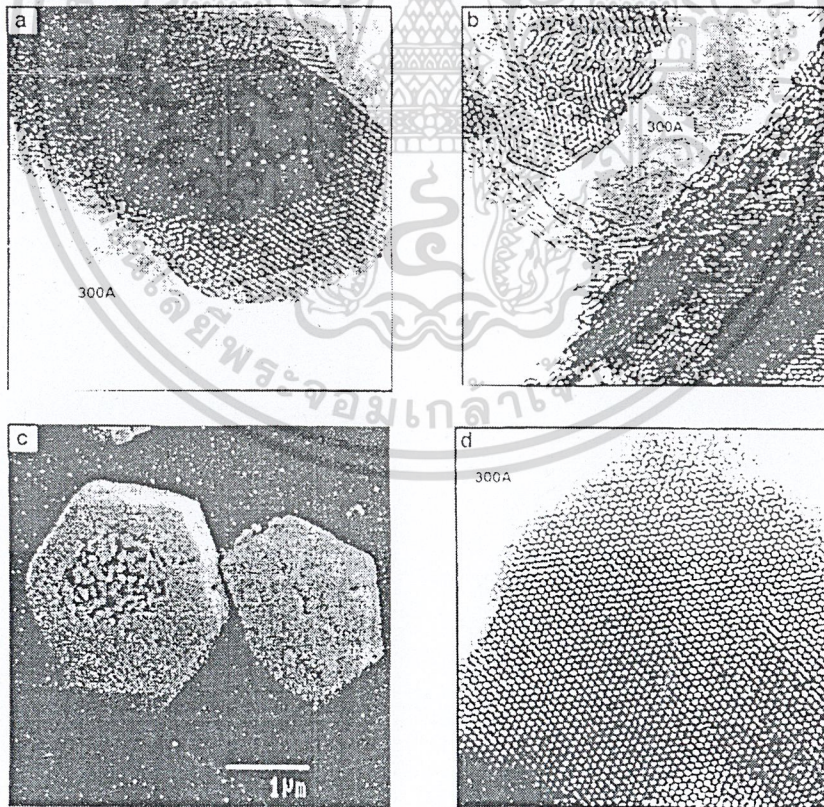
เนื่องจากไททาเนียม MCM-41 มีขนาดรูพรุนที่มัธยภาคทำให้ไม่มีการจำกัดสารที่เข้าทำปฏิกิริยา ทำให้สามารถใช้ได้อย่างกว้างขวาง

การตรวจสอบซีไอไลต์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบว่า จะมีพีค 2θ ที่ชัดเจน เท่ากับ 2 ดังรูปที่ 2-7 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าไททาเนียม MCM-41 มีขนาดรูพรุนมัธยภาค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



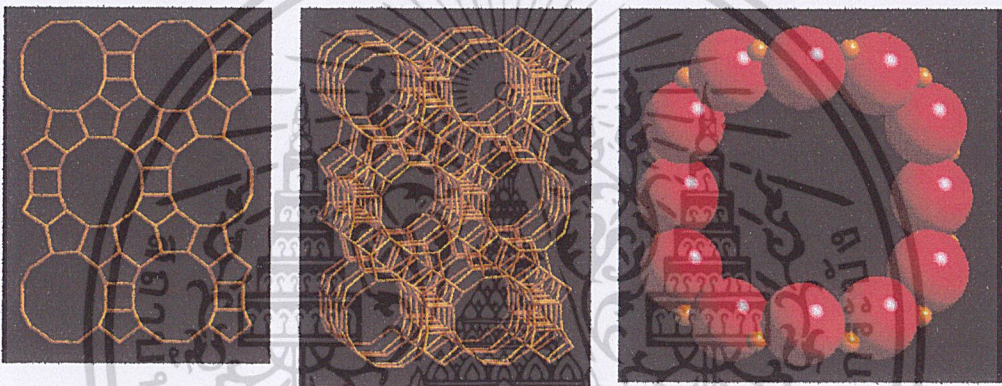
รูปที่ 2-7 แสดง X-ray diffraction pattern ของ MCM-41 [5]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 รูปที่ 2-8 แสดง a, b, d เป็น Transmittant electron micrograph ของ MCM-41  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งยังมิได้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างถึงเว็บไซต์ของเอกสาร [4] ทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้า (Ti-Beta)

เป็นซีโอไลต์ที่มีไททาเนียม มีโครงสร้างเดียวกับโครงสร้างของซีโอไลต์บีต้า คือเป็นแบบระบบเปิดแบบท่อ (Channel structure) ซึ่งในโครงสร้างจะประกอบด้วยชั้นของวงเหลี่ยมห้าเหลี่ยมและหกเหลี่ยม ซึ่งรวมเข้าด้วยกันเกิดเป็นรูพรุนที่เป็น 12 วงแหวน (12 Ring)<sup>[9]</sup> ดังรูปที่ 2-9c และเทมเพลตอินทรีย์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ เตตระเอทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (TEAOH) ซึ่งซีโอไลต์ชนิดนี้เป็นซีโอไลต์ที่มีรูพรุนจุลภาคขนาดใหญ่ (12-T ring or large pore) มีขนาด  $0.76 \times 0.64$  nm ทำให้สารที่มีขนาดใหญ่สามารถเข้าไปทำปฏิกิริยาได้ดีกว่าซีโอไลต์ที่มีรูพรุนจุลภาคขนาดกลาง (medium pore) เช่น TS-1

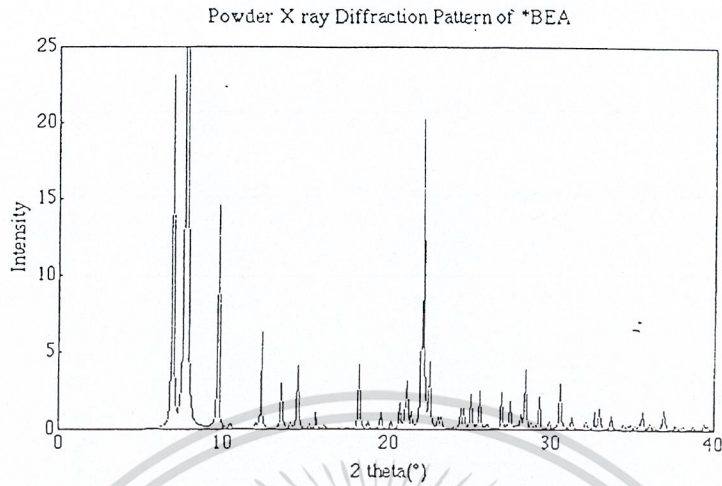


รูปที่ 2-9 แสดงลักษณะโครงสร้างของซีโอไลต์บีต้า a) แสดงโครงสร้างแบบ channel แบบ BEA b) แสดง framework แบบ BEA c) แสดง windows ซึ่งเป็นรูพรุนจุลภาคขนาดใหญ่ (12 T-ring)

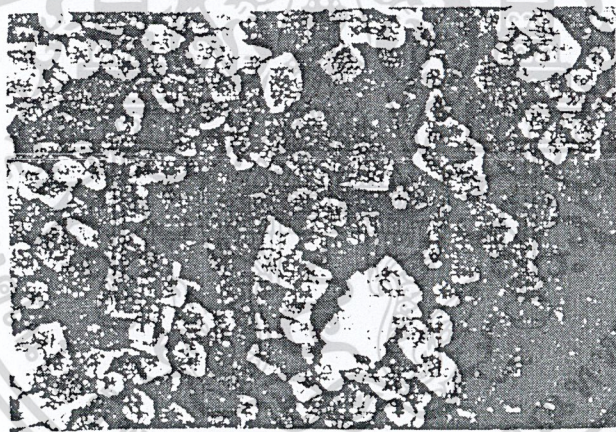
จากการตรวจสอบซีโอไลต์โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์พบว่า ซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้า มีพีคที่เด่นชัดที่ 2 $\theta$  เท่ากับ 6.98, 7.74, 9.68 และ 22.11 ดังรูปที่ 2-10 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า ซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้ามีรูพรุนขนาดใหญ่

ผลึกของซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้าจะมีขนาดประมาณ 1-10 ไมครอน ลักษณะเป็นทรงสี่เหลี่ยมหรือทรงกลม ดังรูปที่ 2-11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-10 แสดง X-ray diffraction pattern ของซีโอไลต์บีต้า



รูปที่ 2-11 แสดง Scanning electron micrograph ของซีโอไลต์บีต้า [7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลไกที่คาดว่าจะเกิดขึ้นในปฏิกิริยาออกซิเดชันเมื่อใช้ซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

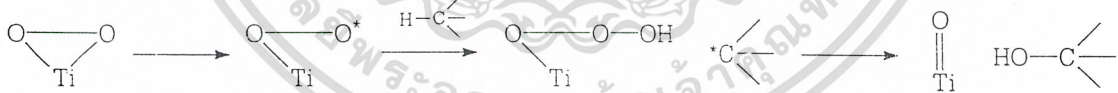
การศึกษาแนวของกลไกการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยใช้ซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ พบว่าปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นที่ตำแหน่งที่วงไวยของซีโอไลต์ คือ titanyl group ซึ่งจะเห็นได้จากผลของอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ที่เลขคลื่น 960 ปฏิกิริยาที่คาดว่าจะเกิดขึ้นมี 2 ขั้น ดังนี้

ขั้นแรก  $Ti=O$  (Surface Titanyl group) ซึ่งเป็นตำแหน่งที่วงไวย (active site) จะทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน hydroxyhydroperoxo หรือ peroxy ของ titanyl group ซึ่งแสดงดังรูป <sup>[9]</sup>



ซึ่งหลักฐาน <sup>[9]</sup> ยืนยันว่ามีเกิดสารประกอบเชิงซ้อน peroxy เมื่อมีการดูดซับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ บน TS-1 เมื่อวัดจากเครื่อง FTIR พบว่าพีค  $960 \text{ cm}^{-1}$  จะหายไป ซึ่งพีคนี้แสดงถึงพีคของ titanyl group ( $Ti=O$ ) และมีพีคของการดูดซับแสงที่ความยาวคลื่น  $425 \text{ nm}$ . ซึ่งแสดงถึงการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน peroxy

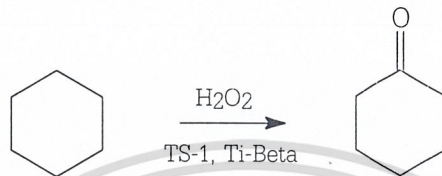
ขั้นที่ 2 เมื่อพิจารณาถึงสารประกอบไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัวซึ่งมีความเสถียร การเกิดออกซิเดชันต้องผ่านกลไกแบบ homolytic เกิดเป็นสารมัธยันตร์ที่สันนิษฐานว่าเป็นอนุมูลอิสระ (free radical) ซึ่งแสดงได้ดังรูป จะเป็นกลไกการเกิดปฏิกิริยาของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนกับ peroxy complex



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การประยุกต์นำซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

สมบัติสำคัญของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ คือ สมบัติในการออกซิเดชันสารประกอบไฮโดรคาร์บอน เช่น นำซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์, ไททาเนียมบีตา และไททาเนียม MCM-41 ไปใช้ในปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซนเป็นไซโคลเฮกซาโนน

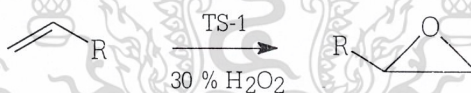


และนอกจากการออกซิเดชันดังปฏิกิริยาข้างต้นแล้ว ยังสามารถนำซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบไปใช้ในปฏิกิริยาอื่นได้อีก<sup>[6]</sup> เช่น

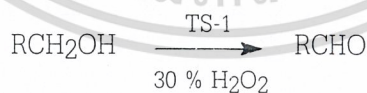
- ☆ ปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบอัลเคน



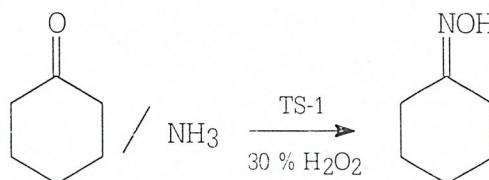
- ☆ ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน



- ☆ ปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบแอลกอฮอล์



- ☆ ปฏิกิริยาแอมมอกซิเมชัน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### บทที่ 3

#### การดำเนินการวิจัย

#### สารเคมีที่ใช้

1. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
2. ละอองซิลิกา (Fumed silica)
3. สารแขวนลอยซิลิกา ( $\text{SiO}_2$  40%)
4. เตตระเอทิลอโทไททาเนต ( $\text{C}_8\text{H}_{20}\text{O}_4\text{Ti}$ )
5. เตตระบิวทิลอโทไททาเนต ( $\text{C}_{16}\text{H}_{36}\text{O}_4\text{Ti}$ )
6. เตตระเมทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เพนตะไฮเดรต ( $\text{TMAOH}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )
7. เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr)
8. เฮกซะดีซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTABr)
9. สารละลายแอมโมเนียม (25%)
10. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (30%)
11. โซโคลเฮกเซน
12. โซโคลเฮกซาโนน
13. โซโคลเฮกซานอล
14. กรดอะซีติก
15. เมทิลเอทิลคีโตน
16. เบนซิลแอลกอฮอล์
17. ไอโซเอมิลแอลกอฮอล์
18. กรดซัลฟิวริก
19. โซเดียมออกซาลेट ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ )
20. สารละลายโปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ )
21. สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )
22. โปแทสเซียมไอโอไดด์ (KI)
23. น้ำแข็ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เครื่องมือที่ใช้

1. ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง (Autoclave)
2. ตู้อบ (50-200 องศาเซลเซียส)
3. เต้าเผา
4. เครื่องชั่งน้ำหนัก
5. ซ้อนตักสาร
6. แท่งคนพลาสติก
7. บีกเกอร์พลาสติก
8. บีกเกอร์แก้ว
9. หลอดหยด
10. ขวดวัดปริมาตร
11. เทอร์โมมิเตอร์
12. กระจกนาฬิกา
13. แท่งแม่เหล็กกวน (Magnetic stirrer)
14. แท่นความร้อน (Hot plate & stirrer)
15. เต้าให้ความร้อนแบบหุ้ม (Heating mantle)
16. ชุดกรองลดความดัน
17. กระดาษกรองเบอร์ 42
18. ยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์ (Universal indicator)
19. ชุดเผาไล่เทมเพลทอินทรีย์
20. ชุดรีฟลักซ์
21. เครื่องหล่อเย็น (Cooling)
22. ขวดพลาสติกสำหรับใส่สาร
23. ขวดสามคอ 25 ml
24. ภาชนะบรรจุตัวอย่าง (Sample vial)
25. กระจกหน้ากั้น
26. บิวเรต
27. บีเปต
28. ที่เสียบเทอร์โมมิเตอร์
29. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray powder diffraction; XRD)
30. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

31. เครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography; GC)
32. เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence; XRF)
33. เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)
34. เครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็ง (Autosorb-1C)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ขั้นตอนการวิจัย

ตอนที่ 1 การสังเคราะห์และตรวจสอบซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

1. การสังเคราะห์ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1)
2. การสังเคราะห์ไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41)
3. การเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนซีโอไลต์
4. การตรวจสอบซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ โดยใช้เทคนิคต่าง ๆ

ตอนที่ 2 การศึกษาความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ศึกษาผลของปริมาณไททาเนียม และความสมบูรณ์ของผลึกที่แตกต่างกันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1) ไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) และซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้า (Ti-Beta)
2. ศึกษาผลของเวลาที่มีผลต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน
3. ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีผลต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน
4. ศึกษาผลของตัวทำละลายที่มีผลต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน
5. ศึกษาแนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซน
6. ศึกษาการนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่

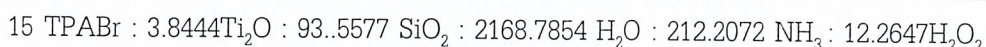
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## วิธีการวิจัย

ตอนที่ 1 การศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

1. การสังเคราะห์ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1) <sup>[3]</sup>

โดยสูตรเจลที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็นดังนี้



แหล่งไททาเนียมที่ใช้และเวลาในการตกผลึกเป็นไปตามตาราง

ตารางที่ 3-1 แสดงสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์

	แหล่งไททาเนียม	ปริมาณ (กรัม)	เวลาในการตกผลึก (วัน)
TS-1 B1	เตตระเอทิลอโทไททาเนต ( $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ )	0.6753	4
TS-1 B2	เตตระเอทิลอโทไททาเนต ( $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ )	0.6753	7
TS-1 B3	เตตระบิวทิลอโทไททาเนต ( $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ )	1.0074	7

Note : B - Batch

วิธีการ

- ☆ ชั่งน้ำปราศจากไอออน (5 องศาเซลเซียส) จำนวน 2.36 กรัม เติมน้ำที่ใช้เป็นแหล่งไททาเนียมดังตารางที่ 3-1 จะเกิดเป็นตะกอนสีขาว ภายใน 15 นาที
- ☆ เติมน้ำละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (30%) จำนวน 4.29 กรัม จะเกิดเป็นตะกอนสีส้มแดง
- ☆ หลังจากนั้น 30 นาที เติมน้ำละลายแอมโมเนีย (25 %, 5 องศาเซลเซียส) จำนวน 8.34 กรัม สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อน ทิ้งไว้ 1 คืน ที่อุณหภูมิห้อง
- ☆ หลังจากทิ้งไว้ 1 คืน นำสารละลายที่ได้มาทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 80-90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา  $\frac{1}{2}$  ชั่วโมง สารละลายบางส่วนจะระเหยไป ทำการเติมน้ำละลายแอมโมเนียแทนน้ำหนักของสารที่หายไป เก็บไว้เป็น สารละลายที่ 1
- ☆ ชั่งเทมเพลตเตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr) จำนวน 3.08 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออนจำนวน 9.36 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ☆ เติมน้ำสารแขวนลอยซิลิกาจำนวน 10.81 กรัม จะได้สารละลายขุ่น แล้วเติม สารละลายที่ 1 ลงไปทันที ทำการปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 100 รอบต่อนาที จนสารละลายเข้ากันเป็นเจลสีเหลืองขุ่น
- ☆ นำสารละลายที่ได้ใส่ถ้วยเทฟลอน ปิดฝาให้สนิท นำใส่ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
- ☆ นำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 185 องศาเซลเซียส ตามเวลาในตารางที่ 3-1
- ☆ หลังจากนั้นนำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
- ☆ นำสารที่สังเคราะห์ไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ และล้างด้วยน้ำกลั่น จนสารละลายมี pH 8
- ☆ นำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน
- ☆ นำสารที่ได้เก็บใส่ขวดพลาสติก เพื่อทำการศึกษาต่อไป

**หมายเหตุ** TS-1 B3 สังเคราะห์โดยใช้ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง 4 ชุด ชุดที่ 1 คือ TS-1 B3-1 และชุดที่ 2 คือ TS-1 B3-2 ส่วนชุดที่ 3 และ 4 ไม่ได้นำมาศึกษา

## 2. การสังเคราะห์ไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41)<sup>[10]</sup>

โดยสูตรเจลที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็นดังนี้



### วิธีการ

- ☆ ชั่งเทมเพลตเตตระเมทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เพนตะไฮเดรต (TMAOH.5H<sub>2</sub>O) จำนวน 2.68 กรัม และละอองซิลิกา (fumed silica) 0.539 กรัม ละลายในน้ำ 2.17 กรัม ผสมให้เข้ากันเป็นของผสมที่ 1
- ☆ ชั่งเฮกซะดีซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTABr) จำนวน 3.61 กรัม ละลายในน้ำ 8.67 กรัม เติมน้ำสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (28 -30%) 0.520 กรัม นำของผสมที่ 1 เติมน้ำลงไป ทำการปั่นกวนเมื่อสารละลายเข้ากันดี เติมน้ำละอองซิลิกาจำนวน 2.87 กรัม และเตตระเอทิลอโไททาเนต (Ti(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>) จำนวน 0.433 กรัม และน้ำ 12.21 กรัมลงไป
- ☆ นำเจลที่ได้ใส่ในถ้วยเทฟลอน ใส่ลงภาชนะสังเคราะห์ความดันสูงนำภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง ไปอบที่ตู้อบที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 28 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการศึกษาวิจัยเท่านั้น ไม่ควรนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ๖ ไม่ว่ากรณีใดๆ ห้ามลิขสิทธิ์ซ้ำมิได้โดยไม่ขออนุญาตจากเจ้าของลิขสิทธิ์  
 ๗ นำสารที่สังเคราะห์ได้มากรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างด้วยน้ำกลั่นจนมี pH 8

- ☆ นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
- ☆ นำสารที่ได้เก็บใส่ขวดพลาสติก เพื่อทำการศึกษาต่อไป

### 3. การเผาไล่เหมเพลทอนทรีออกจากรูพรุนซีโอไลต์ (Calcination)

- ☆ นำใยแก้วบรรจุลงในคอลัมน์
- ☆ จากนั้นนำซีโอไลต์ที่เตรียม (ประมาณ 2 กรัม) ได้เทลงในคอลัมน์ และนำใยแก้วปิดด้านบนของคอลัมน์
- ☆ นำคอลัมน์ที่เตรียมได้ใส่เตาเผา (Furnace)
- ☆ ตั้งอุณหภูมิตามที่กำหนดไว้สำหรับซีโอไลต์แต่ละตัวดังตารางที่ 3-2 โดยมีอัตราการให้ความร้อน 2 องศาเซลเซียสต่อนาที โดยมีอากาศเป็นตัวพาความร้อนด้วยอัตราเร็ว 135 มิลลิลิตรต่อนาทีเป็นเวลาตามที่กำหนดไว้
- ☆ เมื่อครบกำหนดเวลา หยุดให้ความร้อนและทิ้งให้คอลัมน์เย็น โดยมีก๊าซไนโตรเจนไหลผ่านตลอดเวลา
- ☆ นำซีโอไลต์ที่เผาไล่เหมเพลทอนทรีแล้วเก็บใส่ขวดพลาสติกเพื่อนำไปศึกษาต่อไป

ตารางที่ 3-2

แสดงสภาวะในการเผาไล่เหมเพลทอนทรีของซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้

Zeolite	TS-1 B1	TS-1 B2	TS-1 B3-1	TS-1 B3-1R	TS-1 B3-2	Ti-MCM-41
อุณหภูมิที่ใช้ (องศาเซลเซียส)	420, 500	500	500	500, 420	520	540
เวลาที่ใช้ (ชั่วโมง)	5,5	5	5	5,3	5	1,5
อัตราการให้ความร้อน (องศาเซลเซียสต่อนาที)	2,10	2	2	2	2	2
ก๊าซที่ใช้	Air	Oxygen	Air	Air	Air	Nitrogen, Air
หมายเหตุ	Calcined 2 ครั้ง			Calcined 2 ครั้ง		Calcined โดยใช้ Nitrogen 1 ชม. ก่อน จึงใช้ Air 5 ชม.

Note : R- Regenerated

หมายเหตุ เอกสารที่ การนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่ (Regeneration) ทำได้โดยนำซีโอไลต์ที่ผ่านการใช้เป็นตัวเร่งการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ปฏิบัติมา ให้ความร้อนโดยใช้เตาเผา ที่อุณหภูมิ 420 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมงไปใช้

#### 4. การตรวจสอบซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ

4.1 การศึกษาลักษณะของผลึก โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron microscope)

วิธีการเตรียมตัวอย่าง

- ☆ ตัดแถบกาบสองหน้าลงบนแท่นทองเหลือง (Stub)
- ☆ โรยซีโอไลต์ลงบนแท่นทองเหลือง ให้ติดบนแถบกาบให้บางที่สุด
- ☆ นำไปเคลือบทองภายใต้สภาวะสุญญากาศเป็นเวลา 3 นาที
- ☆ นำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM)

4.2 การศึกษาลักษณะโครงสร้างของผลึก โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction Spectroscopy)

- ☆ ส่งไปตรวจสอบที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ

4.3 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันของไททาเนียมในซีโอไลต์ โดยใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)

วิธีการเตรียมตัวอย่าง

- ☆ อบซีโอไลต์ให้แห้ง ทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์
- ☆ ชั่งซีโอไลต์ให้ได้น้ำหนักไม่เกิน 0.0015 กรัม ต่อพื้นที่ 1 ตารางเซนติเมตร
- ☆ บดให้ละเอียด
- ☆ นำเข้าเครื่องอัดโดยใช้ความดัน 6 ตัน เป็นเวลา 5 นาที จะได้ตัวอย่างเป็นแผ่นบาง
- ☆ นำไปตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)

4.4 การศึกษาปริมาณ Si, Al, Ti โดยใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)

- ☆ ส่งไปตรวจสอบที่กรมทรัพยากรธรณี

4.5 การศึกษาหาปริมาณรูพรุนและพื้นที่ผิวของซีโอไลต์ โดยใช้เครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็ง (Autosorb-1C)

วิธีการเตรียมตัวอย่าง

- ☆ อบซีโอไลต์ให้แห้ง
- ☆ ชั่งซีโอไลต์ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ใส่หลอดตัวอย่าง (sample cell)
- ☆ นำไปไล่ความชื้น (outgas) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน
- ☆ นำไปตรวจสอบโดยใช้เครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็ง โดยใช้ก๊าซ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ส่งไปไตร่เงินเป็นตัวดูดซับ เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## หมายเหตุ

ซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้าที่ใช้ในการทดลองตอนที่ 2 สังเคราะห์ในโครงการงานพิเศษปีการศึกษา 2540 <sup>[11,24]</sup> โดยมีสูตรเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็นดังนี้



- ☆ แหล่งไททาเนียมที่ใช้ในการสังเคราะห์คือเตตระเอทิลอโทไททาเนต ( $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ )
- ☆ แหล่งซิลิกาที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ ละอองซิลิกา (Fumed silica)
- ☆ แหล่งอะลูมิเนียมที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ อะลูมิเนียมไนเตรท ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ )
- ☆ เหมเพลทอนิทรีย์ที่ใช้คือ เตตระเอทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (TEAOH 40 %)
- ☆ เวลาที่ใช้ในการตกผลึก 10 วัน ที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ตอนที่ 2 การศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลด์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

ตารางที่ 3-3 แสดงสภาวะต่าง ๆ ที่ใช้ในการศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลด์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

	ชนิดของซีโอไลด์	ชนิดสารตั้งต้น	ชนิดของตัวทำละลาย	อุณหภูมิ	หมายเหตุ
Run 1	Ti-Beta	$C_6H_{12}$ 33.7 กรัม	-	80	
Run 2	Ti-Beta	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	เมทิลเอทิลคีโตน 30 กรัม	80	
Run 3	Ti-Beta	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	80	
Run 4	Ti-MCM-41	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	80	
Run 5	TS-1 B2	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	40	
Run 6	TS-1 B2	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	60	
Run 7	TS-1 B2	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	80	
Run 8	TS-1 B3-1	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	60	
Run 9	TS-1 B3-1	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	60	เติม $H_2O_2$ ก่อน $C_6H_{12}$
Run 10	TS-1 B3-1	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 25 กรัม	60	
Run 11	TS-1 B3-1	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 20 กรัม	60	
Run 12	TS-1 B3-1	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 20 กรัม + น้ำ 10 กรัม	60	
Run 13	TS-1 B3-1	$C_6H_{11}OH$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	60	
Run 14	TS-1 B3-1R	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	60	
Run 15	TS-1 B3-1R	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	60	สังเคราะห์เปอร์อะซิติก ก่อน
Run 16	TS-1 B3-2	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	40	
Run 17	TS-1 B3-2	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	60	
Run 18	TS-1 B3-2	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	80	
Run 19	TS-1 B3-2	$C_6H_{12}$ 3.7 กรัม	กรดอะซิติก 30 กรัม	60	ใช้เวลาทดลอง 2 วัน

## วิธีการทดลอง

☆ ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลด์ 0.27 กรัม และสารตั้งต้นได้น้ำหนักตามตารางที่ 3-3 ใส่ลงในขวดสามคอขนาด 25 มิลลิลิตร

☆ ตั้งชุดรีฟลักซ์โดยให้ความร้อนและทำการปั่นกววนจนถึงอุณหภูมิตามตารางที่ 3-3 เติมน้ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี (30 %w/w) 16.45 กรัมลงไป ภายใต้น้ำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ☆ ทำการเก็บตัวอย่างโดยใช้เข็มฉีดยาดูดสารออกมาแล้วกรองด้วยกระดาษกรองที่เวลา 0, 10, 30, 60, 120, 240 และ 360 นาที นำไปตรวจสอบด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี



รูปที่ 3-1 แสดงการจัดชุดรีฟลักซ์ในการศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

การทดลองที่ 1 การศึกษาผลของปริมาณไททาเนียม และความสมบูรณ์ของผลึกของซีโอไลต์ที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน

โดยใช้การทดลอง Run 3, 4, 5 และ 18

การทดลองที่ 2 ศึกษาผลของเวลาที่มีผลปฏิกิริยาออกซิเดชัน

โดยใช้การทดลอง Run 19

การทดลองที่ 3 ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน

โดยใช้การทดลอง Run 5, 6, 7 และ 16, 17, 18

การทดลองที่ 4 ศึกษาผลของตัวทำละลายที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน

4.1 ศึกษาผลของชนิดตัวทำละลายที่มีผลต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า โดยใช้การทดลอง Run 1, 2, 3 และ 14, 15  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การศึกษาการสังเคราะห์เปอร์อะซิติก

### 4.1.1 การสังเคราะห์เปอร์อะซิติก<sup>[23]</sup>

- ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ชนิดโททาเนียมซิลิกาไลต์ 0.27 กรัม ใส่ลงในขวดสามคอ
- ขนาด 25 มิลลิลิตร เติมกรดอะซิติก 30 กรัม ลงไป
- ตั้งชุดรีฟลักซ์โดยให้ความร้อนและทำการปั่นกวนตลอดเวลา เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการ เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (30 % w/w) 16.45 กรัมลงไป
- ทำการเก็บตัวอย่างโดยใช้เข็มฉีดยาดูดสารออกมาแล้วกรองด้วยกระดาษกรองที่เวลา 0, 30, 120, 180, 240, 300 และ 360 นาทีตามลำดับ
- ตรวจสอบปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เหลือโดยการไทเทรตไปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ดังรายละเอียดในข้อ 4.1.4 และตรวจสอบเปอร์อะซิติกที่เกิดขึ้นโดยการไทเทรตด้วยโซเดียมไทโอซัลเฟต ดังรายละเอียดในข้อ 4.1.5

### 4.1.2 การเตรียมสารละลายไปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

- ชั่งไปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 3.2 กรัม ละลายในน้ำ 500 มิลลิลิตร
- ให้ความร้อนจนกระทั่งสารละลายเดือด ทิ้งไว้ให้เย็นอย่างช้า ๆ
- ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2-3 วัน กรองเอาตะกอนออก เก็บไว้ในขวดสีชา

### 4.1.3 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายไปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต<sup>[13]</sup>

- ออบโซเดียมออกซาลेट ที่อุณหภูมิ 105-110 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์
- ชั่งโซเดียมออกซาลेट 0.25-0.30 กรัม (ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน) ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำ 60 มิลลิลิตร และกรดซัลฟิวริก (1:8) 15 มิลลิลิตร
- ให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 80-90 องศาเซลเซียส
- ทำการไทเทรตกับสารละลายไปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตอย่างช้า ๆ จนกระทั่งสารละลายเป็นสีม่วงแดง
- จดปริมาตรที่ใช้ นำไปคำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอน

### 4.1.4 การตรวจสอบปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เหลือ<sup>[23]</sup>

- บีบสารละลายกรดเปอร์อะซิติกที่เตรียมไว้จากข้อ 4.1.1 จำนวน 0.2 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เจือจางด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 4 นอร์มอล จำนวน 50 มิลลิลิตร (กรดซัลฟิวริกที่ใช้ต้องทำให้เย็นก่อน)
- นำสารละลายที่ได้มาไทเทรตด้วยสารละลายโปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอน
- สารละลายโปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเข้มข้น 0.1 นอร์มอล จะสมมูลกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 0.0017 กรัม

#### 4.1.5. การตรวจสอบปริมาณกรดเปอร์อะซิติก <sup>[23]</sup>

- นำสารละลายที่ได้จากข้อ 4.1.4 มาเติมสารละลายโปแทสเซียมไอโอไดด์ที่อิ่มตัว จำนวน 2 มิลลิลิตร จากนั้นนำมาไทเทรตกับโซเดียมไทโอซัลเฟตเข้มข้น 0.1 นอร์มอลทันที โดยใช้น้ำแข็งเป็นอินดิเคเตอร์ (สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตเข้มข้น 0.1 นอร์มอล)
- สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตเข้มข้น 0.1 นอร์มอล จะสมมูลกับเปอร์อะซิติก 0.0038 กรัม

#### 4.2. ศึกษาผลของปริมาณตัวทำละลายและอัตราส่วนของกรดอะซิติกกับน้ำที่มีผลต่อปฏิกิริยา

ออกซิเดชัน

โดยใช้การทดลอง Run 8, 10, 11 และ 12

การทดลองที่ 5 ศึกษาแนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซน

โดยใช้การทดลอง Run 8, 9, 13 และ 19

การทดลองที่ 6 ศึกษาการนำซีไอไลต์กลับมาใช้ใหม่

โดยใช้การทดลอง Run 8 และ 14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและวิจารณ์

#### ตอนที่ 1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดส่องกราด (Scanning Electron microscope, SEM) และเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray powder diffraction; XRD)

สารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ขึ้น จะทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดส่องกราด (Scanning Electron microscope, SEM) และเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray powder diffraction; XRD) โดยใช้แหล่งของรังสีเอ็กซ์ (X-ray) คือ  $\text{CuK}\alpha$  ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer Model JDX-8030, Joel, Japan

##### 1. ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์

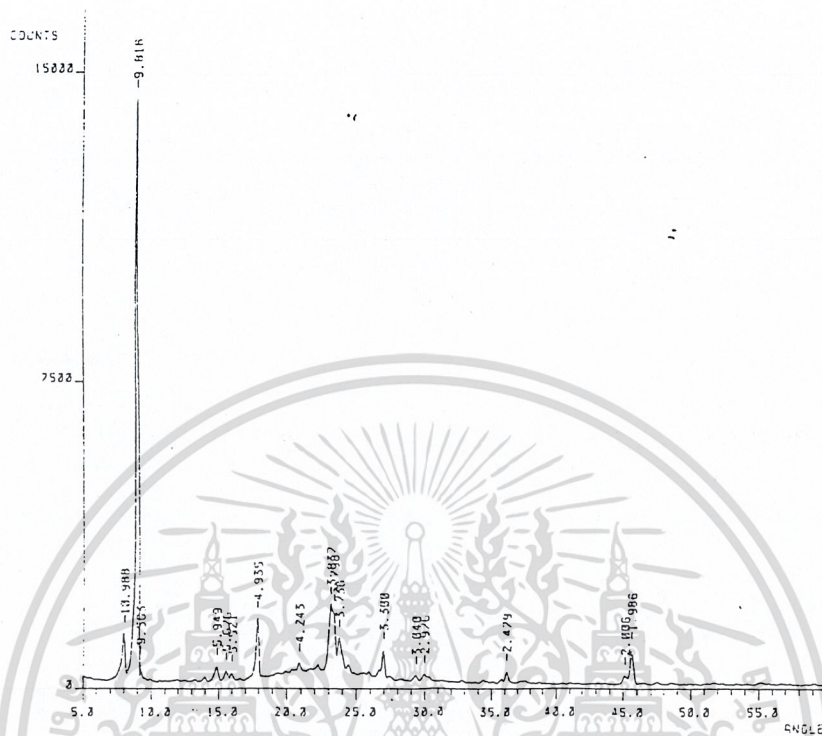
ทำการสังเคราะห์ด้วยสภาวะตามตารางที่ 3-1 ผลที่ได้เป็นดังนี้

##### 1.1. ชั้นผลึกไททาโนซิลิเกต (TS-1 B1)



รูปที่ 4-1 a และ b แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของชั้นผลึกไททาโนซิลิเกต (TS-1 B1)

จากรูปที่ 4.1 พบว่า TS-1 B1 ที่สังเคราะห์ได้จากภาพพบว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแผ่นของชั้นผลึก แต่ยังไม่เกิดเป็นซีโอไลต์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



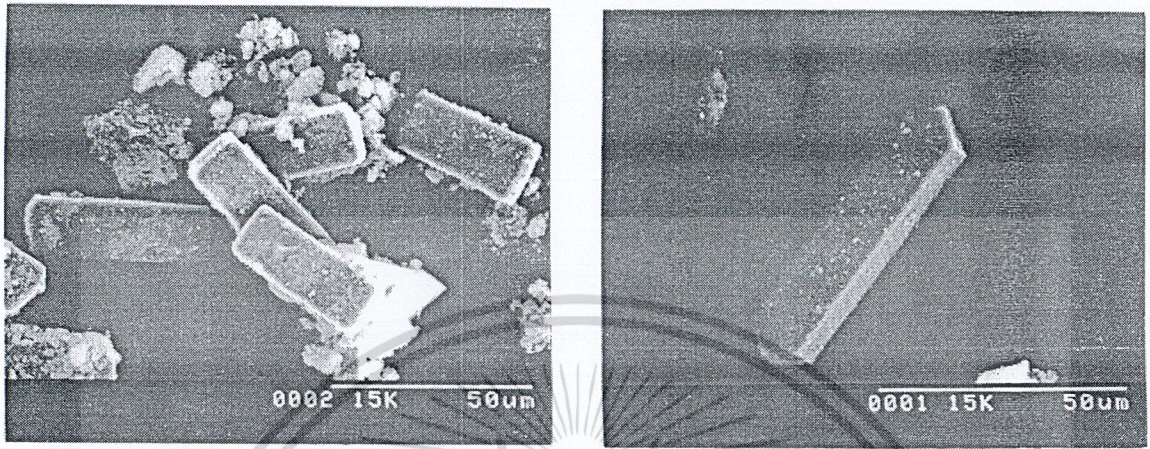
รูปที่ 4-2 เป็นรูปแสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของชั้นผลึกไททาโนซิลิเกต (TS-1 B1) หลังการเผาไล่เทมเพออินทรีย์

จากรูปที่ 4-2 พบว่าพีคมีลักษณะเป็นยอดแหลมที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 9.00, 23.16 และ 23.40 ซึ่งใกล้เคียงกับพีคมาตรฐาน ทั้งนี้เนื่องจากเวลาในการตกผลึกน้อยเกินไป ทำให้สารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้เป็นชั้นผลึกไททาโนซิลิเกต

จากผลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (รูปที่ 4-1) และเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (รูปที่ 4-2) สรุปได้ว่าสารผลิตภัณฑ์ TS-1 B1 ที่สังเคราะห์ได้ ยังไม่เกิดเป็นซีโอไลต์ เป็นเพียงชั้นผลึกไททาโนซิลิเกตเท่านั้น ทั้งนี้เนื่องมาจากระยะเวลาในการตกผลึกไม่เพียงพอ (ดังตารางที่ 3-1)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

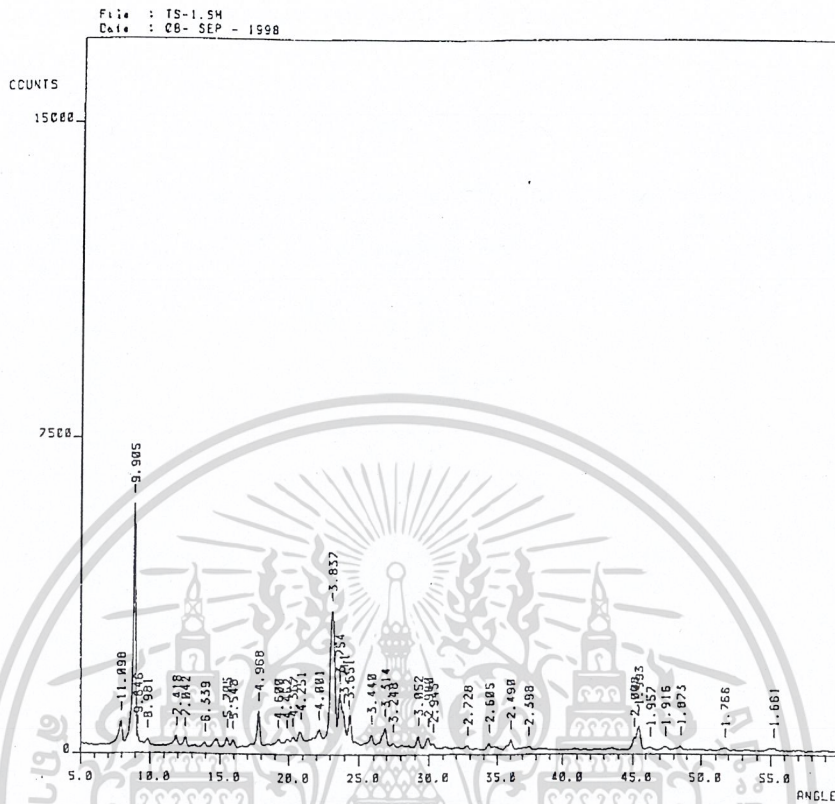
## 1.2 ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2)



รูปที่ 4-3 a และ b แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (B2)

จากรูปที่ 4-3 พบว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ เกิดเป็นผลึกของซีโอไลต์ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่ง แต่พบว่ายังเห็นว่ามีอสัณฐานปนอยู่บางส่วน

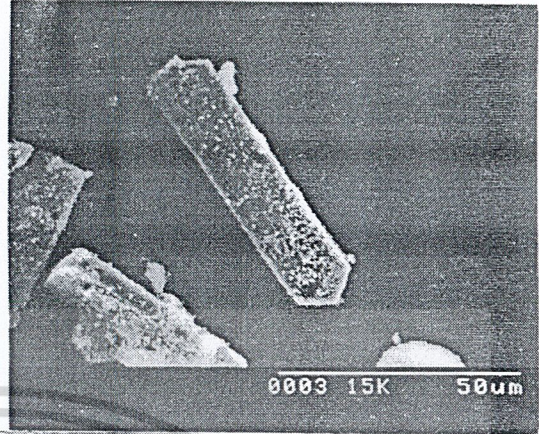
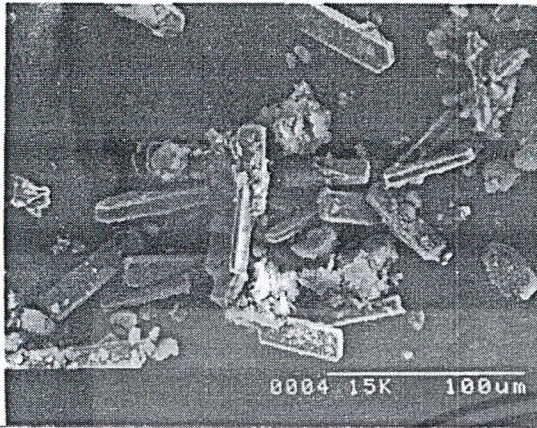
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-4 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2)

จากรูปที่ 4-4 พบว่ามีลักษณะเป็นยอดแหลมที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 7.96, 8.82, 23.16 และ 24.36 ซึ่งมีลักษณะเช่นเดียวกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานของ MFI แสดงว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างแบบ MFI และมีขนาดรูพรุนจุลภาคขนาดกลางประมาณ 5.5-5.6 อังสตรอม

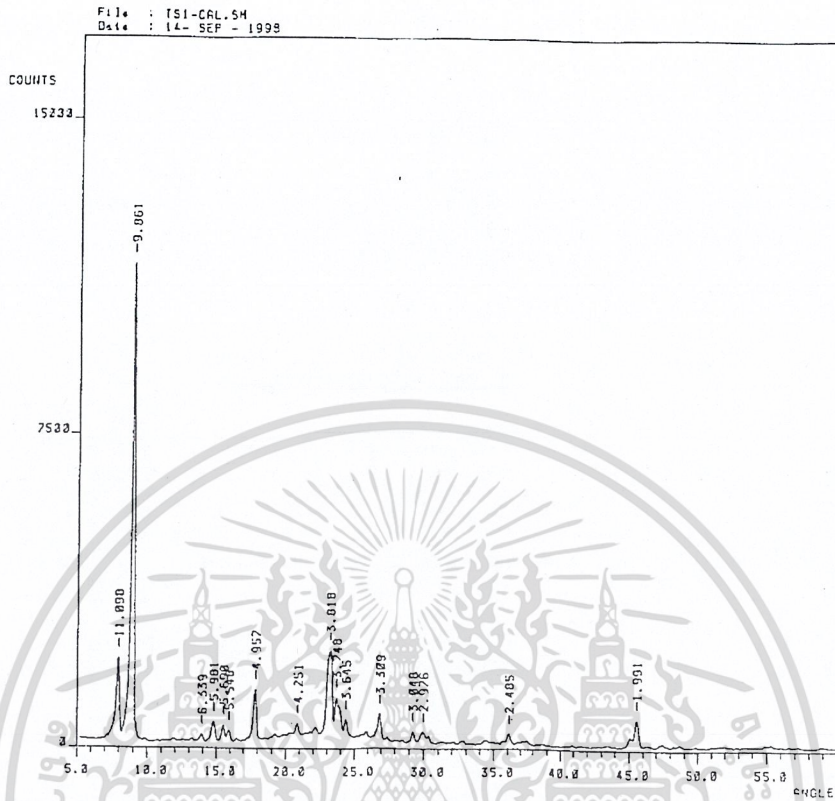
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-5 a และ b แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) หลังการเผาไล่เทมเพิลที่อุณหภูมิออกจากกรุพุนของซีโอไลต์

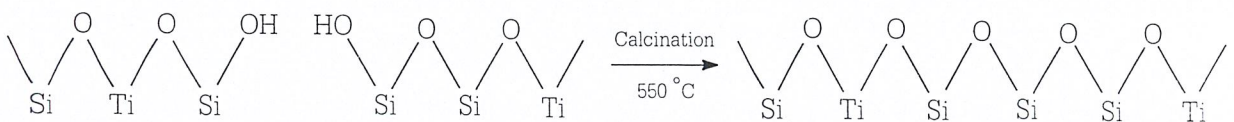
จากรูปที่ 4-5 a และ b ซีโอไลต์ (TS-1 B2) เมื่อกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) หลังการเผาไล่เทมเพิลที่อุณหภูมิออกจากกรุพุนของซีโอไลต์ พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงลักษณะของผลึกหลังจากการเผาไล่เทมเพิลที่อุณหภูมิ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



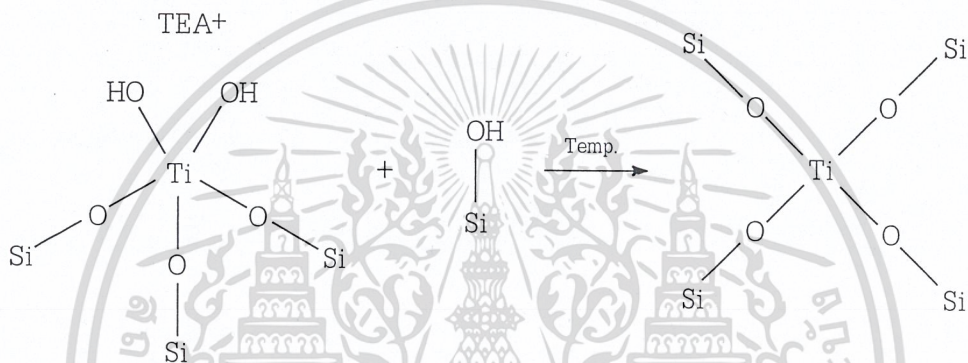
รูปที่ 4-6 เป็นรูปแสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) หลังจากเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนของซีโอไลต์

จากรูปที่ 4-6 พบว่า หลังการเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ พีคที่มีลักษณะเป็นยอดแหลมตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 7.96, 8.92, 23.12 และ 24.40 ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (ค่า  $d$  spacing มีค่าลดลง) โดยพีคบางพีคจะหายไป ทั้งนี้ เนื่องจาก หลังการนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปทำการเผาไล่สารเทมเพลตอินทรีย์ หมู่ไฮดรอกซิลบางส่วนภายในโครงสร้างของซีโอไลต์จะเกิดการรวมกัน และสารประกอบเทมเพลตอินทรีย์จะถูกกำจัดออกจากรูพรุนของซีโอไลต์ เป็นผลให้รูพรุนของซีโอไลต์หดเล็กลง แสดงได้ดังนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนั้นการเผาไหม้เพลาเทอินทรีย์ จะทำให้โครงสร้างของซีโอไลต์มีความแข็งแรงขึ้น เพราะจะมีการเชื่อมต่อกับหมู่ไฮดรอกซิลแล้วยังพบว่าไททาเนียมในโครงสร้างของซีโอไลต์ ซึ่งอยู่ในรูป Six coordination ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล 2 หมู่ เกาะกับไททาเนียมที่อยู่ตรงปลายของโครงสร้าง หลังทำการเผาไหม้เพลาเทอินทรีย์แล้ว ไททาเนียมที่อยู่ปลาย โครงสร้างจะรวมกันกับหมู่ไฮดรอกซิลข้างเคียงเกิดเป็นโครงสร้างทรงเหลี่ยมสี่หน้าทำให้โครงสร้างของ ซีโอไลต์มีความแข็งแรงมากขึ้นและขนาดของ รูพรุนจุลภาคเล็กลง ได้ดังนี้



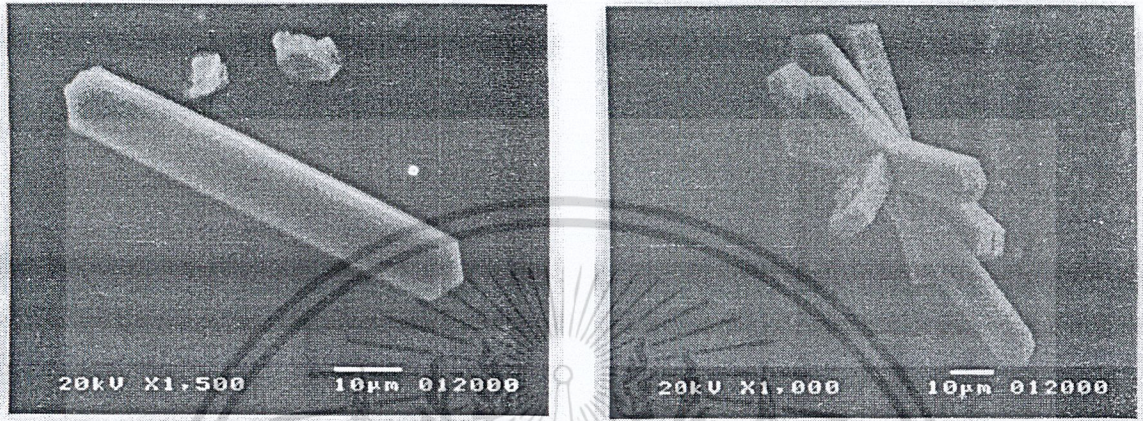
นอกจากนั้นจะสังเกตเห็นได้ว่าพื้นที่ 2θ น้อย คือ 7.96 และ 8.92 จะสูงขึ้น (d spacing มาก) ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อเผาไหม้เพลาเทอินทรีย์แล้ว รูพรุนจะสะอาด ทำให้เห็นพีคดังกล่าวได้ชัดเจนขึ้น

จากผลที่ได้จากการตรวจสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด และเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบว่า ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้เกิดเป็นซีโอไลต์ แต่ยังมีความเป็นออสัญฐานบางส่วน ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการใช้แหล่งไททาเนียมเป็นเตตระเอทิลอไททาเนต ซึ่งสามารถถูกไฮโดรไลสเป็นไททาเนียมออกไซด์ได้ง่าย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 1.3 ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3)

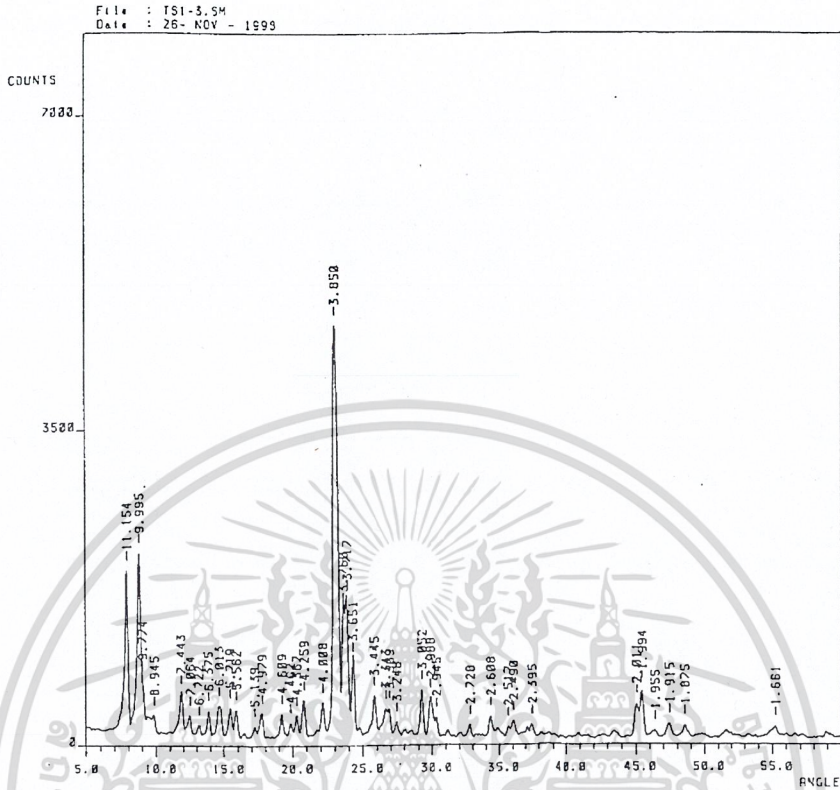
ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) ทำการโดยใช้ภาวะความดันสูง 4 ชุด ชุดที่นำมาศึกษาคือ ชุดที่ 1 เป็น TS-1 B3-1 และ ชุดที่ 2 TS-1 B3-2



รูปที่ 4-7 a และ b แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1 และ B3-2 ตามลำดับ)

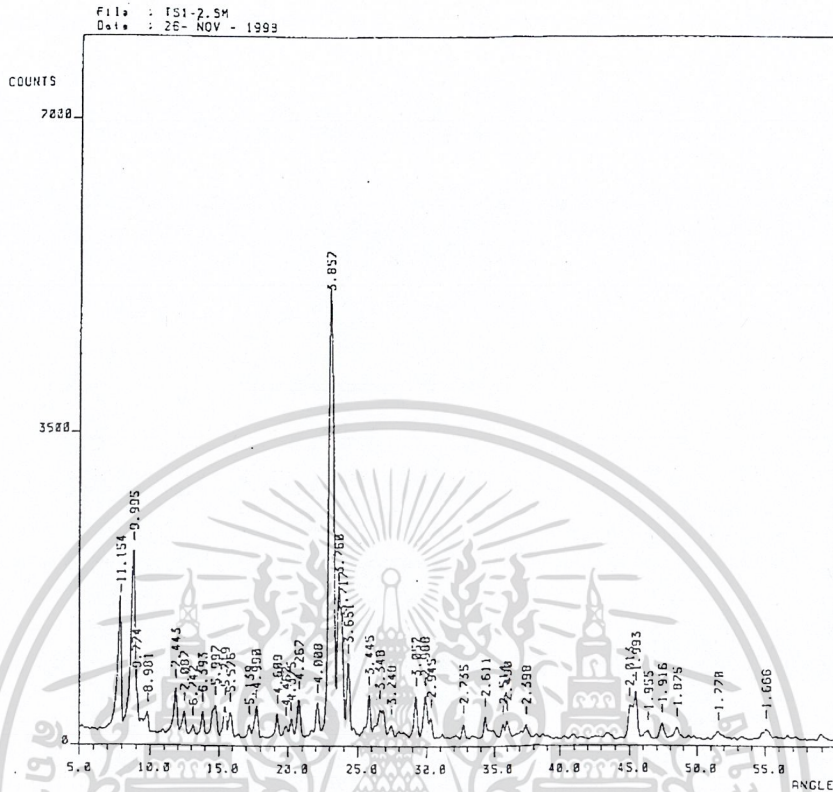
จากผลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังแสดงในรูป 4-7 a และ b พบว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ มีลักษณะผลึกเป็นแท่ง มีความสมบูรณ์ผลึกสูง ซึ่งทั้งซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 2 ไม่มีความแตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-8 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1)

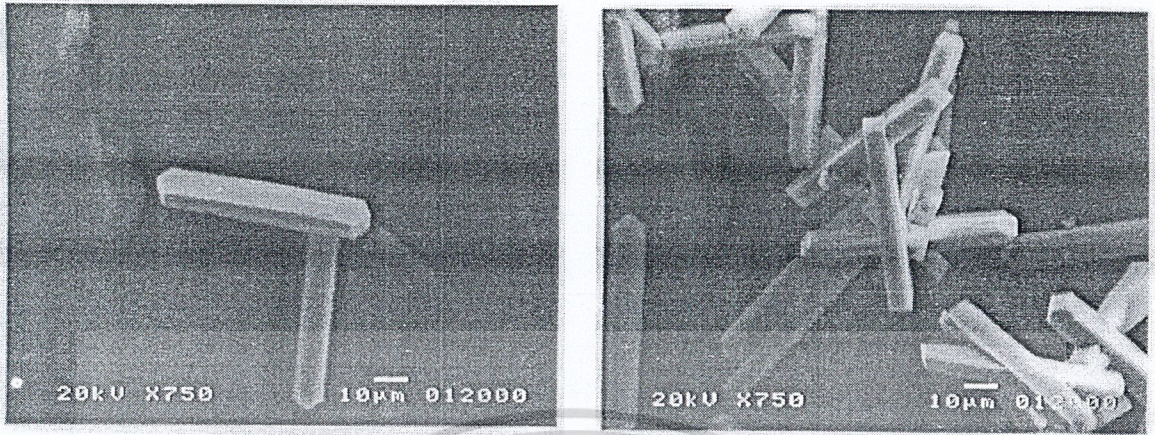
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2)

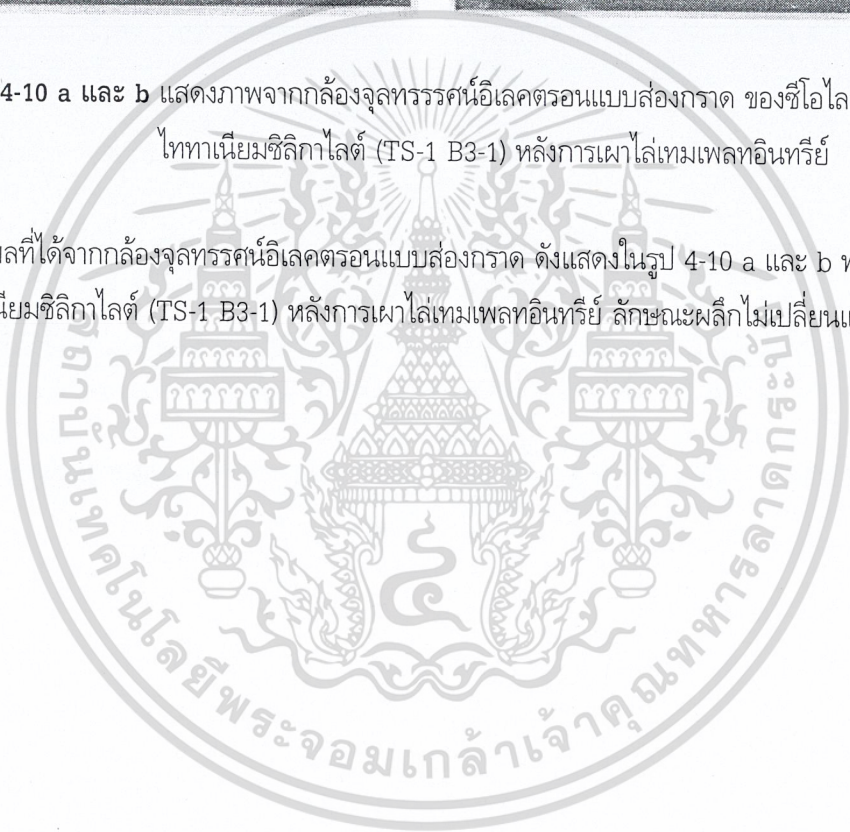
จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า มีลักษณะเป็นยอดแหลมที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 7.92, 8.84, 23.92 และ 24.36 ดังรูปที่ 4-8 และ 4-9 มีลักษณะเช่นเดียวกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานของ MFI แสดงว่า สารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างแบบ MFI และมีขนาดรูพรุนจุลภาคขนาดกลางประมาณ  $5.6 \times 5.3$  อังสตรอม พบว่าซีโอไลต์ทั้ง 2 มีลักษณะ pattern ไม่แตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

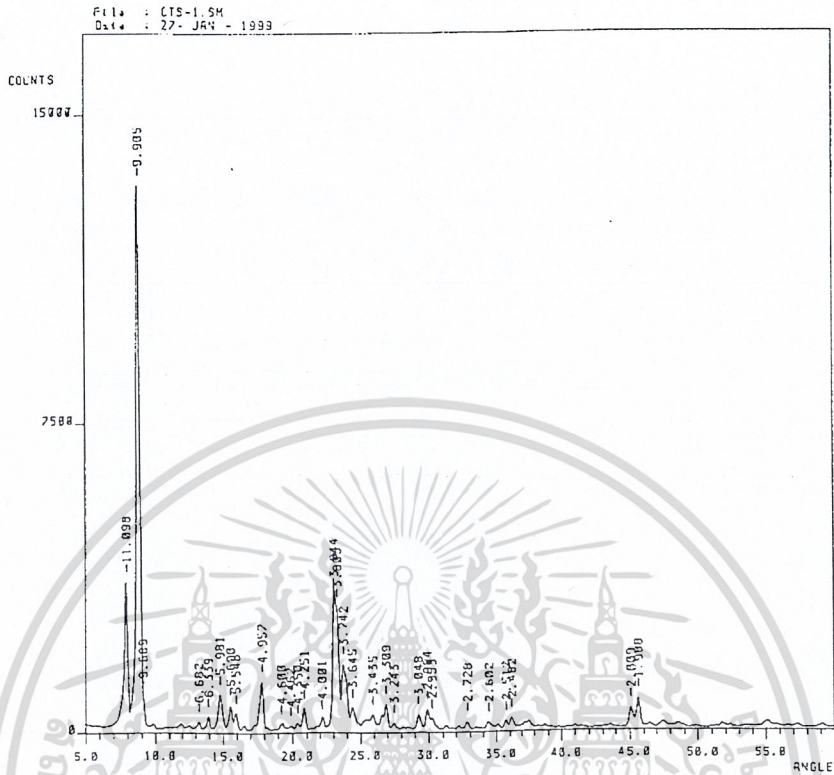


รูปที่ 4-10 a และ b แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) หลังการเผาไล่เทมเพิลอินทรีย์

จากผลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังแสดงในรูป 4-10 a และ b พบว่าซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) หลังการเผาไล่เทมเพิลอินทรีย์ ลักษณะผลึกไม่เปลี่ยนแปลง

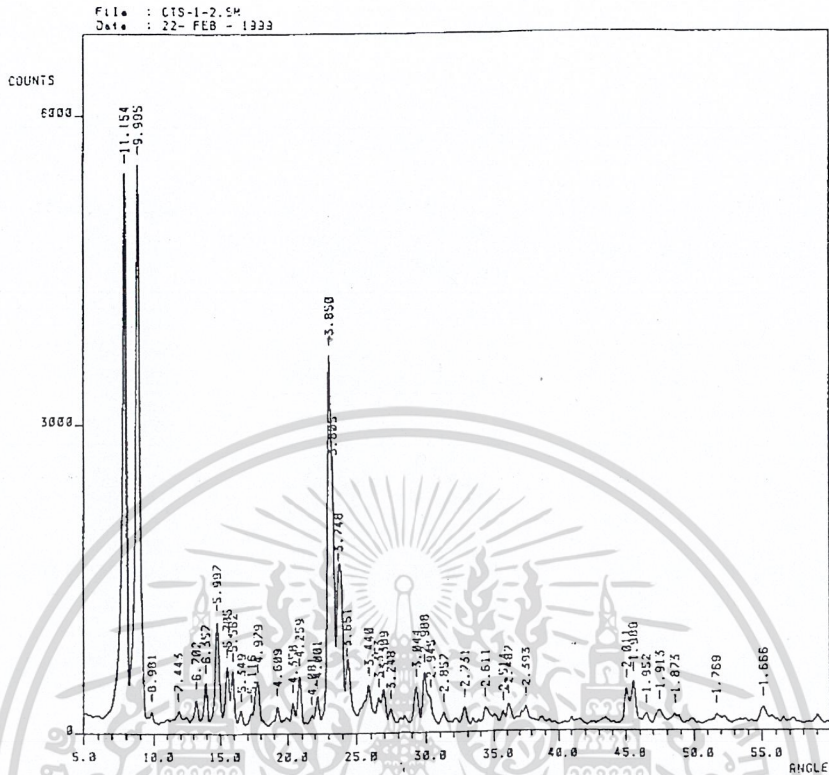


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-11 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) หลังจากเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนของซีโอไลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

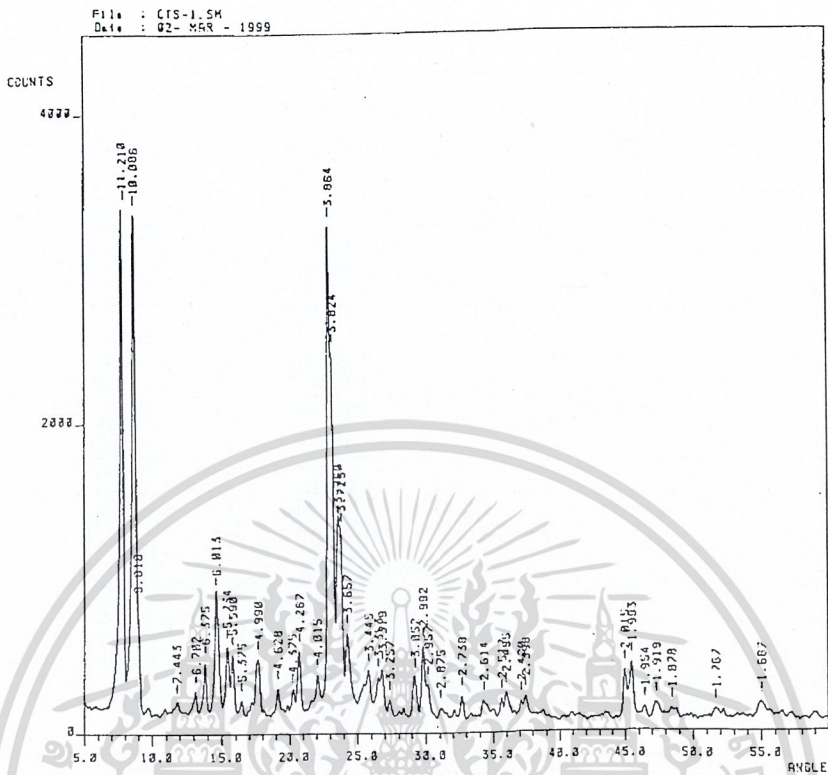


รูปที่ 4-12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) หลังจากเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ออกจากรูพรุนของซีโอไลต์

หลังการเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ จะพบว่า มีพีกที่มีลักษณะเป็นยอดแหลมตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 7.96, 8.92, 23.12 และ 24.40 ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (ค่า d spacing มีค่าลดลง) ซึ่งอธิบายได้จากเหตุผลเดียวกันกับในข้อการสังเคราะห์ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) หลังการเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ แต่สังเกตได้หลังการเผาไล่เทมเพลตอินทรีย์ของซีโอไลต์ TS-1 B3-2 จะมีความเป็นผลึกน้อยกว่า TS-1 B3-1 เล็กน้อยสังเกตจากค่า Intensity

จากผลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ สรุปได้ว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1 และ B3-2) เกิดเป็นผลึกซีโอไลต์ และมีความสมบูรณ์ของผลึกสูงกว่า ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ทั้งนี้เนื่องมาจากการเปลี่ยนแหล่งไททาเนียมจากเตตระเอทิลออลโทไททาเนต (TS-1 B2) เป็นเตตระบิวทิลออลโทไททาเนต (TS-1 B3) เป็นเหตุให้อัตราการไฮโดรไลซิสเป็นไททาเนียมออกไซด์ช้าลง ทำให้อัตราการตกผลึกช้ากว่า และไททาเนียมอยู่ในโครงสร้างได้สมบูรณ์ขึ้น ผลึกจึงสมบูรณ์ขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

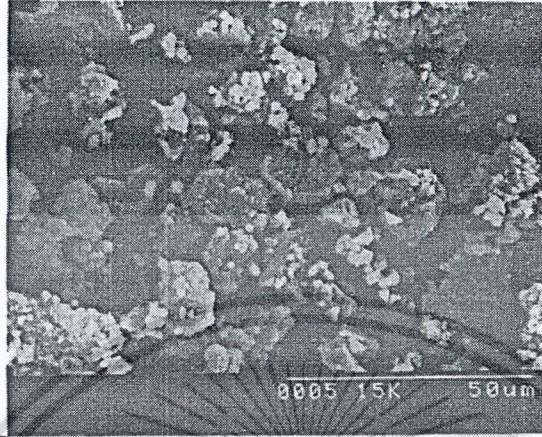


รูปที่ 4-13 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) หลังจากเผาไล่เทมเพลทอินทรีย์ออกจากรูพรุนของซีโอไลต์ และทำการให้ความร้อนที่ 420 องศาเซลเซียส 3 ชั่วโมง

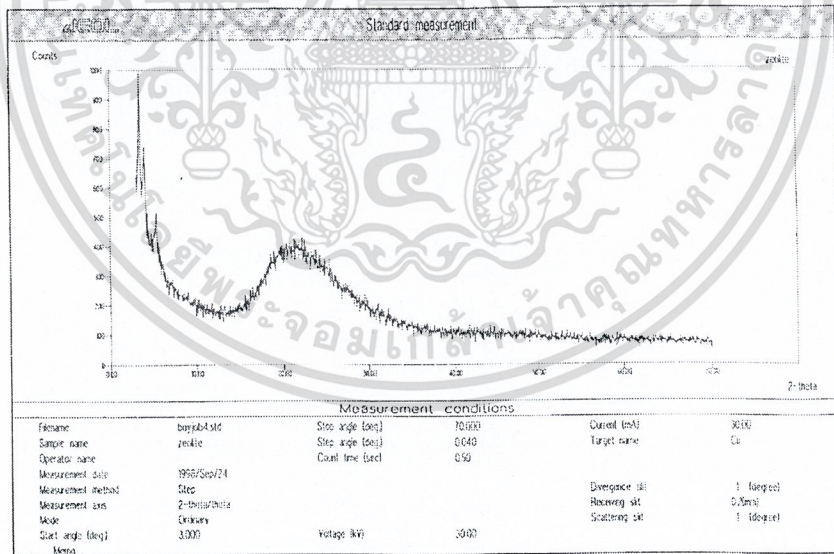
จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4-13 ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่ใช้ทำปฏิกิริยาแล้ว นำกลับมาใช้ใหม่ภายหลังการเผาที่อุณหภูมิ 420 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์เมื่อทำการเผาไล่เทมเพลทอินทรีย์เพียงครั้งเดียว จะพบว่าซีโอไลต์ที่ทำการเผาอีกครั้ง (Regeneration) ยังคงเป็นซีโอไลต์อยู่ แต่ความเป็นผลึกลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ไททาเนียม MCM-41



รูปที่ 4-14 แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของไททาเนียม MCM-41 จากรูป แสดงผลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด ของสารผลิตภัณฑ์ไททาเนียม MCM-41 พบว่า มีผลึกรูปหกเหลี่ยมเกิดขึ้นไม่มากและมีความเป็นอสัณฐานสูง



รูปที่ 4-15 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบว่า มีลักษณะเป็นยอดแหลมที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 2 ซึ่งมีลักษณะเช่นเดียวกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานของ MCM-41 แสดงว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างเป็นแบบ MCM-41 และมีขนาดของรูพรุนมัธยภาค (mesoporous) จากรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้จะเห็นว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์เกิดเป็นอสังฐานมาก

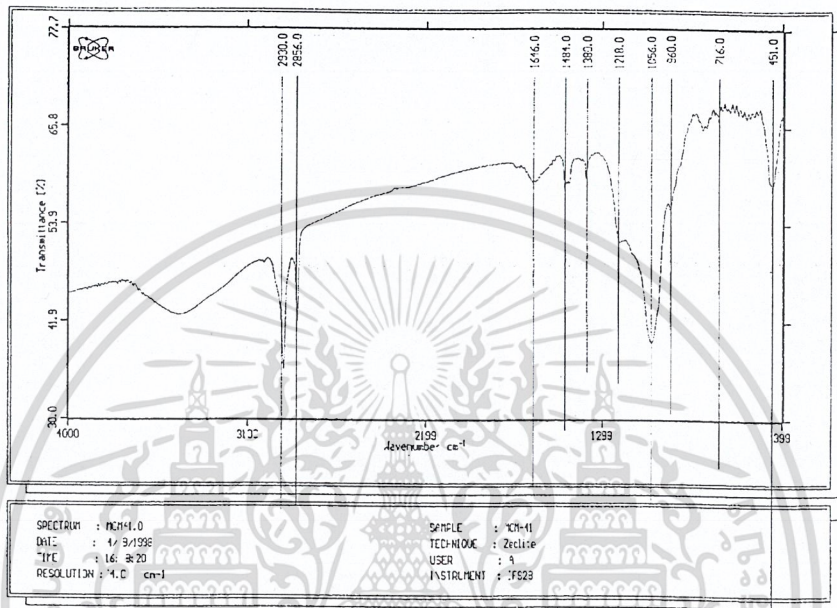
จากผลของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ สรุปได้ว่า สารผลิตภัณฑ์ไททาเนียม MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ เกิดเป็นผลึกไม่มาก และมีความเป็นอสังฐานสูง



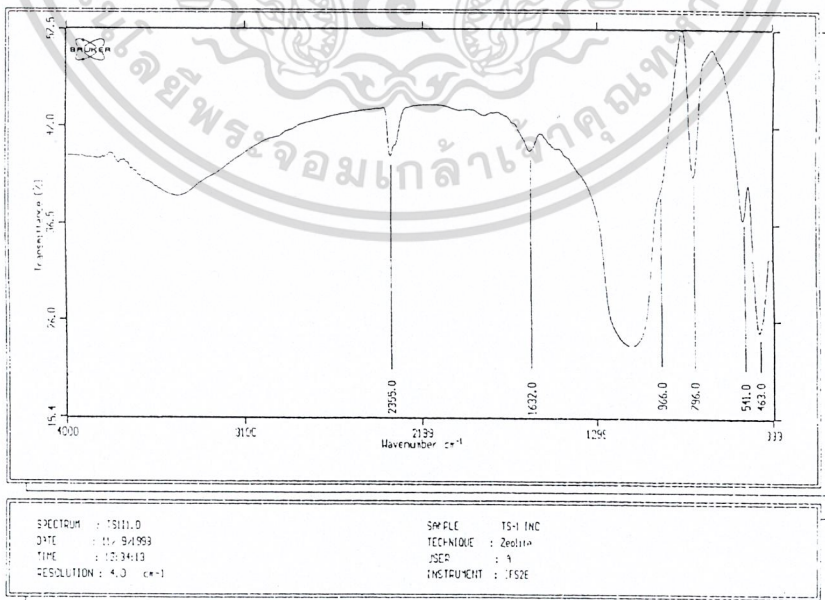
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR

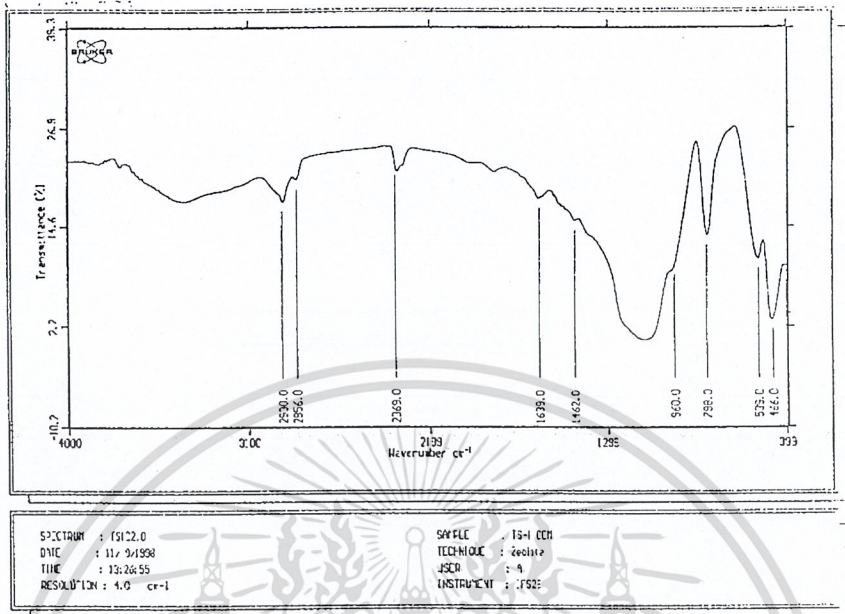
จากการนำสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ คือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์, ชั้นผลึกไททาโนซิลิเกต, ไททาเนียม MCM-41 มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)



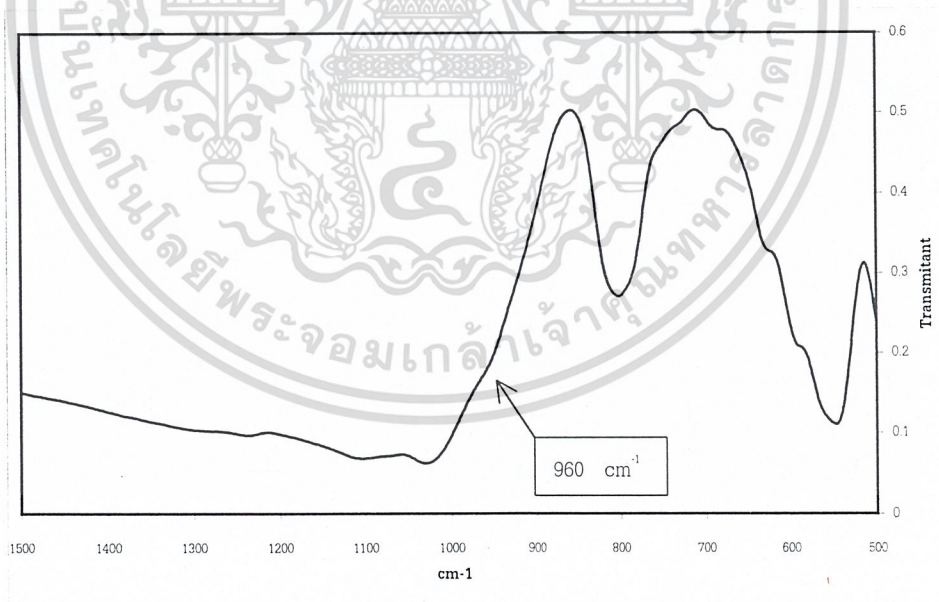
รูปที่ 4-16 แสดง FT-IR ของไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) ที่สังเคราะห์ได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
รูปที่ 4-17 แสดง FT-IR ของชั้นผลึกไททาโนซิลิเกต (TS-1-B1) ที่สังเคราะห์ได้  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามเผยแพร่ต่อแบคกิ้งเนอียา และต้องขออนุญาตเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-18 แสดง FT-IR ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 4-19 แสดง FT-IR ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการวิเคราะห์พบว่า สารผลิตภัณฑ์ทั้ง 4 มีพีคขึ้นที่ตำแหน่ง  $960\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นพีคของ Titanyl group ซึ่งเป็นตำแหน่งที่วงโคจรของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ ซึ่งจะเห็นได้ว่าชั้นผลึกไททาโนซิลิเกตจะมีพีคนี้ไม่ชัดเจน ส่วนซีโอไลต์อีก 3 ชนิดจะเห็นพีคนี้ได้อย่างชัดเจน แสดงว่าชั้นผลึกไททาโนซิลิเกตจะมีปริมาณไททาเนียมในรูปทรงสี่หน้าน้อยกว่าซีโอไลต์อีก 3 ชนิด จึงไม่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

#### การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)

การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุที่มีอยู่ในซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ โดยสารผลิตภัณฑ์ที่นำไปตรวจวิเคราะห์ คือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) ไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) และ ซีโอไลต์ไททาเนียมบีตา (Ti-Beta) โดยผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4-1

ตารางที่ 4-1 แสดงผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์

ซีโอไลต์	Si (%)	Al (%)	Ti (%)
TS-1 B2	94.1	-	5.77
TS-1 B3-2	91.86	0.24	7.76
Ti-MCM-41	94.8	-	5.14
Ti-Beta	93.94	0.28	< 5

Note: ปริมาณไททาเนียมใน Ti-Beta ไม่ได้ทำการวิเคราะห์ แต่เป็นค่าประมาณจากการเปรียบเทียบสเปกตรัมในการสังเคราะห์ พบว่า Ti-Beta มีไททาเนียมที่ใช้น้อยกว่า TS-1 ประมาณ 50 %

จากผลที่ได้จะเห็นว่าซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้ คือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ มีปริมาณไททาเนียมมากที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### การวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ความสามารถในการดูดซับของของแข็ง (Autosorb-1C)

โดยการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคเป็นการวิเคราะห์โดยอาศัยการวัดความสามารถในการดูดซับก๊าซ ซึ่งก๊าซที่ใช้ คือ ก๊าซไนโตรเจน โดยค่าที่วัดได้ คือ พื้นที่ผิว (BET) ของของแข็ง โดยสารผลิตภัณฑ์ที่ทำการศึกษา คือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) และซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) โดยค่าที่ได้แสดงดังตารางที่ 4-2

ตารางที่ 4-2 เป็นตารางแสดงผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็ง

ซีโอไลต์	พื้นที่ผิว ( $m^2/g$ )	การกระจายตัวของรูพรุน
TS-1 B2	239	4.6-6.0
TS-1 B3	373	4.4-5.7
Ti-MCM-41	377	-

จากการวิเคราะห์พบว่าซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) จะมีพื้นที่ผิวมากกว่า ทั้งนี้เนื่องมาจากมีความเป็นผลึกมากกว่า ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

สำหรับผลการวิเคราะห์ Ti-MCM-41 ซึ่งมีขนาดรูพรุนมัธยภาค ตามปกติแล้วจะมีพื้นที่ผิวมากกว่า  $800 m^2/g$  แต่จากการวิเคราะห์มีค่าเพียง  $377 m^2/g$  ทั้งนี้เนื่องมาจาก Ti-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นอสัณฐานสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ตอนที่ 2 การศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

โดยในส่วนนี้จะทำการศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ โดยนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซนไปเป็นไซโคลเฮกซานอลและไซโคลเฮกซาโนล โดยจะทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อปฏิกิริยาดังต่อไปนี้

1. ผลของปริมาณไททาเนียมและความสมบูรณ์ของผลึกที่แตกต่างกัน
2. ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยา
3. ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา
4. ผลของตัวทำละลายที่ใช้ในปฏิกิริยา
5. แนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยา
6. การนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่

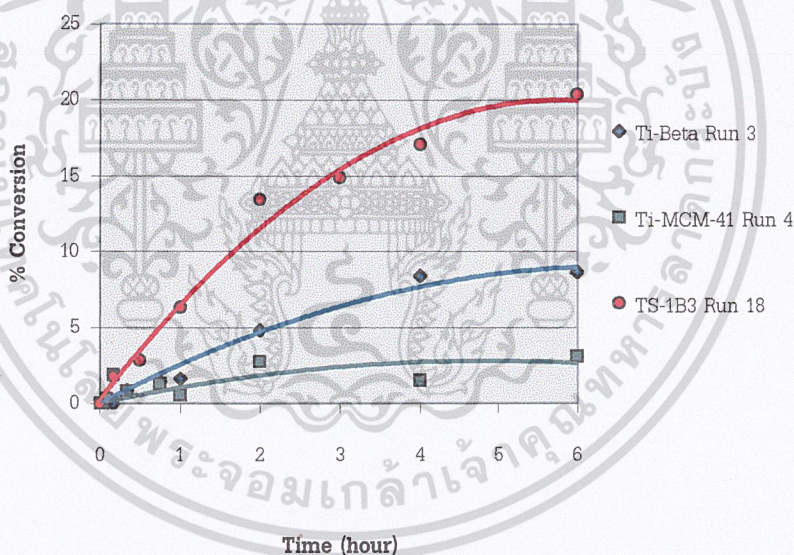


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**1. ผลของปริมาณไททาเนียม และความสมบูรณ์ของผลึกของซีโอไลต์ที่แตกต่างกัน**

1.1 ปริมาณไททาเนียม โดยซีโอไลต์ที่ทำการศึกษา คือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) ซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้า (Ti-Beta) และไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) โดยปริมาณไททาเนียมของซีโอไลต์แต่ละชนิด แสดงผลได้ดังตารางที่ 4-1 และทำการทดลองโดยใช้ตารางที่ 3-3 (Run 3, 4 และ 18)

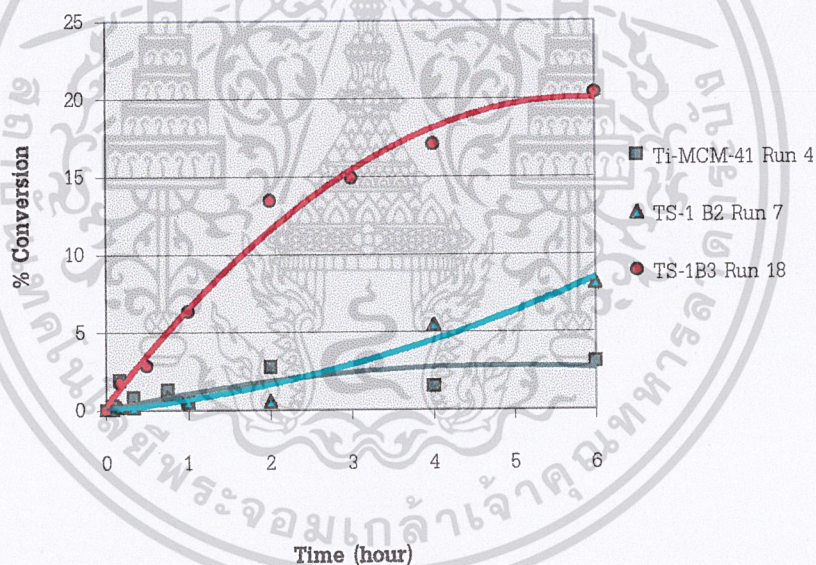
จากรูปที่ 4-20 พบว่า ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) มีสารผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นมากที่สุด รองลงมาคือ ซีโอไลต์ไททาเนียมบีต้า (Ti-Beta) และไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) มีปริมาณไททาเนียมมากกว่าซีโอไลต์บีต้า (Ti-Beta) โดยเปรียบเทียบจากสูตรเฉลี่ยในการสังเคราะห์ ซึ่งปริมาณไททาเนียมยิ่งมาก ปริมาณตำแหน่งที่ว่างวอของซีโอไลต์ก็ยิ่งมากตามไปด้วย ทำให้โอกาสที่สารจะเข้าทำปฏิกิริยากับตำแหน่งที่ว่างวอมีมาก ปฏิกิริยาจึงเกิดได้ดี สำหรับไททาเนียม MCM-41 ถึงแม้ว่าจะมีปริมาณไททาเนียมน้อยกว่าซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์เล็กน้อย แต่ปฏิกิริยาเกิดได้ไม่ดี เนื่องจากมีความเป็นอสัณฐานมาก จึงสรุปได้ว่า ปริมาณไททาเนียมมีผลต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน ยิ่งมีปริมาณไททาเนียมในซีโอไลต์มาก ยิ่งทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้น



**รูปที่ 4-20** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง % conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 ความสมบูรณ์ของผลึก โดยซีโอไลต์ที่ทำการศึกษาคือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) และไททาเนียม MCM-41 โดยทำการทดลองดังตารางที่ 3-3 (Run 4, 7 และ 18) โดยทำการเปรียบเทียบ %conversion ที่ได้ ดังแสดงในรูปที่ 4-21 พบว่า ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีที่สุด รองลงมา คือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) และ ไททาเนียม MCM-41 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) มีความเป็นผลึก และปริมาณไททาเนียมสูงกว่าซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) เล็กน้อย (ดังแสดงในตารางที่ 4-3 และในรูป 4-10 และ 4-11) ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีกว่า เพราะเมื่อมีความเป็นผลึกสูง พื้นที่ผิวของซีโอไลต์ยิ่งมีมาก (แสดงได้ดังตารางที่ 4-2) ทำให้โอกาสที่สารจะดูดซับที่บริเวณพื้นผิวของซีโอไลต์มีค่ามาก ปฏิกิริยาจึงเกิดได้ดี สำหรับไททาเนียม MCM-41 มีความเป็นอสัณฐานสูง (ดังแสดงในรูปที่ 4-14) ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้น้อยที่สุด จากผลที่ได้สรุปได้ว่า ความสมบูรณ์ของผลึกมีผลต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน ยิ่งความเป็นผลึกยิ่งมาก ปฏิกิริยายิ่งเกิดได้ดี



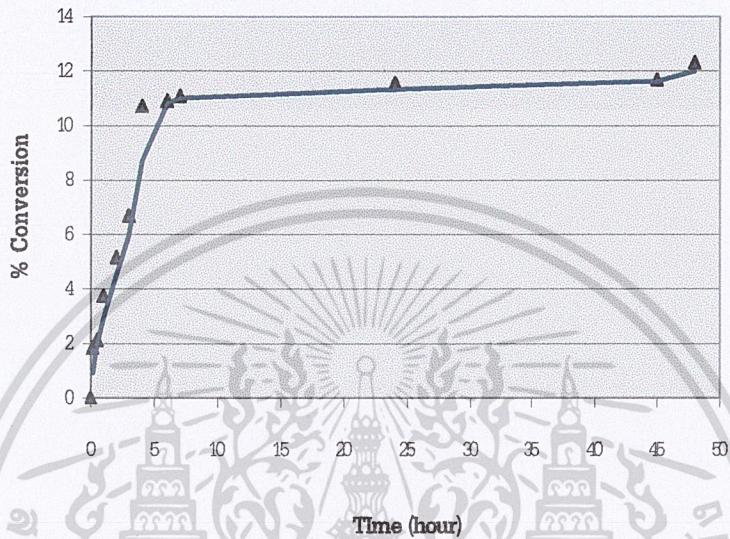
**รูปที่ 4-21** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง % conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2 และ 3-2) และไททาเนียม MCM-41 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

จากผลที่ได้จาก 2 หัวข้อที่กล่าวมา จะสรุปโดยรวมได้ว่า ความสมบูรณ์ของผลึกและปริมาณไททาเนียมมีความสำคัญต่อการเกิดปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยา

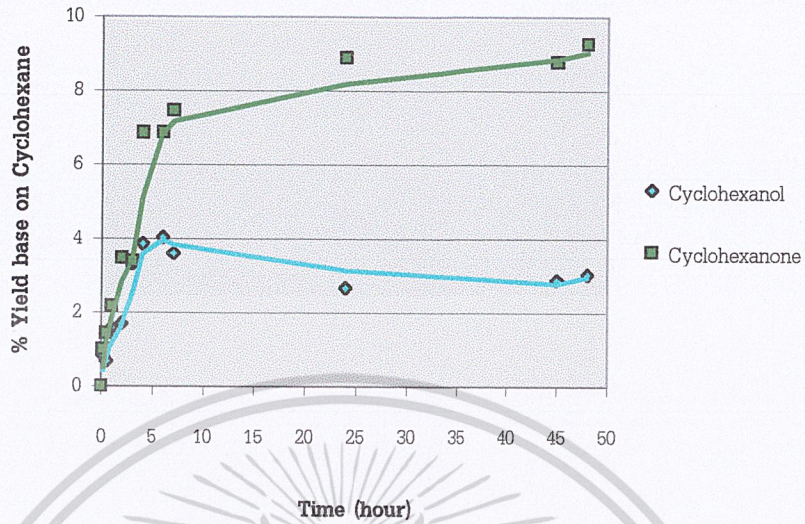
การศึกษาผลของเวลาในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันจะทำการศึกษาโดยทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 2 วัน (ตารางที่ 3-3 Run 19) แล้วหาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาได้ดีที่สุด



**รูปที่ 4-22** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง % conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

จากรูปที่ 4-22 พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ค่า % conversion จะมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากเป็นการเพิ่ม Contact time ทำให้สารตั้งต้นมีโอกาสสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาได้นานกว่า แต่เมื่อเวลาผ่านไปค่าที่ได้จะเริ่มคงที่ ที่เวลาประมาณ 8 ชั่วโมง เนื่องจากถึงสมดุลของปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



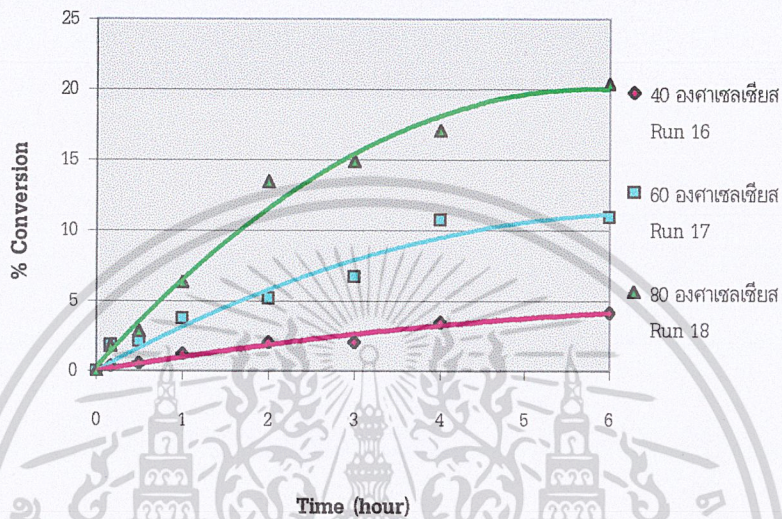
**รูปที่ 4-23** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง % yield base on cyclohexane กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

จากรูปที่ 4-23 พบว่าในช่วงแรกของปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน ปริมาณของไซโคลเฮกซานอลและไซโคลเฮกซาโนนจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ซึ่งอธิบายได้ว่าทั้งไซโคลเฮกซานอลและไซโคลเฮกซาโนนเกิดจากไซโคลเฮกเซน แต่เมื่อเวลาผ่านไป จะพบว่าปริมาณของไซโคลเฮกซานอลจะลดลง ในขณะที่ไซโคลเฮกซาโนนเพิ่มขึ้น เนื่องจากไซโคลเฮกซานอลบางส่วนถูกออกซิเดชันไปเป็นไซโคลเฮกซาโนน ดังการทดลองในตาราง 3-3 Run 13 (อธิบายในหัวข้อ 5.2 รูปที่ 4-33) ซึ่งใช้ไซโคลเฮกซานอลเป็นสารตั้งต้น ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็นไซโคลเฮกซาโนน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3. ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา

การศึกษาเพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา ทำได้โดยทำการทดลองที่อุณหภูมิ 40 60 และ 80 องศาเซลเซียส โดยใช้ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (ตารางที่ 3-3 Run 16, 17, 18)



**รูปที่ 4-24** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

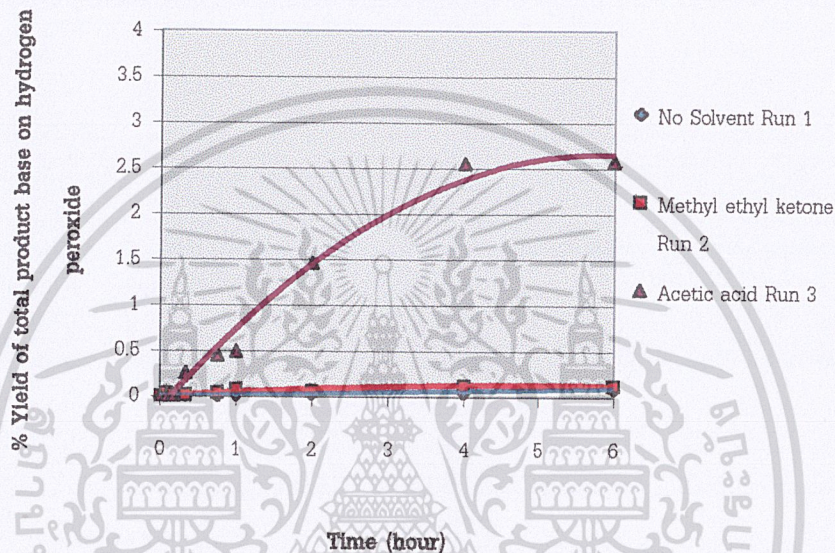
จากรูปที่ 4-24 พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาจะทำให้ปฏิกิริยามีแนวโน้มเกิดได้ดีขึ้น เนื่องจากพลังงานจลน์ของระบบมากขึ้น เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ผลที่ได้ยังไม่ดีนัก ซึ่งอาจจะเกิดจากพลังงานที่ใช้ในการทำปฏิกิริยายังไม่เพียงพอที่จะทำให้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์แตกตัว เพราะไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะแตกตัวที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส<sup>[16]</sup> โดยปฏิกิริยาจะเกิดได้ดีเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 60 องศาเซลเซียส แต่ในกรณีที่อุณหภูมิสูงเกินไปไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะระเหยได้มาก อาจทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนขณะทำการทดลอง<sup>[16]</sup> จึงเลือกอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสในการศึกษาปฏิกิริยาอื่น ๆ และจากการทดลองสรุปได้ว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา คือ 60-80 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4. ผลของตัวทำละลายที่ใช้ในปฏิกิริยา

##### 4.1 ผลของชนิดของตัวทำละลาย

การศึกษาผลของตัวทำละลาย โดยตัวทำละลายที่ใช้ในการศึกษาคือ เมทิลเอทิลคีโตน กรดอะซิติก เปรียบเทียบกับกรณีที่ไม่ใช้ตัวทำละลาย (ตารางที่ 3-3 Run 1, 2, 3) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยนำไปใช้ในปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน

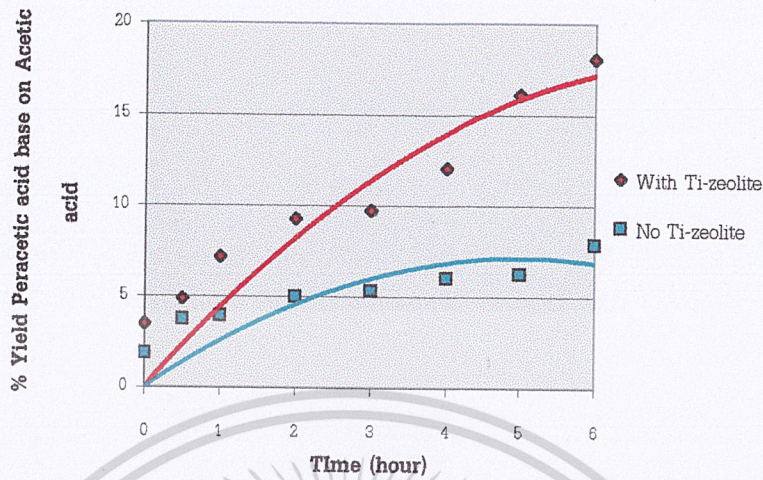


**รูปที่ 4-25** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield of total product base on hydrogen peroxide กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และไม่ใช้ตัวทำละลาย

จากรูปที่ 4-25 พบว่า เมื่อไม่ใช้ตัวทำละลายจะเกิดปฏิกิริยาได้ไม่ดี เนื่องจากความสามารถในการละลายเป็นเนื้อเดียวกันของไซโคลเฮกเซนกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ซึ่งมีน้ำอยู่ด้วยน้อย แต่เมื่อใช้ตัวทำละลาย คือ เมทิลเอทิลคีโตน จะเกิดได้น้อยกว่า ไม่ใช้ตัวทำละลาย เนื่องจากเกิดผลิตภัณฑ์ร่วม<sup>[24]</sup>

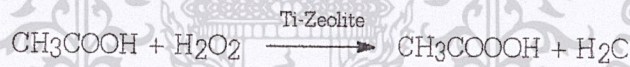
สำหรับการใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย พบว่าในปฏิกิริยาออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซน ปฏิกิริยาเกิดได้ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเมทิลเอทิลคีโตน และไม่ใช้ตัวทำละลาย ซึ่งสันนิษฐานว่า กรดอะซิติก จะถูกดูดซับ และเกิดอันตรกิริยากับตำแหน่งที่วงไวยของไซโคลเฮกไซด์ และถูกออกซิไดส์ได้เป็นเปอร์อะซิติก ดังนั้นจึงได้ทำการตรวจสอบว่ามีเปอร์อะซิติกเกิดขึ้นจริง (การทดลองที่ 4 การศึกษาการสังเคราะห์เปอร์อะซิติก) และผลที่ได้แสดงในรูปที่ 4-26 และ 4-27

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

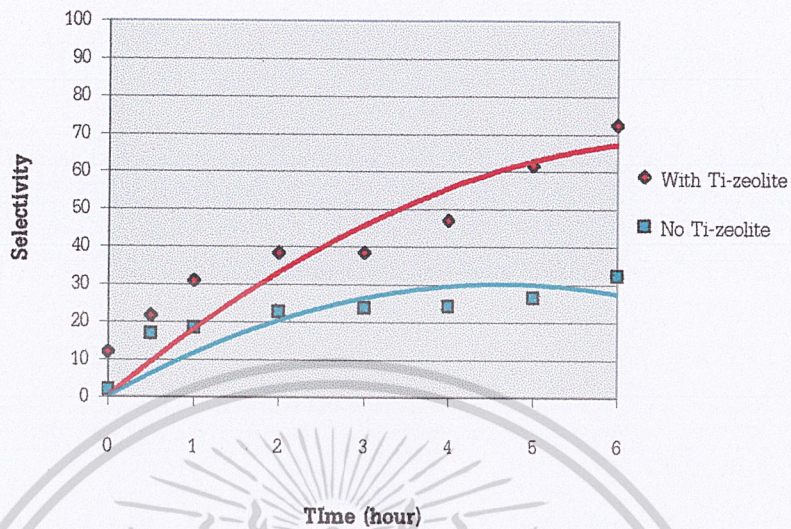


**รูปที่ 4-26** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง % yield of peracetic based on acetic กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาของการสังเคราะห์เปอร์อะซิติก โดยใช้และไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

จากรูปที่ 4-26 พบว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ จะเกิดเปอร์อะซิติกได้มากกว่าประมาณ 2 เท่าของกรณีที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา จึงสันนิษฐานได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์น่าจะมีส่วนช่วยในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของกรดอะซิติกไปเป็นเปอร์อะซิติก โดยเปอร์อะซิติกที่เกิดขึ้น เป็นไปตามสมการ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



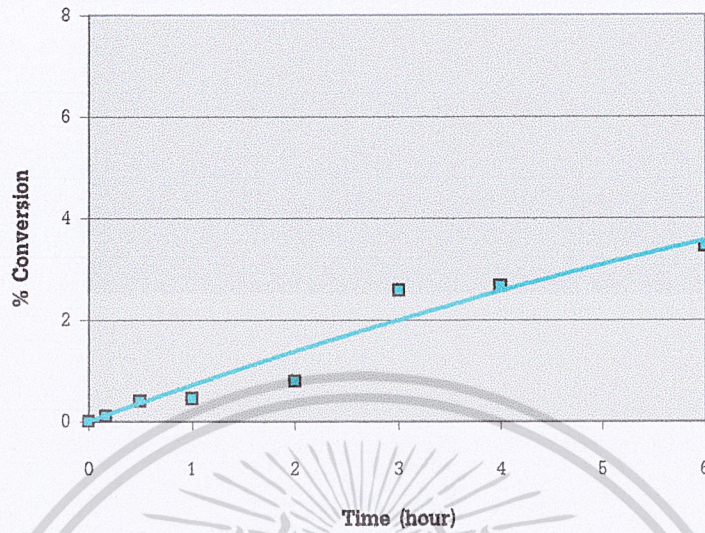
**รูปที่ 4-27** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Selectivity ของเปอร์อะซิติกกับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาของการสังเคราะห์เปอร์อะซิติก โดยใช้และไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

และจากรูปที่ 4-27 พบว่าการดอะซิติกเมื่ออยู่ในปฏิกิริยาที่มีไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์ จะมีแนวโน้มที่จะเกิดเป็นเปอร์อะซิติกได้ดี และเมื่อใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมี Selectivity ในการเกิดเปอร์อะซิติกได้ดีกว่าเมื่อไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา จึงอาจกล่าวได้ว่าซีโอไลต์มีส่วนช่วยในการเกิดเปอร์อะซิติก

โดยทั่วไปเปอร์อะซิติกนั้นมีความสมบัติเป็นตัวออกซิไดส์ จึงสันนิษฐานว่าเปอร์อะซิติกมีส่วนช่วยในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน จึงทำการทดลองการสังเคราะห์เปอร์อะซิติกโดยใช้ซีโอไลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และนำเปอร์อะซิติกที่สังเคราะห์ได้ไปใช้ในปฏิกิริยาออกซิเดชัน (ตารางที่ 3.3 Run 15) ผลที่ได้เป็นดังรูปที่

4-28

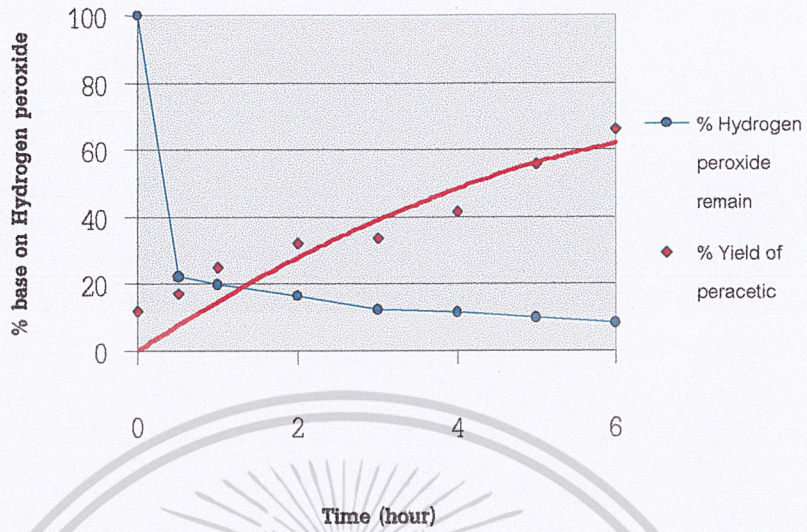
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



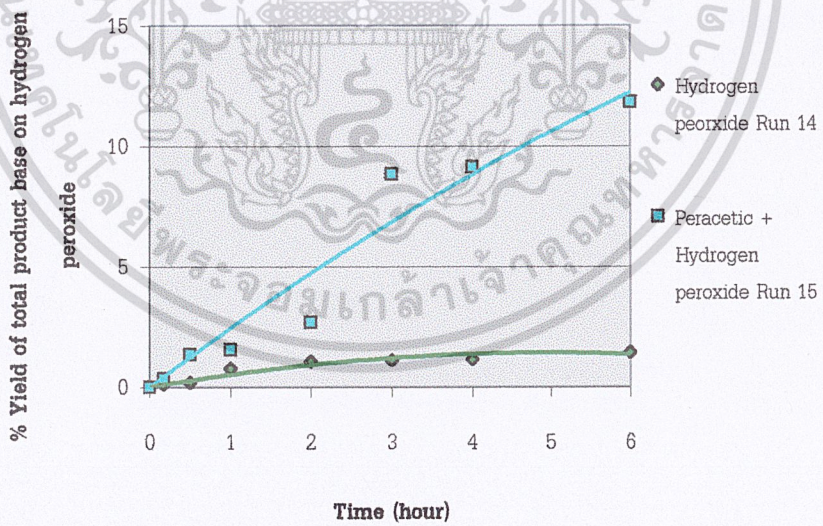
**รูปที่ 4-28** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ ไททาเนียมซีลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เปอร์อะซิติกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์

จากรูปที่ 4-28 เมื่อทำปฏิกิริยาเปลี่ยนกรดอะซิติกไปเป็นเปอร์อะซิติกโดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์ พบว่าเปอร์อะซิติกที่ได้สามารถใช้เป็นตัวออกซิไดส์ในปฏิกิริยาออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



**รูปที่ 4-29** แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ลดลง และปริมาณเปอร์อะซิติกที่เกิดขึ้น กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์โททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส



**รูปที่ 4-30** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield of total product base on hydrogen peroxide กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์โททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

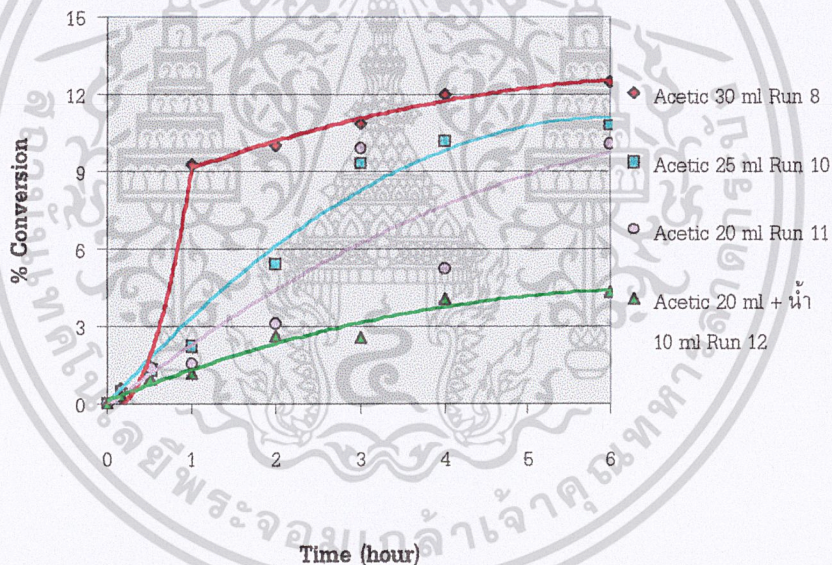
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และจากรูปที่ 4-29 เมื่อทำปฏิกิริยาสังเคราะห์เปอร์อะซิติกเป็นเวลา 6 ชั่วโมงก่อนนั้น จะมีปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เหลือในปฏิกิริยาน้อย และเมื่อนำไปทำปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซนต่อ ทำให้ %yield ที่คิดต่อปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (ตารางที่ 3-3 Run 15) มีค่ามากกว่ากรณีที่ใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เพียงอย่างเดียว ดังแสดงในรูป 4-30 ผลลัพธ์ที่เพิ่มขึ้นนั้น อนุมานได้ว่า น่าจะเกิดจากเปอร์อะซิติกทำหน้าที่เป็นตัวออกซิไดส์ในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน

จากผลที่ได้นี้ สามารถสรุปได้ว่า กรดอะซิติก มีส่วนร่วมในปฏิกิริยาออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซน

#### 4.2 ผลของปริมาณตัวทำละลายที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน

การศึกษาผลของปริมาณตัวทำละลายทำได้โดยใช้ตัวทำละลายกรดอะซิติก ในปริมาณที่แตกต่างกัน กล่าวคือ 20, 25 และ 30 กรัม และนอกจากนั้นยังทำการทดสอบอัตราส่วนของกรดอะซิติกกับน้ำ โดยอัตราส่วนที่ใช้ คือ 30:0 และ 20:10 (ตารางที่ 3-3 Run 8, 10, 11, 12)



**รูปที่ 4-31** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield of total product base on hydrogen peroxide

กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1 และ B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

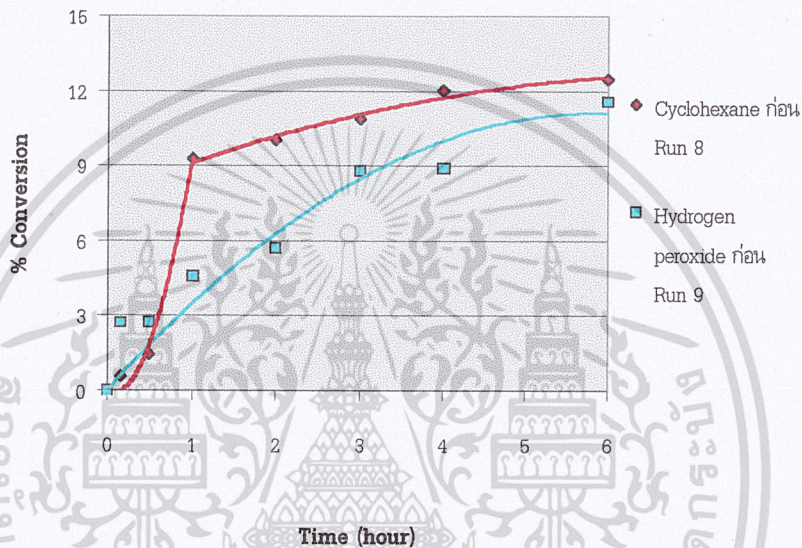
โดยทั่วไปแล้วปริมาณตัวทำละลายที่มาก ปฏิกริยาจะเกิดได้น้อย เนื่องจากความเข้มข้นของสารตั้งต้นลดลง ทำให้โอกาสที่สารจะสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง แต่จากการศึกษาที่ดังรูป 4-31 พบว่ากรณีที่เติมกรดอะซิติก 30 กรัม จะเกิดปฏิกิริยาได้ดีที่สุด เนื่องจากกรดอะซิติกจะถูกออกซิไดส์ไปเป็นเปอร์อะซิติกได้มาก ซึ่งเปอร์อะซิติกสามารถเป็นตัวออกซิไดส์ได้ (ซึ่งตรงกับการศึกษาผลของเปอร์อะซิติกดังที่กล่าวมาข้างต้น) สำหรับการศึกษ้อัตราส่วนของกรดอะซิติกกับน้ำ พบว่าเมื่อความเข้มข้นของกรดอะซิติกลดลง จะมีผลทำให้ปริมาณของเปอร์อะซิติกที่เกิดขึ้นด้วยลดลงเช่นกันดังที่ได้กล่าวมาแล้ว จึงส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดได้ไม่ดี สรุปได้ว่า กรดอะซิติกมีส่วนร่วมในการเกิดปฏิกิริยา ปริมาณกรดอะซิติกที่มาก ทำให้เกิดเปอร์อะซิติกได้มาก และปฏิกิริยาจะเกิดได้ดีขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

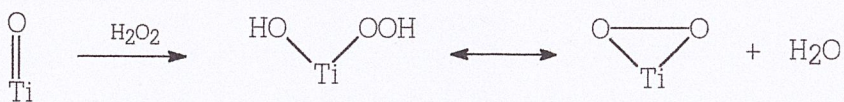
## 5. แนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยา

5.1 ผลของความพร้อมของตำแหน่งที่ว่างไว้ ทำการศึกษาโดยการเปลี่ยนลำดับการเติมสารตั้งต้นซึ่งในปฏิกริยานี้คือ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (ตารางที่ 3.3 Run 8, 9) โดยซีโอไลต์ที่ใช้คือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) โดยทำที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

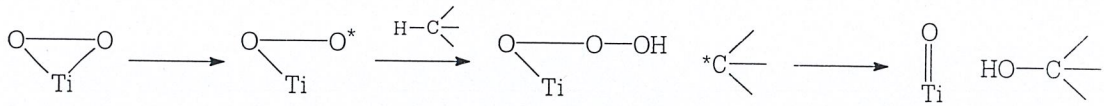


**รูปที่ 4-32** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง % conversion กับระยะเวลาที่ทำปฏิกริยาออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) โดยเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ก่อน และเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ก่อน ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4-32 พบว่าเมื่อเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงไปก่อน (ตารางที่ 3.3 Run 9) กราฟ % conversion ที่ได้จะสูง ในช่วงแรก ทั้งนี้สันนิษฐานว่าเนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เติมลงไปก่อนจะไปเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับตำแหน่งที่ว่างไว้ของซีโอไลต์ ซึ่งอาจแสดงดังสมการ

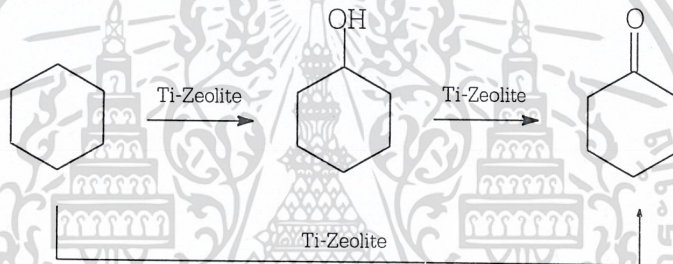


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ในขณะที่เมื่อเติมไซโคลเฮกเซนลงไปก่อนไซโคลเฮกเซนจะเข้าไปอยู่ในรูพรุนโดยไม่เกิดปฏิกิริยาใด ๆ กับตำแหน่งที่ว่างไว้กับซีโอไลต์ ทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาในช่วงแรกช้า แต่ปฏิกิริยาโดยรวมพบว่าไม่แตกต่างกันมาก จึงสรุปได้ว่า ลำดับในการเติมไซโคลเฮกเซนและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ก่อน ไม่มีผลต่อปฏิกิริยาโดยรวม แต่จะมีผลต่อปฏิกิริยาในช่วงแรกเท่านั้น

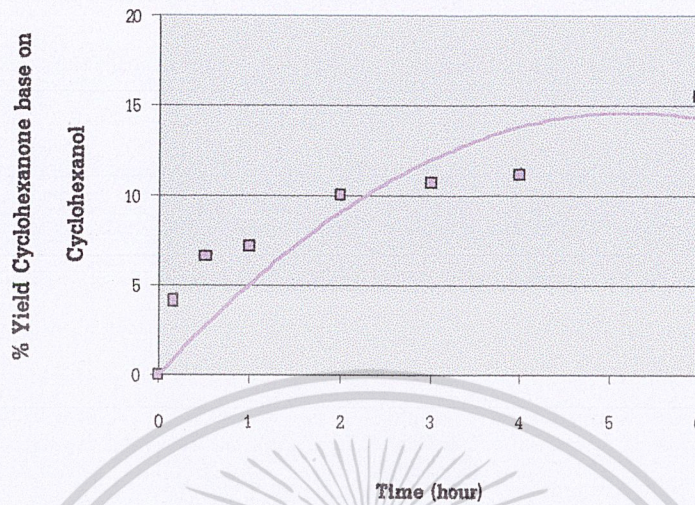
5.2 การศึกษาแนวทางการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าไซโคลเฮกเซน เกิดเป็นไซโคลเฮกซานอล และไซโคลเฮกซาโนน และสันนิษฐานว่าไซโคลเฮกซาโนนบางส่วนที่เกิดขึ้นเกิดจากไซโคลเฮกซานอลได้ ปฏิกิริยาทั้งหมดที่เกิดขึ้นน่าจะเป็นดังสมการ



ดังนั้นจึงทำการทดสอบ โดยใช้ไซโคลเฮกซานอลเป็นสารตั้งต้น (ตารางที่ 3-3 Run 13) ซึ่งได้ผล

แสดงดังรูป 4-33

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



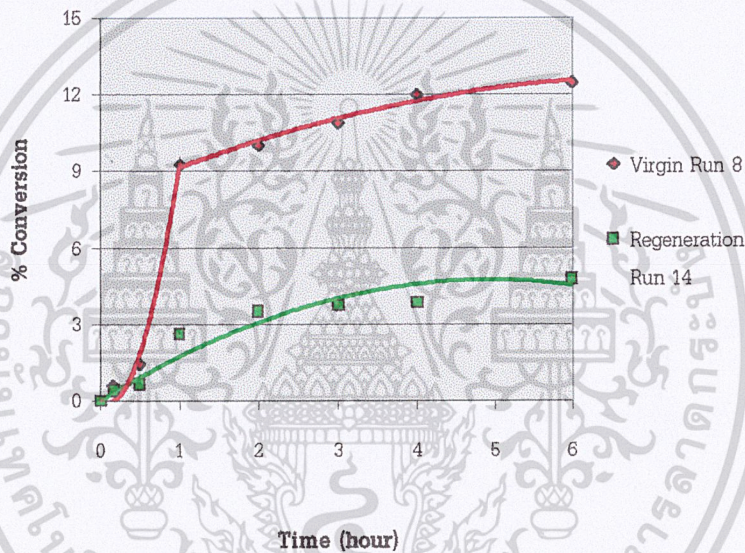
**รูปที่ 4-33** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %yield of cyclohexanone based on cyclohexanol กับระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยใช้ไซโคลเฮกซานอลเป็นสารตั้งต้น ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

จากรูป 4-33 พบว่า เมื่อใช้ไซโคลเฮกซานอลเป็นสารตั้งต้น สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ไซโคลเฮกซาโนน เป็นสารผลิตภัณฑ์ จึงสรุปได้ว่าไซโคลเฮกซาโนนบางส่วนที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซนและบางส่วนเกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของไซโคลเฮกซานอล ซึ่งสอดคล้องผลการทดลองผลของเวลาที่มีต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน ซึ่งเมื่อเวลาผ่านไป ปริมาณไซโคลเฮกซาโนนเพิ่มขึ้น ในขณะที่ปริมาณไซโคลเฮกซานอลจะลดลง ด้วยเหตุที่ไซโคลเฮกซาโนนเกิดจากไซโคลเฮกเซนและไซโคลเฮกซานอลทำให้ผลิตภัณฑ์หลัก (major product) ของปฏิกิริยานี้คือ ไซโคลเฮกซาโนน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 6. การนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่

ซีโอไลต์ที่นำมาทำการศึกษาคือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ซึ่งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแล้ว และนำมาให้ความร้อน 420 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อเผาไล่สารที่เหลือจากการใช้งานออกจากรูพรุนของซีโอไลต์ และนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการทดลอง (ตารางที่ 3-3 Run 14, 15) ผลการทดลองที่ได้แสดงดังรูป 4-33 พบว่าเมื่อนำซีโอไลต์มาใช้ใหม่จะเกิดปฏิกิริยาได้น้อยลง จึงสรุปได้ว่า การนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่จะสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ แต่จะมีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาลดลง เนื่องจากความเป็นผลึกลดลง สังเกตได้จากผลของ X-ray powder diffraction ดังแสดงในรูปที่ 4-13



**รูปที่ 4-34** แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง %conversion กับระยะเวลาที่ใช้ในปฏิกิริยาออกซิเดชันของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1 และ B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัย

#### ตอนที่ 1 การศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ

ซีโอไลต์ที่ทำการสังเคราะห์ คือ ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1) และไททาเนียม MCM-41 และทำการตรวจสอบเอกลักษณ์ โดยใช้เทคนิคและเครื่องมือต่าง ๆ สรุปได้ดังนี้

- ☆ เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray powder diffraction, XRD) โดยใช้แหล่งของรังสีเอ็กซ์ CuK $\alpha$  พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผลิตภัณฑ์ทั้ง 2 ที่สังเคราะห์ได้เหมือนกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานของโครงสร้างตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด MFI และ MCM-41 จึงสรุปได้ว่าซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ขึ้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซีโอไลต์ที่มีโครงสร้างตามต้องการ
- ☆ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) พบว่าผลึกของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์จะมีผลึกขนาดใหญ่เป็นแท่งยาว และผลึกไททาเนียม MCM-41 เป็นผลึกรูปหกเหลี่ยม แต่มีความเป็นอสัณฐานเกิดขึ้นมาก
- ☆ เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR) พบว่าผลิตภัณฑ์ทั้ง 2 ชนิดที่สังเคราะห์ได้ มีพีกขึ้น 960 cm<sup>-1</sup> ซึ่งเป็นพีกของ Titanyl group ที่เป็นตำแหน่งที่วงไวยของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ
- ☆ เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence, XRF) พบว่าซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) มี Si/Ti = 22 ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) มี Si/Ti = 16 และไททาเนียม MCM-41 มี Si/Ti = 25
- ☆ เครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็ง (Autosorb-1C) พบว่าซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) มีพื้นที่ผิว (BET) มากกว่าซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) ทั้งนี้เนื่องจากซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3) มีความเป็นผลึกมากกว่า ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) สำหรับ Ti-MCM-41 มีพื้นที่ผิวน้อยกว่า MCM-41 โดยทั่วไป ทั้งนี้เนื่องจากมีความเป็นอสัณฐานสูง

จากการปรับเปลี่ยนเวลาในการตกผลึกของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ พบว่าเมื่อสังเคราะห์โดยใช้เวลาในการตกผลึกน้อยเกินไป จะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เกิดเป็นเพียงชั้นผลึกไททาโนซิลิเกต (TS-1 B1) และจากเปลี่ยนแหล่งไททาเนียม เมื่อเปลี่ยนจากเตตระเอทิลออลไททาเนต (TS-1 B2) เป็นเตตระบิวทิลออลไททาเนต (TS-1 B3) จะทำให้สารผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความสมบูรณ์ของผลึกสูงขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ตอนที่ 2 การศึกษาสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ ที่มีผลต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน

จากการศึกษาสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ โดยนำมาใช้ในปฏิกิริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน เป็นไซโคลเฮกซานอล และไซโคลเฮกซาโนน โดยทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาดังนี้

1. ผลของปริมาณไททาเนียมที่แตกต่างและความสมบูรณ์ของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ
2. เวลาในการทำปฏิกิริยา
3. อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา
4. ผลของตัวทำละลาย
5. แนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกิริยา
6. การนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่

ซึ่งแต่ละหัวข้อที่ทำการศึกษา สามารถสรุปได้ดังนี้

1. ผลของปริมาณไททาเนียมและความสมบูรณ์ของผลึกของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ จากการศึกษพบว่าซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ซึ่งมีความสมบูรณ์ของผลึกและปริมาณไททาเนียมสูง มีผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นมากที่สุด สำหรับไททาเนียม MCM-41 ซึ่งมีปริมาณไททาเนียมน้อยกว่า ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) เล็กน้อย น่าจะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุด แต่เนื่องจากซีโอไลต์ที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นอสัณฐานค่อนข้างมาก ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ไม่ดี จึงสรุปได้ว่าปริมาณไททาเนียมและความสมบูรณ์ของผลึกมีความสำคัญต่อปฏิกิริยา ดังนั้นไททาเนียมที่อยู่ในโครงสร้างของซีโอไลต์เท่านั้น ที่ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้

2. เวลาในการทำปฏิกิริยา จากผลการทดลอง พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ปฏิกิริยาจะเกิดได้มากขึ้น เนื่องจากการเพิ่ม Contact time และจะเริ่มเข้าสู่สมดุลหลังจากเวลา 8 ชั่วโมง และพบว่าเมื่อเวลาผ่านไปไซโคลเฮกซาโนนจะเพิ่มขึ้น ในขณะที่ไซโคลเฮกซานอลจะลดลง ดังนั้นอาจสรุปได้ว่าไซโคลเฮกซาโนนน่าจะเกิดจากไซโคลเฮกซานอล และมีบางส่วนเกิดจากไซโคลเฮกเซนโดยตรง

3. อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา พบว่า ที่อุณหภูมิในช่วง 60-80 องศาเซลเซียส ปฏิกิริยาจะเกิดได้ดีที่สุด เพราะเมื่อใช้อุณหภูมิมากกว่านี้ สารตั้งต้นจะระเหยมาก อาจทำให้การทดลองผิดพลาด

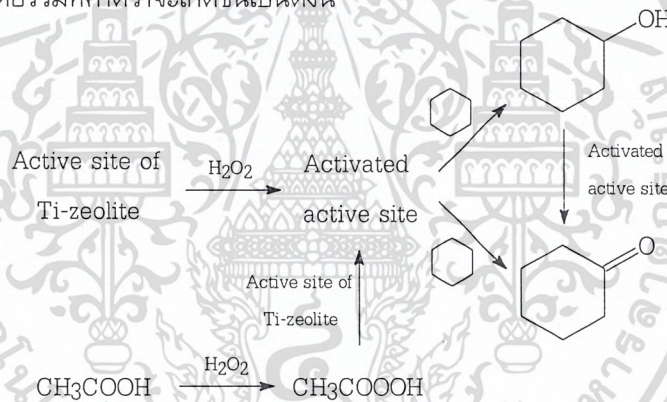
4. ผลของตัวทำละลาย จากการทดลองพบว่าความสามารถในการละลายเป็นเนื้อเดียวกันระหว่างสารตั้งต้น 2 ชนิด คือ ไซโคลเฮกเซน และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ นั้นมีผลต่อปฏิกิริยาเป็นอย่างมาก ซึ่งจะเห็นได้จากเมื่อทำปฏิกิริยาโดยไม่ใช้ตัวทำละลาย ปฏิกิริยาจะเกิดได้ไม่ดี แต่เมื่อใช้ตัวทำละลาย คือ เมทิลเอทิลคีโตน และกรดอะซิติก พบว่าการอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่ดีที่สุด เนื่องจากสามารถละลายสารตั้งต้นทั้งสองเป็นเนื้อ

เดียวและการอะซิติกยังถูกออกซิไดส์ ได้เปอร์อะซิติก ซึ่งช่วยทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้น สำหรับเมทิลเอทิลคีโตนนั้น จะถูกออกซิไดส์ได้สารที่ไม่มีผลทำให้ปฏิกิริยา สำหรับการเปลี่ยนปริมาณตัวทำละลาย และอัตราส่วน

ของการดอะซีติกกับน้ำ พบว่ายังมีปริมาณกรดอะซีติกมาก ปฏิกริยาจะยิ่งเกิดได้ดีขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากจะเกิดเป็นเปอร์อะซีติกมาก จึงสรุปได้ว่ากรดอะซีติกมีส่วนร่วมในปฏิกริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน

#### 5. แนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกริยา

- o ความพร้อมของ active site พบว่าลำดับในการเติมไซโคลเฮกเซนกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ไม่มีผลต่อปฏิกริยาโดยรวม แต่จะมีผลต่อปฏิกริยาช่วงแรกเท่านั้น โดยปฏิกริยาที่เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ก่อนจะเกิดปฏิกริยาได้ดีกว่าในช่วงแรก ทั้งนี้เนื่องจากไฮโดรเจนออกไซด์จะเข้าไปทำปฏิกริยากับตำแหน่งที่วงไวยของซีโอไลต์ก่อน แล้วจึงทำปฏิกริยากับไซโคลเฮกเซน สรุปได้ว่าไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะเข้าไปทำปฏิกริยากับตำแหน่งที่วงไวยก่อนจะเข้าไปทำปฏิกริยากับไซโคลเฮกเซน
- o แนวทางในการเกิดปฏิกริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซน จากการทดลองสรุปได้ว่า ไซโคลเฮกซาโนเกิดจากไซโคลเฮกซานอล และบางส่วนเกิดจากไซโคลเฮกเซนโดยตรง
- o ปฏิกริยาโดยรวมที่คาดว่าจะเกิดขึ้นเป็นดังนี้



จากแผนภาพข้างต้น ยังสามารถสรุปได้ว่า ไซโคลเฮกซาโนน่าจะเป็นผลิตภัณฑ์หลักของปฏิกริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกซาโน

6. การนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่ พบว่าการนำซีโอไลต์กลับมาใช้ใหม่จะยังสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกริยาได้ แต่มีประสิทธิภาพลดลง และถ้าต้องการทำให้ซีโอไลต์ที่นำกลับมาใช้ใหม่มีประสิทธิภาพเท่าเดิม น่าจะลดอุณหภูมิในการนำกลับมาใช้ใหม่น้อยกว่าที่ใช้ในโรงงานพิเศษนี้ (น้อยกว่า 420 °C)

#### ข้อเสนอแนะ

1. ควรหาวิธีการในการสังเคราะห์ไททาเนียม MCM-41 ให้มีความเป็นผลึกสูง
2. ควรศึกษาแนวทางของกลไกในการเกิดปฏิกริยาออกซิเดชันไซโคลเฮกเซนที่เกิดขึ้นทั้งหมด
3. ควรเพิ่มเวลาในการทำปฏิกริยา เพื่อเพิ่มปริมาณไซโคลเฮกซาโนที่เกิดขึ้น

4. ควรทำการศึกษาดูตัวเร่งปฏิกริยาซีโอไลต์ชนิดอื่น เช่น ซีโอไลต์ไททาเนียมมอดเดนไนท์ (Ti-MOR) เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับบริการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น เมื่อนุญาดให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 1ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมบีตา ซึ่งไม่ใช้ตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Yield of total product base on hydrogen peroxide	% Conversion
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.083	6.1300E-06	0	6.1300E-06	0	0	0	0	0	0
0.167	3.2470E-05	0	3.2470E-05	0.01	0.01	0	0	0.01	0.01
0.333	3.3495E-05	7.1300E-06	4.0630E-05	0.01	0.01	0	0	0.01	0.01
0.75	6.7600E-05	1.2940E-05	6.5900E-05	0.01	0.02	0	0	0.01	0.02
1	8.2200E-05	1.5500E-05	9.7700E-05	0.02	0.02	0	0	0.02	0.02
2	1.4515E-04	2.5523E-05	1.7070E-04	0.03	0.04	0.01	0.01	0.04	0.05
4	2.0470E-04	4.3800E-05	2.4850E-04	0.04	0.05	0.01	0.01	0.05	0.06
6	3.4800E-04	1.0460E-04	4.5260E-04	0.07	0.09	0.02	0.03	0.09	0.12

ตารางที่ 2ก

แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมบีตา ซึ่งใช้เมทิลเอทิลคีโตนเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Yield of total product base on hydrogen peroxide	% Conversion
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.083	4.8500E-05	3.9900E-05	8.8400E-05	0.02	0.11	0.01	0.09	0.04	0.20
0.167	2.0200E-05	1.1900E-05	3.2100E-05	0.01	0.05	0.01	0.03	0.01	0.08
0.333	2.0700E-05	1.5000E-05	3.5700E-05	0.01	0.05	0.01	0.03	0.02	0.08
0.75	5.4600E-05	3.1800E-05	8.6400E-05	0.02	0.12	0.02	0.07	0.04	0.19
1	5.3100E-05	1.8400E-04	2.3710E-04	0.07	0.12	0.01	0.42	0.08	0.53
2	7.4700E-05	7.7600E-05	1.5230E-04	0.04	0.17	0.02	0.18	0.06	0.35
4	1.7500E-04	9.1000E-05	2.6600E-04	0.07	0.40	0.05	0.21	0.12	0.61
6	1.5900E-04	1.2100E-04	2.8000E-04	0.08	0.36	0.04	0.27	0.12	0.64

ตารางที่ 3ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมบีตา ซึ่งใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Yield of total product base on hydrogen peroxide	% Conversion
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.083	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.167	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.333	2.5300E-04	1.9900E-04	3.7300E-04	0.17	0.57	0.08	0.27	0.25	0.82
0.75	5.0500E-04	1.4900E-04	6.5400E-04	0.35	1.14	0.10	0.34	0.45	1.48
1	5.3700E-04	1.7900E-04	7.1600E-04	0.37	1.22	0.12	0.41	0.49	1.63
2	1.2940E-03	8.2900E-04	2.1230E-03	0.89	2.93	0.57	1.88	1.46	4.82
4	1.6800E-03	2.0280E-03	3.7100E-03	1.16	3.81	1.40	4.60	2.56	8.42
6	1.3930E-03	2.4260E-03	3.8100E-03	0.88	2.91	1.69	5.57	2.57	8.48

ตารางที่ 4ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียม MCM-41 ซึ่งใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.083	7.0940E-05	9.0490E-05	1.6140E-04	0.05	0.13	0.06	0.17	0.30	0
0.167	5.0100E-04	5.1000E-04	1.0110E-03	0.34	0.94	0.35	0.95	1.89	1
0.333	1.7800E-04	2.5900E-04	4.3600E-04	0.12	0.33	0.18	0.48	0.81	1
0.75	3.2700E-04	3.7450E-04	7.0150E-04	0.22	0.61	0.26	0.70	1.31	1
1	1.3760E-04	1.7100E-04	3.0860E-04	0.01	0.26	0.12	0.32	0.58	0
2	6.6500E-04	8.1010E-04	1.4750E-03	0.46	1.24	0.56	1.51	2.75	2
4	2.7470E-04	5.3000E-04	8.0470E-04	0.19	0.51	0.36	0.99	1.50	1
6	5.3500E-04	1.1100E-03	1.6450E-03	0.37	0.10	0.76	2.07	3.07	2

ตารางที่ 5ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ซึ่งใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	1.1400E-04	1.5200E-04	2.6600E-04	0.08	0.26	0.10	0.34	0.60	1
0.5	1.0700E-04	2.0700E-04	3.1400E-04	0.07	0.24	0.14	0.47	0.71	1
1	1.5300E-04	2.4900E-04	4.0200E-04	0.10	0.34	0.17	0.56	0.90	2
2	1.7100E-04	3.9300E-04	5.6400E-04	0.12	0.38	0.27	0.88	1.26	2
3	2.6100E-04	5.9800E-04	8.5900E-04	0.18	0.59	0.40	1.34	1.93	4
4	2.9200E-04	6.2900E-04	9.2100E-04	0.20	0.66	0.42	1.41	2.07	4
6	3.9800E-04	7.7650E-04	1.1745E-03	0.27	0.89	0.52	1.74	2.63	6

ตารางที่ 6 แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	1.2580E-03	2.4720E-04	1.5052E-03	0.86	2.79	0.17	0.55	3.34	8
0.5	1.4376E-03	4.2969E-04	1.8673E-03	0.98	3.19	0.29	0.95	4.14	10
1	1.2810E-03	9.4680E-04	2.2278E-03	0.88	2.84	0.65	2.10	4.94	12
2	7.5937E-04	1.5006E-03	2.2600E-03	0.52	1.68	1.03	3.33	5.01	12
3	6.6533E-04	1.7126E-03	2.3779E-03	0.45	1.47	1.17	3.80	5.27	12
4	1.0480E-03	1.8734E-03	2.9214E-03	0.72	2.32	1.28	4.15	6.47	15
6	1.1665E-03	2.2284E-03	3.3949E-03	0.80	2.59	1.52	4.94	7.53	18

ตารางที่ 7ก

แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.083	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.167	3.9300E-05	5.2020E-05	9.1320E-05	0.03	0.09	0.04	0.12	0.21	0
0.333	3.2800E-05	4.4320E-05	7.7120E-05	0.02	0.07	0.03	0.10	0.17	0
0.75	1.5900E-04	2.1300E-04	3.7200E-04	0.11	0.36	0.14	0.48	0.84	2
1	1.0150E-04	1.1400E-04	2.1550E-04	0.07	0.23	0.08	0.26	0.49	1
2	1.2990E-04	1.1220E-04	2.4210E-04	0.09	0.29	0.08	0.25	0.54	1
4	7.5900E-04	1.6370E-03	2.3960E-03	0.51	1.72	1.11	3.72	5.44	12
6	1.0490E-03	2.5400E-03	3.5890E-03	0.71	2.38	1.72	5.77	8.15	19

ตารางที่ 8ก

แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	1.2400E-04	1.4595E-04	2.6995E-04	0.08	0.28	0.10	0.33	0.61	1
0.5	2.2327E-04	4.2200E-04	6.4527E-04	0.15	0.50	0.28	0.95	1.45	2
1	2.0029E-03	2.0970E-03	4.0999E-03	1.35	4.52	1.42	4.74	9.26	16
2	2.0520E-03	2.3917E-03	4.4437E-03	1.39	4.63	1.61	5.40	10.03	17
3	2.3670E-03	2.4570E-03	4.8240E-03	1.60	5.34	1.66	5.55	10.89	19
4	2.4090E-03	2.9090E-03	5.3180E-03	1.63	5.44	1.96	6.57	12.01	21
6	2.1508E-03	3.3724E-03	5.5232E-03	1.45	4.86	2.28	7.62	12.48	21

ตารางที่ 9ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ก่อน

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	3.9673E-04	7.9650E-04	1.1932E-03	0.27	0.90	0.55	1.80	2.70	5
0.5	2.5282E-04	9.6400E-04	1.2168E-03	0.17	0.57	0.66	2.18	2.75	5
1	6.5359E-04	1.3830E-03	2.0366E-03	0.45	1.48	0.95	3.12	4.60	8
2	9.7250E-04	1.5700E-03	2.5425E-03	0.67	2.20	1.01	3.55	5.75	10
3	1.5610E-03	2.3320E-03	3.8930E-03	1.07	3.52	1.60	5.27	8.79	15
4	1.3978E-03	2.5507E-03	3.9485E-03	0.96	3.16	1.76	5.76	8.92	15
6	1.7327E-03	3.3698E-03	5.1025E-03	1.19	3.91	2.31	7.61	11.52	20

ตารางที่ 10ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติก 25 กรัม เป็นตัวทำละลาย

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	8.4652E-05	1.2242E-04	2.0707E-04	0.06	0.19	0.08	0.28	0.47	1
0.5	1.3383E-04	4.4647E-04	5.8030E-04	0.09	0.30	0.30	1.01	1.31	2
1	3.8374E-04	6.1418E-04	9.9792E-04	0.26	0.87	0.41	1.39	2.26	4
2	1.0210E-03	1.3700E-03	2.3910E-03	0.68	2.31	0.92	3.10	5.41	9
3	1.7793E-03	2.3446E-03	4.1239E-03	1.19	4.03	1.57	5.31	9.34	16
4	1.8913E-03	2.6059E-03	4.4972E-03	1.27	4.28	1.75	5.90	10.18	17
6	1.6893E-03	3.0692E-03	4.7585E-03	1.13	3.82	2.06	6.95	10.77	18

ตารางที่ 11ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติก 20 กรัม เป็นตัวทำละลาย

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	
0.17	7.8260E-05	1.4204E-04	2.2030E-04	0.05	0.17	0.10	0.31	0.48	1
0.5	2.5480E-04	3.7453E-04	6.2933E-04	0.17	0.56	0.25	0.82	1.38	2
1	2.5208E-04	4.5901E-04	7.1109E-04	0.17	0.55	0.31	1.01	1.56	3
2	5.8620E-04	8.1925E-04	1.4055E-03	0.40	1.29	0.55	1.80	3.09	5
3	1.8451E-03	2.6726E-03	4.5177E-03	1.25	4.05	1.81	5.86	9.91	17
4	9.3910E-04	1.4460E-03	2.3851E-03	0.64	2.06	0.98	3.17	5.23	9
6	1.7104E-03	2.8834E-03	4.5938E-03	1.16	3.75	1.95	6.32	10.07	18

ตารางที่ 12ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติก 20 กรัม และน้ำ 10 กรัม เป็นตัวทำละลาย

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover Number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	6.8673E-05	7.1393E-05	1.4007E-04	0.05	0.15	0.05	0.16	0.31	1
0.5	1.8674E-04	2.4892E-04	4.3566E-04	0.13	0.42	0.17	0.56	0.98	2
1	2.0704E-04	3.2541E-04	5.3245E-04	0.14	0.47	0.22	0.73	1.20	2
2	4.2220E-04	7.5189E-04	1.1741E-03	0.29	0.95	0.52	1.67	2.64	5
3	3.1729E-04	8.3176E-04	1.1491E-03	0.21	0.71	0.57	1.87	2.58	4
4	6.3900E-04	1.1800E-03	1.8190E-03	0.43	1.44	0.81	2.65	4.09	7
6	5.6018E-04	1.3756E-03	1.9358E-03	0.38	1.26	0.94	3.09	4.35	7

ตารางที่ 13ก

แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้ไซโคลเฮกซานอลเป็นสารตั้งต้น

Time (hour)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexanol	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0
0.17	1.8511E-03	3.5000E-03	1.24	4.18	7.91	14
0.5	2.9163E-03	5.2000E-03	1.95	6.59	11.75	20
1	3.1676E-03	7.8800E-03	2.12	7.16	17.81	30
2	4.4342E-03	1.1400E-02	2.96	10.02	25.76	44
3	4.7456E-03	1.1600E-02	3.17	10.72	26.21	45
4	4.9546E-03	1.2362E-02	3.31	11.20	27.93	48
6	6.8759E-03	1.5201E-02	4.60	15.54	34.35	59

ตารางที่ 14ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Yield of total product base on hydrogen peroxide	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	1.4866E-04	4.0012E-05	1.8867E-04	0.10	0.33	0.03	0.09	0.13	0.42	1
0.5	1.1640E-04	1.8970E-04	3.0610E-04	0.08	0.26	0.13	0.43	0.21	0.69	1
1	5.6409E-04	6.1306E-04	1.1772E-03	0.38	1.27	0.41	1.38	0.79	2.65	5
2	6.5890E-04	9.0840E-04	1.5673E-03	0.44	1.48	0.61	2.04	1.05	3.52	6
3	6.6278E-04	1.0067E-03	1.6695E-03	0.45	1.49	0.68	2.26	1.13	3.75	6
4	7.5875E-04	9.6240E-04	1.7212E-03	0.51	1.70	0.65	2.16	1.16	3.86	7
6	8.4026E-04	1.2988E-03	2.1391E-03	0.57	1.89	0.88	2.92	1.45	4.81	8

ตารางที่ 15ก

แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้เปอร์อะซิติกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Yield of total product base on hydrogen peroxide	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	0	4.7282E-05	4.7282E-05	0	0	0.32	0.11	0.32	0.11	0
0.5	5.4805E-05	1.2145E-04	1.7626E-04	0.38	0.12	0.83	0.27	1.21	0.39	1
1	5.0886E-05	1.5049E-04	2.0138E-04	0.35	0.11	1.03	0.34	1.38	0.45	1
2	8.6631E-05	2.6284E-04	3.4947E-04	0.59	0.19	1.80	0.59	2.39	0.78	1
3	4.1540E-04	7.3244E-04	1.1478E-03	2.85	0.93	5.02	1.65	7.87	2.58	4
4	3.6070E-04	8.2530E-04	1.1860E-03	2.47	0.81	5.66	1.85	8.13	2.66	5
6	4.8787E-04	1.0476E-03	1.5355E-03	3.35	1.10	7.19	2.35	10.54	3.45	6

ตารางที่ 16ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	6.0560E-05	1.0194E-04	1.6250E-04	0.04	0.14	0.07	0.23	0.37	1
0.5	9.1934E-05	1.5493E-04	2.4686E-04	0.06	0.21	0.10	0.35	0.56	1
1	1.9270E-04	3.6230E-04	5.5500E-04	0.13	0.43	0.24	0.81	1.24	2
2	4.5700E-04	4.6283E-04	9.1983E-04	0.31	1.03	0.31	1.04	2.07	4
3	4.1537E-04	5.0030E-04	9.1567E-04	0.28	0.93	0.34	1.12	2.05	4
4	6.2657E-04	9.2198E-04	1.5486E-03	0.42	1.41	0.62	2.07	3.48	6
6	7.4078E-04	1.1031E-03	1.8439E-03	0.50	1.66	0.74	2.48	4.14	7

ตารางที่ 17ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover Number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	3.8539E-04	4.5785E-04	8.4324E-04	0.25	0.84	0.30	0.10	1.84	3
0.5	3.1483E-04	6.5754E-04	9.7237E-04	0.20	0.69	0.42	1.43	2.12	4
1	7.2085E-04	1.0004E-03	1.7213E-03	0.47	1.57	0.65	2.18	3.75	7
2	7.7998E-04	1.5949E-03	2.3749E-03	0.50	1.70	1.03	3.47	5.17	9
3	1.5250E-03	1.5530E-03	3.0780E-03	0.98	3.32	1.00	3.37	6.70	12
4	1.7700E-03	3.1573E-03	4.9273E-03	1.14	3.85	2.04	6.87	10.72	19
6	1.8530E-03	3.1596E-03	5.0126E-03	1.20	4.03	2.04	6.88	10.91	19

ตารางที่ 18ก แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) โดยใช้กรดอะซีติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	3.2376E-04	4.6660E-04	7.9036E-04	0.22	0.73	0.32	1.05	1.78	3
0.5	4.6330E-04	7.9660E-04	1.2599E-03	0.32	1.04	0.55	1.79	2.83	5
1	1.6338E-04	2.6571E-03	2.8205E-03	0.11	0.37	1.82	5.97	6.34	11
2	2.3126E-03	3.6800E-03	5.9926E-03	1.58	5.19	2.52	8.27	13.46	23
3	2.0896E-03	4.5403E-03	6.6299E-03	1.43	4.69	3.11	10.20	14.89	26
4	2.4100E-03	5.1889E-03	7.5989E-03	1.65	5.41	3.55	11.65	17.06	29
6	2.7829E-03	6.2846E-03	9.0675E-03	1.91	6.25	4.30	14.12	20.37	35

ตารางที่ 19k แสดงผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีของตัวเร่งปฏิกิริยาไททานเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) โดยใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 48 ชั่วโมง

Time (hour)	Cyclohexanol (mol)	Cyclohexanone (mol)	Total product (mol)	% Yield of cyclohexanol base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanol base on Cyclohexane	% Yield of cyclohexanone base on hydrogen peroxide	% Yield of cyclohexanone base on cyclohexane	% Conversion	Turnover number
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.17	3.8539E-04	4.5785E-04	8.4324E-04	0.25	0.84	0.30	1.00	1.84	3
0.5	3.1483E-04	6.5754E-04	9.7237E-04	0.20	0.69	0.42	1.43	2.12	4
1	7.2085E-04	1.0004E-03	1.7213E-03	0.47	1.57	0.65	2.18	3.75	7
2	7.7998E-04	1.5949E-03	2.3749E-03	0.50	1.70	1.03	3.47	5.17	9
3	1.5250E-03	1.5530E-03	3.0780E-03	0.98	3.32	1.00	3.38	6.70	12
4	1.7700E-03	3.1573E-03	4.9273E-03	1.14	3.85	2.04	6.87	10.72	19
6	1.8530E-03	3.1596E-03	5.0126E-03	1.20	4.03	2.04	6.88	10.91	19
7	1.6595E-03	3.4297E-03	5.0892E-03	1.07	3.61	2.21	7.46	11.07	20
24	1.2250E-03	4.0898E-03	5.3148E-03	0.79	2.67	2.64	8.90	11.57	21
45	1.3229E-03	4.0400E-03	5.3629E-03	0.85	2.88	2.61	8.79	11.67	21
48	1.3931E-03	4.2630E-03	5.6562E-03	0.90	3.03	2.75	9.28	12.31	22

## ภาคผนวก ข

### ผลและวิธีการคำนวณที่ได้จากการไทเทรตในการสังเคราะห์เปอร์อะซิติก

#### การหาปริมาณเปอร์อะซิติก

ตารางที่ 1ข แสดงปริมาณสารที่ใช้ในการไทเทรตหาปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เหลืออยู่ และปริมาณเปอร์อะซิติกที่เกิดขึ้นที่เวลาต่าง ๆ โดยใช้ซีโอไลต์ในการสังเคราะห์

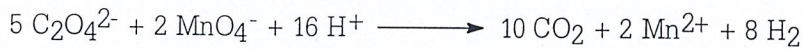
เวลา (ชั่วโมง)	ปริมาณ $\text{KMnO}_4$ (ml)	ปริมาณ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ml)
0	0	1.50
0.5	6.30	2.10
1	5.50	3.10
2	4.60	4.10
3	3.50	4.20
4	3.30	5.20
5	2.80	6.95
6	2.20	7.40

ตารางที่ 2ข แสดงปริมาณสารที่ใช้ในการไทเทรตหาปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เหลืออยู่ และปริมาณเปอร์อะซิติกที่เกิดขึ้นที่เวลาต่าง ๆ โดยไม่ใช้ซีโอไลต์ในการสังเคราะห์

เวลา (ชั่วโมง)	ปริมาณ $\text{K}_2\text{O}_4$ (ml)	ปริมาณ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ml)
0	0	0.80
0.5	6.80	1.60
1	5.50	1.70
2	5.25	2.20
3	4.80	2.30
4	4.40	2.60
5	3.50	2.70
6	3.10	3.40

## วิธีการคำนวณ

จากการหาความเข้มข้นที่แน่นอนของ  $\text{KMnO}_4$  โดยใช้โซเดียมออกซาลेट ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) โดยใช้สมการ



โดยใช้  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0.2957 g ในน้ำ 60 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:8) 15 ml ใช้  $\text{KMnO}_4$  20 ml

จะได้ความเข้มข้นของ  $\text{KMnO}_4 = 0.0440 \text{ N}$

การหาปริมาณ  $\text{H}_2\text{O}_2$  ที่เหลืออยู่ ใช้สมการ



ปริมาณ  $\text{KMnO}_4$  0.1 N 1 ml จะสมมูลกับ  $\text{H}_2\text{O}_2$  0.0017 g

จากการทดลองจะปิเปต 0.2 ml จากสารตัวอย่างมาเจือจางด้วย  $\text{H}_2\text{SO}_4$  50 ml (A คือ ปริมาณ  $\text{KMnO}_4$  ที่ไทเทรตได้)

$$\begin{aligned} \text{สารละลาย } 50.2 \text{ ml} \text{ มี } \text{H}_2\text{O}_2 &= A \times 0.0017 \text{ g} \\ \text{สารละลาย } 1000 \text{ ml} \text{ มี } \text{H}_2\text{O}_2 &= \frac{A \times 0.0017 \times 0.044 \times 1000}{50.2} \text{ g} \\ &= \frac{A \times 0.0017 \times 0.044 \times 1000}{50.2 \times 34 \times 0.1} \text{ M} \end{aligned}$$

สารตัวอย่างที่นำมาทดสอบเจือจาง 250 เท่า

$$\text{จำนวนโมล } \text{H}_2\text{O}_2 \text{ ในตัวอย่าง} = \frac{A \times 0.0017 \times 0.044 \times 250 \times \text{น้ำหนักสารทั้งหมด}}{50.2 \times 34 \times 0.1} \text{ mol}$$

ในทำนองเดียวกัน ปริมาตร  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.1 N 1 ml จะสมมูลกับเปอร์อะซิดิก 0.0038 g (ให้ปริมาตร B ml)

$$\text{จำนวนโมลเปอร์อะซิดิกในตัวอย่าง} = \frac{B \times 0.0038 \times 250 \times \text{น้ำหนักสารทั้งหมด}}{50.2 \times 76} \text{ mol}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

แสดงผลที่ได้จากการสังเคราะห์เปอร์อะซีติก

ตารางที่ 1ค แสดงผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์เปอร์อะซีติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียม ซิลิกาไลต์ (B3)

Time (hour)	Hydogen peroxide remain (mol)	Peracetic acid (mol)	% Hydrogen peroxide remain	% Yield of peracetic acid base on acetic acid	% Yield of peracetic acid base on hydrogen peroxide	Selectivity
0	0.1482	0.0234	100.0000	3.48	12.01	12.01
0.5	0.0969	0.0328	22.22	4.87	16.82	21.62
1	0.061	0.0484	19.75	7.18	24.82	30.93
2	0.0711	0.0625	16.31	9.27	32.03	38.27
3	0.0542	0.0656	12.43	9.73	33.63	38.41
4	0.05	0.0812	11.46	12.05	41.64	47.00
5	0.0427	0.1085	9.79	16.10	55.65	61.70
6	0.0358	0.1218	8.20	18.07	65.92	72.50

ตารางที่ 2ค แสดงผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์เปอร์อะซีติก โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

Time (hour)	Hydogen peroxide remain (mol)	Peracetic acid (mol)	% Hydrogen Peroxide Remain	% Yield of peracetic acid base on acetic acid	% Yield of peracetic acid base on hydrogen peroxide	Selectivity
0	0.1475	0.0123	100.0000	1.86	2.32	1.88
0.5	0.0037	0.0248	24.99	3.75	12.66	16.88
1	0.0303	0.0261	20.55	3.95	14.67	18.46
2	0.027	0.0330	18.28	4.99	18.55	22.70
3	0.0247	0.0353	16.72	5.34	19.84	23.82
4	0.0059	0.0399	15.32	6.04	20.58	24.31
5	0.0061	0.0415	12.19	6.27	23.29	26.53
6	0.0077	0.0522	10.80	7.89	29.33	32.28

เอกสารนี้เป็นเอกสารของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ไม่อนุญาติให้คนอื่นนำข้อมูลไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต  
 ไม่ว่ากรรมใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง

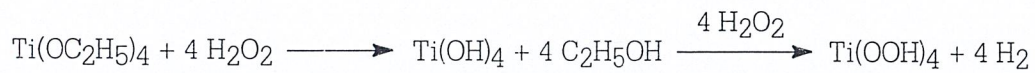
วิธีการคำนวณสูตรเจลในการสังเคราะห์ซีโอไลต์

ซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1)

15 TPABr : 3.8444 Ti<sub>2</sub>O : 93.5577 SiO<sub>2</sub> : 2168.7854 H<sub>2</sub>O : 212.2072 NH<sub>3</sub> : 12.2647 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

กำหนดให้น้ำ		30	ml
เท่ากับน้ำ		$\frac{30}{18} = 1.67$	mol
หาปริมาณ SiO <sub>2</sub>			
น้ำ 2168.7854 mol	ใช้ SiO <sub>2</sub>	93.5572	mol
น้ำ 1.67 mol	ใช้ SiO <sub>2</sub>	0.072	mol
	เท่ากับ SiO <sub>2</sub>	4.3224	g
	เท่ากับ Ludox 40 %	10.8061	g
	มีน้ำ	6.4837	g
หาปริมาณ TPABr			
น้ำ 2168.7854 mol	ใช้ TPABr	15	mol
น้ำ 1.67 mol	ใช้ TPABr	0.0116	mol
	เท่ากับ TPABr	3.0839	g
หาปริมาณ TiO <sub>2</sub>			
น้ำ 2168.7854 mol	ใช้ TiO <sub>2</sub>	3.8444	mol
น้ำ 1.67 mol	ใช้ TiO <sub>2</sub>	$2.9603 \times 10^{-3}$	mol
	เท่ากับ Ti(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub>	0.6753	g
	เท่ากับ Ti(OC <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ) <sub>4</sub>	1.0076	g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หาปริมาณ  $H_2O_2$ 

น้ำ	2168.7854	mol	ใช้ $H_2O_2$	49.1204	mol
-----	-----------	-----	--------------	---------	-----

น้ำ	1.67	mol	ใช้ $H_2O_2$	0.0378	mol
-----	------	-----	--------------	--------	-----

			เท่ากับ $H_2O_2$	1.2850	g
--	--	--	------------------	--------	---

			เท่ากับสารละลาย $H_2O_2$ (30 %)	4.2867	g
--	--	--	---------------------------------	--------	---

			มีน้ำ	3.0007	g
--	--	--	-------	--------	---

			$H_2O_2$ ที่เหลือสลายตัวให้น้ำ	0.0260	mol
--	--	--	--------------------------------	--------	-----

			เท่ากับน้ำ	0.4673	g
--	--	--	------------	--------	---

หาปริมาณ  $NH_3$ 

น้ำ	2168.7854	mol	ใช้ $NH_3$	212.3072	mol
-----	-----------	-----	------------	----------	-----

น้ำ	1.67	mol	ใช้ $NH_3$	0.1635	mol
-----	------	-----	------------	--------	-----

			เท่ากับ $NH_3$	2.7792	g
--	--	--	----------------	--------	---

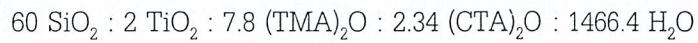
			เท่ากับสารละลาย $NH_3$ (25 %)	11.1166	g
--	--	--	-------------------------------	---------	---

			มีน้ำ	8.3374	g
--	--	--	-------	--------	---

ปริมาณน้ำที่ต้องเติมลงไปเท่ากับ  $30 - 6.4837 - 3.0007 - 0.4673 - 8.3374 = 11.7109$  g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41)



กำหนดให้น้ำ		25	ml
เท่ากับน้ำ		$\frac{25}{18} = 1.39$	mol
หาปริมาณ $\text{SiO}_2$			
น้ำ 1466.4 mol	ใช้ $\text{SiO}_2$	60	mol
น้ำ 1.39 mol	ใช้ $\text{SiO}_2$	0.0569	mol
	เท่ากับ $\text{SiO}_2$	3.4124	g
หาปริมาณ $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$			
	$\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 + 2 \text{ H}_2\text{O} \longrightarrow \text{TiO}_2 + 4 \text{ C}_2\text{H}_5\text{O}$		
น้ำ 1466.4 mol	ใช้ $\text{TiO}_2$	2	mol
น้ำ 1.39 mol	ใช้ $\text{TiO}_2$	$9.4780 \times 10^{-4}$	mol
	เท่ากับ $\text{TiO}_2$	0.4326	g
	ใช้น้ำ	$1.8956 \times 10^{-3}$	mol
	เท่ากับน้ำ	0.0341	g
หาปริมาณ $\text{TMAOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$			
น้ำ 1466.4 mol	ใช้ $\text{TMAOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	15.6	mol
น้ำ 1.39 mol	ใช้ $\text{TMAOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	0.01478	mol
	เท่ากับ $\text{TMAOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	2.6788	g
	มีน้ำ	1.3302	g
	ได้น้ำจาก $\text{TMAOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	0.5	mol
	เท่ากับน้ำ	0.13302	g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## หาปริมาณ CTABr

น้ำ	1466.4	mol	ใช้ CTABr	5.78	mol
น้ำ	1.39	mol	ใช้ CTABr	$5.4789 \times 10^{-3}$	mol
			เท่ากับ CTABr	1.9968	g

หาปริมาณ  $(CTA)_2O$ 

น้ำ	1466.4	mol	ใช้ $(CTA)_2O$	4.68	mol
น้ำ	1.39	mol	ใช้ $(CTA)_2O$	$4.4362 \times 10^{-3}$	mol
			ใช้ CTABr แทนเท่ากับ	1.6168	g
			ใช้ $NH_4OH$	0.1553	g
			เท่ากับ $NH_4OH$ 28 %	0.5545	g
			ได้น้ำจาก $NH_4OH$	0.3992	g
			ได้น้ำจาก $CTAOH$	$0.5 \times 4.4362 \times 10^{-3} \times 18$	g
			เท่ากับน้ำ	0.0399	g
			ใช้ CTABr	3.6136	g

ปริมาณน้ำที่ต้องเติมลงไปเท่ากับ  $25 + 0.0341 - 1.3302 - 0.1330 - 0.3992 - 0.0399 = 23.2648$  g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ภาคผนวก จ**  
**สารและสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์**

**ตารางที่ 1จ** แสดงสูตรเจลและแหล่งที่มาของสารที่ใช้ และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์

Zeolite	TS-1 B1	TS-1 B2	TS-1 B3	Ti-MCM-41
สูตรเจล	15 TPABr : 3.8444Ti <sub>2</sub> O : 93.5577 SiO <sub>2</sub> : 2168.7854 H <sub>2</sub> O : 212.2072 NH <sub>3</sub> : 12.2647H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	15 TPABr : 3.8444Ti <sub>2</sub> O : 93.5577 SiO <sub>2</sub> : 2168.7854 H <sub>2</sub> O : 212.2072 NH <sub>3</sub> : 12.2647H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	15 TPABr : 3.8444Ti <sub>2</sub> O : 93.5577 SiO <sub>2</sub> : 2168.7854 H <sub>2</sub> O : 212.2072 NH <sub>3</sub> : 12.2647H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	60 SiO <sub>2</sub> : 2TiO <sub>2</sub> : (TMA) <sub>2</sub> O : 2.34 (CTA) <sub>2</sub> O : 5.78 CTABr : 1466.4 H <sub>2</sub> O
แหล่งซิลิกา	สารแขวนลอยซิลิกา (Ludox AS40)	สารแขวนลอยซิลิกา (Ludox AS40)	สารแขวนลอยซิลิกา (Ludox AS40)	ละอองซิลิกา (Fumed silica)
แหล่งไททาเนียม	เตตระเอทิลอไททาเนต (Ti(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub> )	เตตระเอทิลอไททาเนต (Ti(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub> )	เตตระบิวทิลอไททาเนต (Ti(OC <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ) <sub>4</sub> )	เตตระเอทิลอไททาเนต (Ti(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub> )
เทมเพลท	เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr)	เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr)	เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr)	เตตระเมทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เพนตะไฮเดรต (TMAOH.5H <sub>2</sub> O), เฮกซะดีซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTABr)
อุณหภูมิ (°C)	185	185	185	140
เวลา	4 วัน	7 วัน	7 วัน	28 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ภาคผนวก จ**  
**การเตรียมสารมาตรฐาน**

**การเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการคำนวณค่าคงที่ (K)**

เตรียมสารละลายมาตรฐานซึ่งประกอบด้วยไซโคลเฮกเซน ไซโคลเฮกซาโนน ไซโคลเฮกซานอล และตัวทำละลาย (ในกรณีที่ใช้ตัวทำละลายในปฏิกิริยาออกซิเดชัน) ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน นำสารที่เตรียมได้ไปทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี จากนั้นนำพื้นที่ใต้พีคมาคำนวณโดยวิธี internal standard โดยใช้ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับความเข้มข้น ดังนี้

$$\frac{A}{A_{int}} \propto C$$

หาค่า K ได้จากสมการดังนี้

$$\frac{A}{A_{int}} = K[C]$$

โดยที่ K คือ ค่าคงที่ของสารที่ต้องการวิเคราะห์  
 A คือ พื้นที่ใต้พีคของสารที่ต้องการวิเคราะห์  
 A<sub>int</sub> คือ พื้นที่ใต้พีคของ internal standard  
 C คือ ความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ต่อสารทั้งหมด

สาร	K <sub>pure</sub>	K <sub>aoctic</sub>
ไซโคลเฮกเซน	0.24	0.82
ไซโคลเฮกซาโนน	0.22	0.89
ไซโคลเฮกซานอล	0.22	0.93
กรดอะซิติก	-	0.33

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ช  
การคำนวณหาผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น

การคำนวณหาปริมาณสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาออกซิเดชัน  
จากความสัมพันธ์

โดยที่

$$\frac{A}{A_{int}} \propto C$$
$$\frac{A}{A_{int}} = K[C]$$
$$[C] = \frac{A}{A_{int}} \times \frac{1}{K} \times f$$

$f = \frac{\text{น้ำหนัก internal standard ในตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์}}{\text{น้ำหนัก internal standard ในสารละลายมาตรฐาน}}$

จะได้ความเข้มข้นของสารในหน่วยกรัมต่อน้ำหนักกรัมของสารทั้งหมด  
สามารถหาปริมาณของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น (จำนวนโมล) ได้โดย

$$\text{จำนวนโมล} = \frac{C \times \text{สารทั้งหมด (กรัม)}}{\text{น้ำหนักโมเลกุลของสารนั้น}}$$

การคำนวณหา % Conversion ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาออกซิเดชัน

$$\% \text{ Conversion} = \frac{\text{จำนวนโมลของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นทั้งหมด} \times 100}{\text{จำนวนโมลของสารตั้งต้น}}$$

การคำนวณหา % Yield ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาออกซิเดชัน

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{จำนวนโมลของสารผลิตภัณฑ์ที่สนใจ} \times 100}{\text{จำนวนโมลของสารตั้งต้น}}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### การคำนวณหาค่า Selectivity

$$\text{Selectivity} = \frac{\% \text{Yield ของสารที่ต้องการ}}{\% \text{Conversion}} \times 100$$

### การคำนวณหาค่า Turnover Number

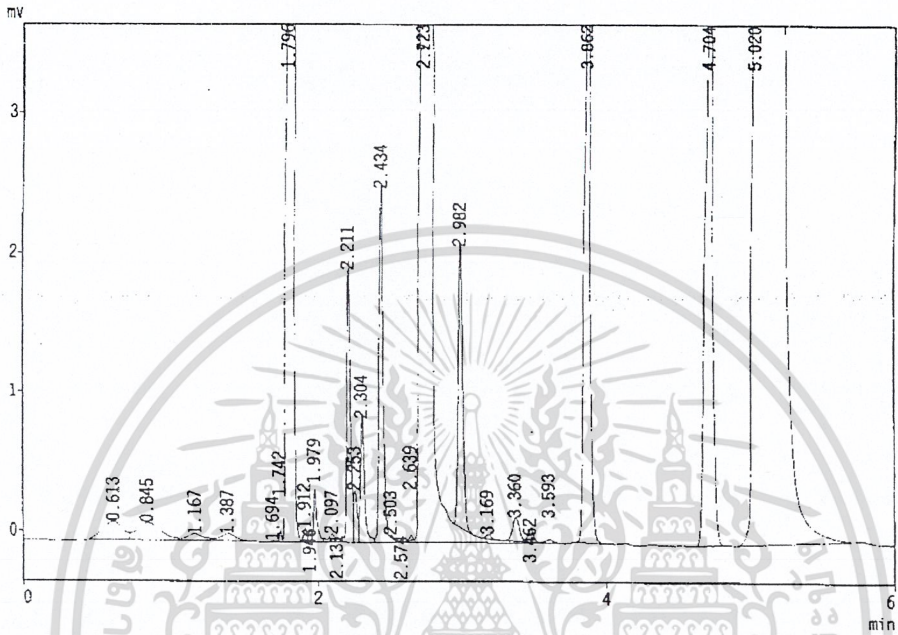
$$\text{Turnover Number} = \frac{\text{จำนวนโมลของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นทั้งหมด} \times 100}{\text{จำนวนโมลของไททาเนียมที่มีอยู่ภายในซีโอล์ที่ใช้ทำปฏิกิริยา}}$$



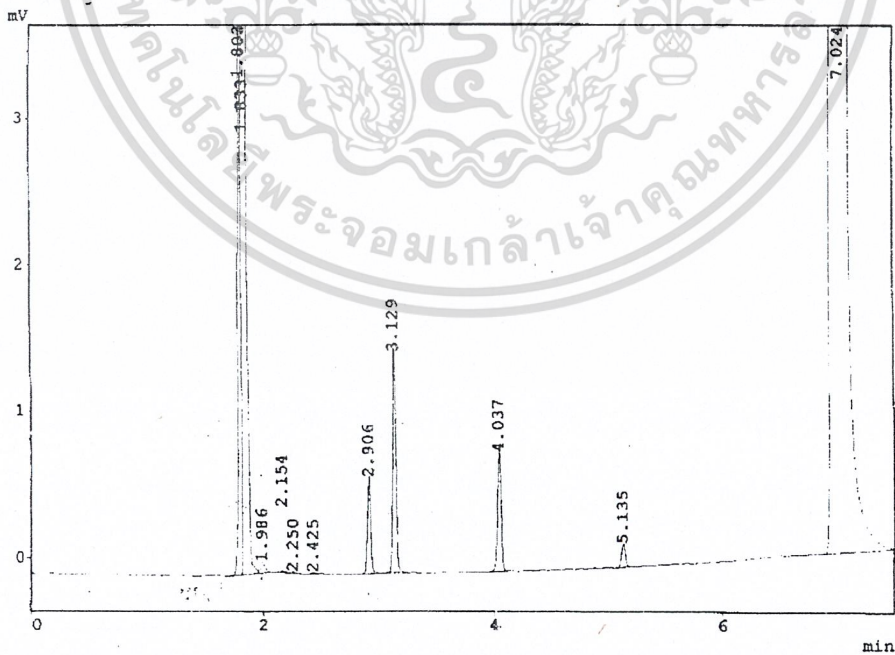
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

โครมาโทแกรมที่ได้จากเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี

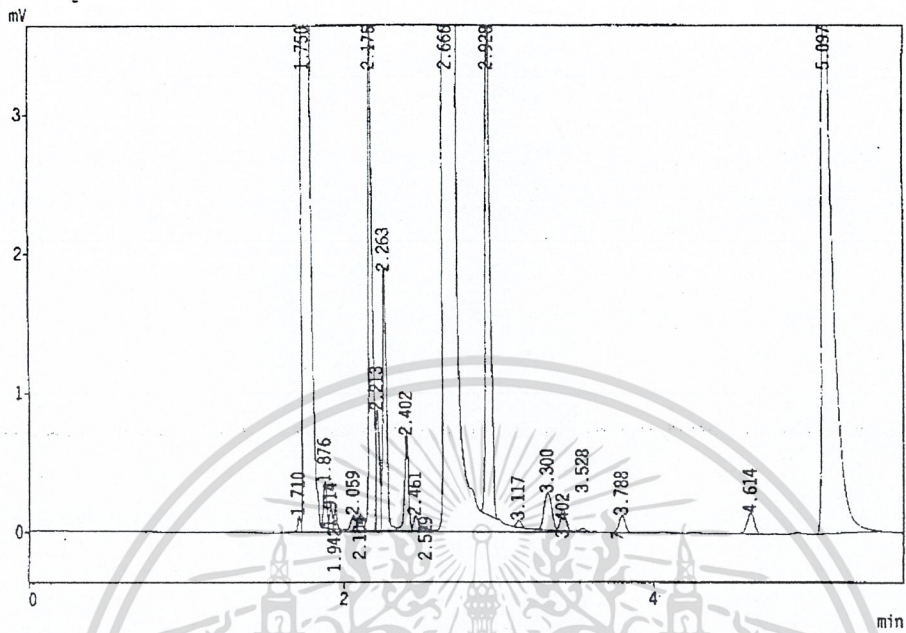


รูปที่ 1x แสดงโครมาโทแกรมที่ได้จากสารมาตรฐาน ที่ใช้ในการตรวจสอบผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น

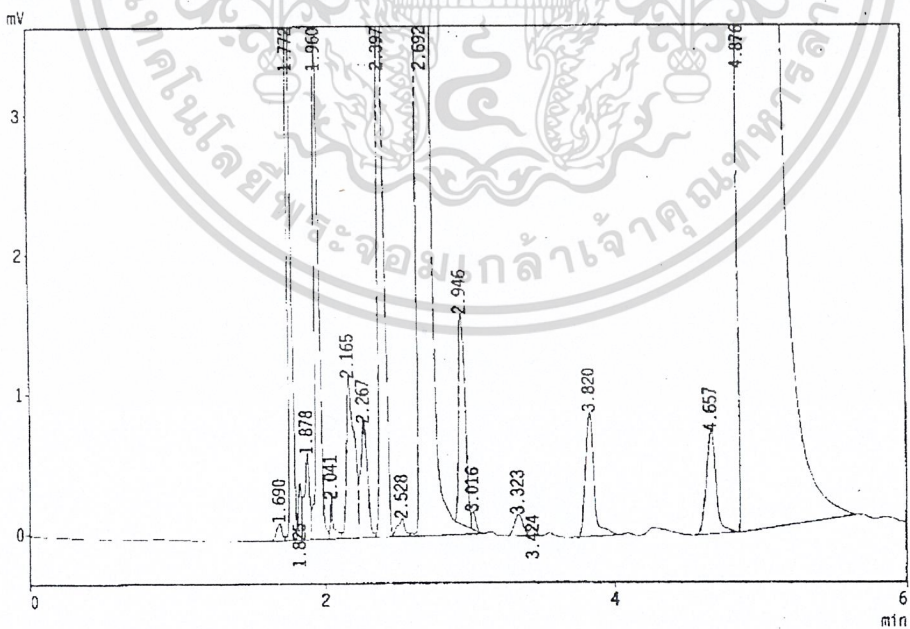


รูปที่ 2x ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียม  
 เอกสารนี้เป็น ปกติ ซึ่งไม่ใช่ตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



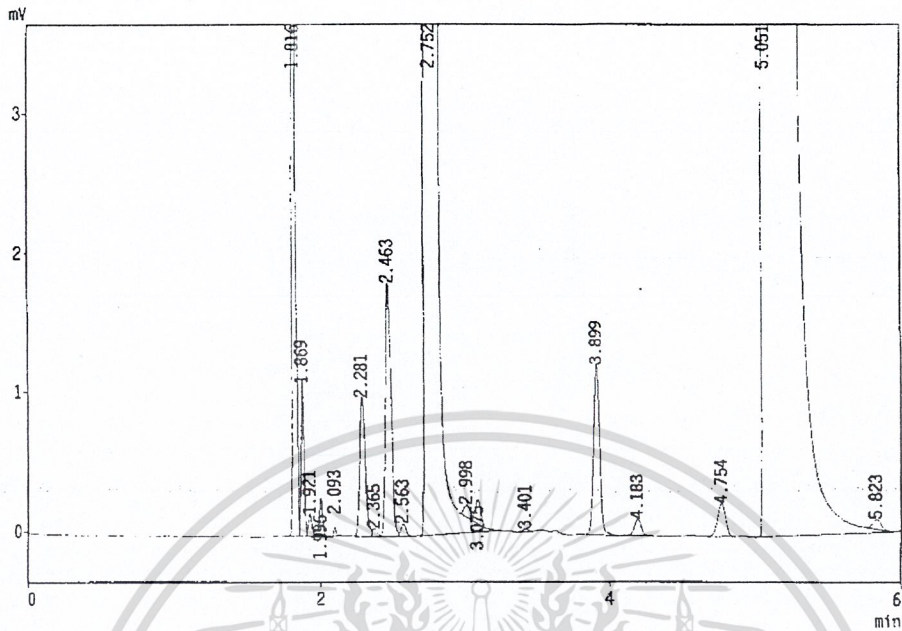


รูปที่ 5ซ ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาโลต์ (TS-1 B2) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

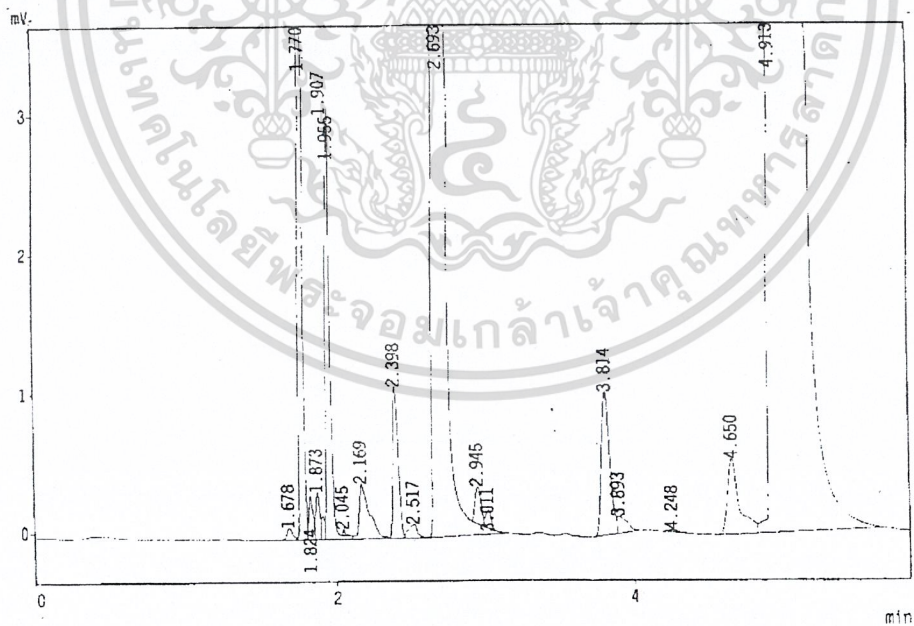


รูปที่ 6ซ ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาโลต์ (TS-1 B2) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับความรู้ทางวิชาการศึกษาเท่านั้น ไม่ควรเผยแพร่ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



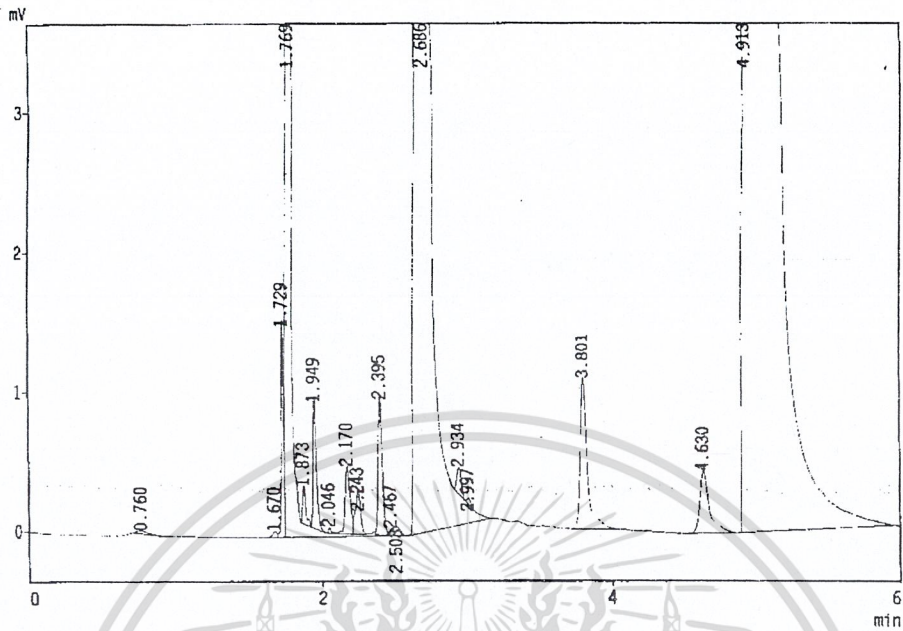
รูปที่ 7ซ ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสและใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย



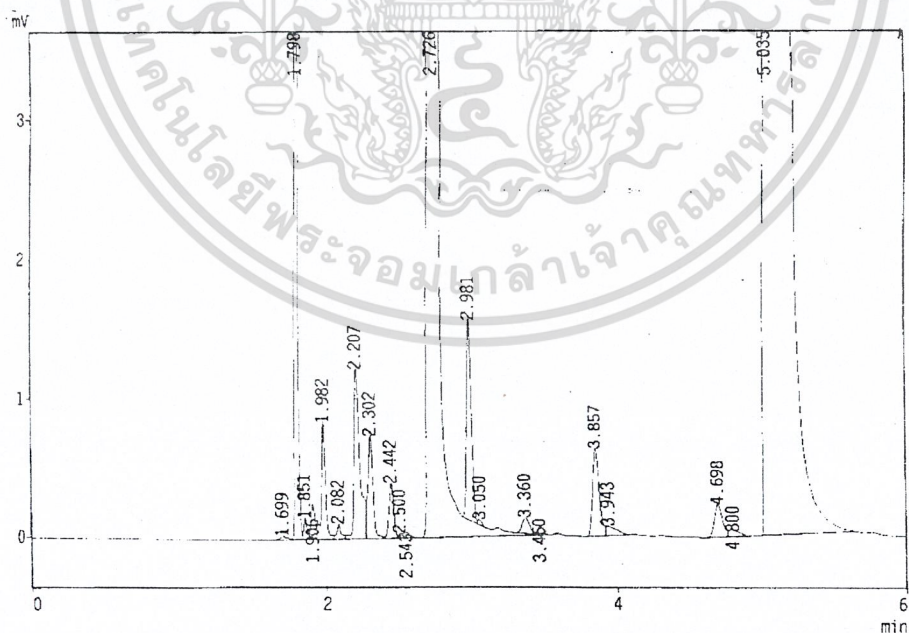
รูปที่ 8ซ ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียม

ซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

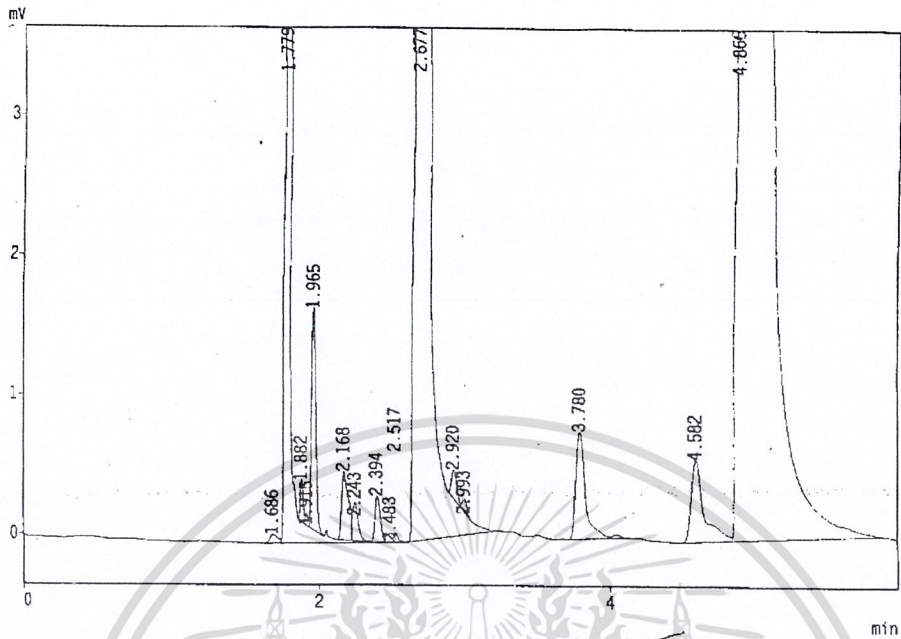
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



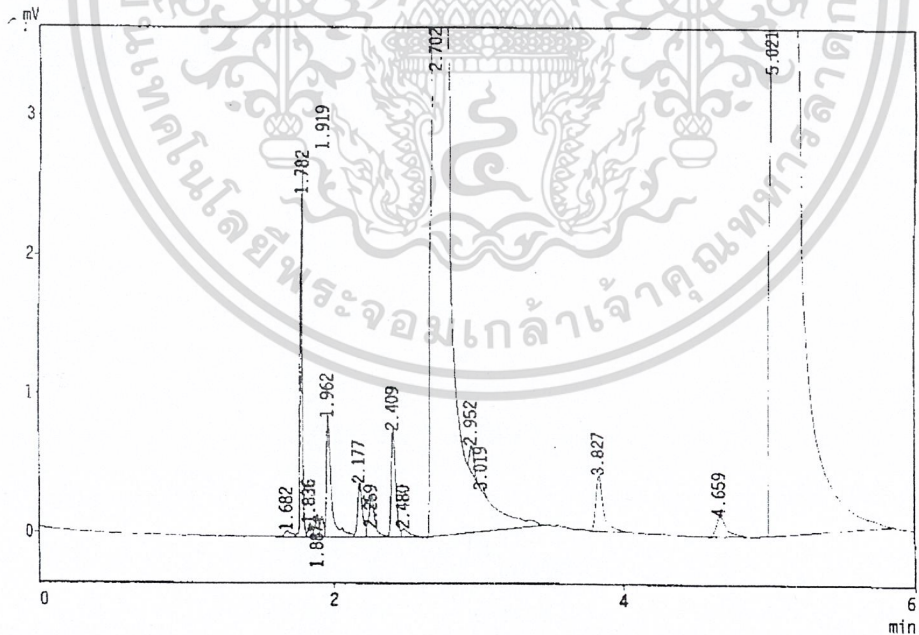
**รูปที่ 9ข** ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ก่อน และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย



**รูปที่ 10ข** ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมเอ็กซาราณเป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติก 25 กรัม เป็นตัวทำละลายโดยไม่ทำการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

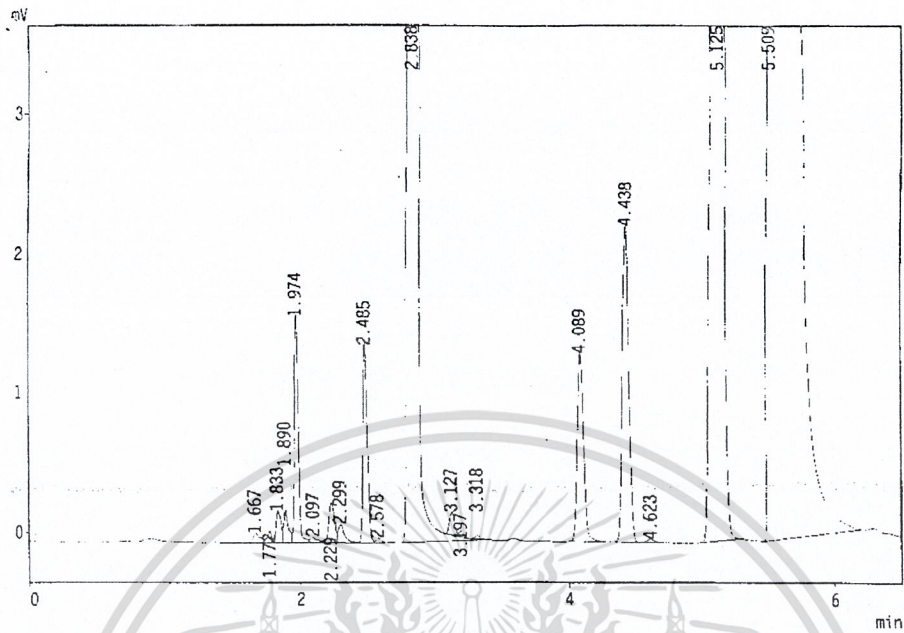


รูปที่ 11๗ ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติก 20 กรัม เป็นตัวทำละลาย

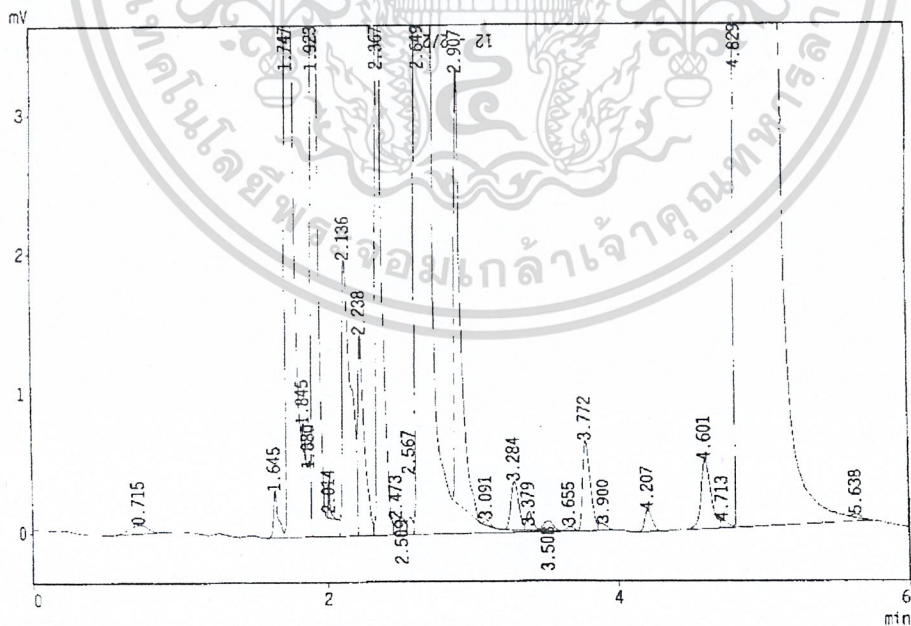


รูปที่ 12๗ ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดอะซิติก 20 กรัม และน้ำ 10 กรัม เป็นตัวทำละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

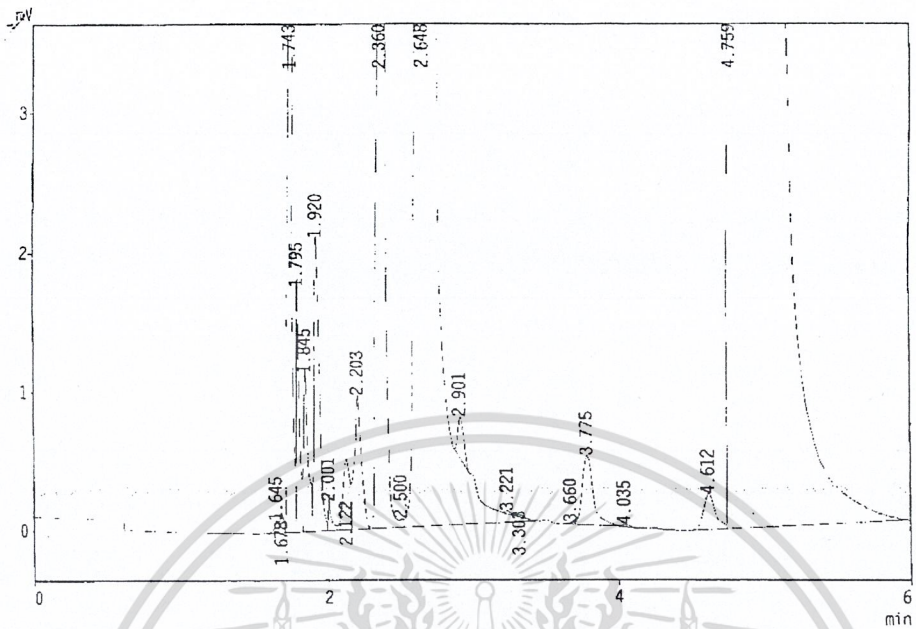


**รูปที่ 13ซ** ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสโดยใช้ไซโคลเฮกซานอลเป็นสารตั้งต้น และใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

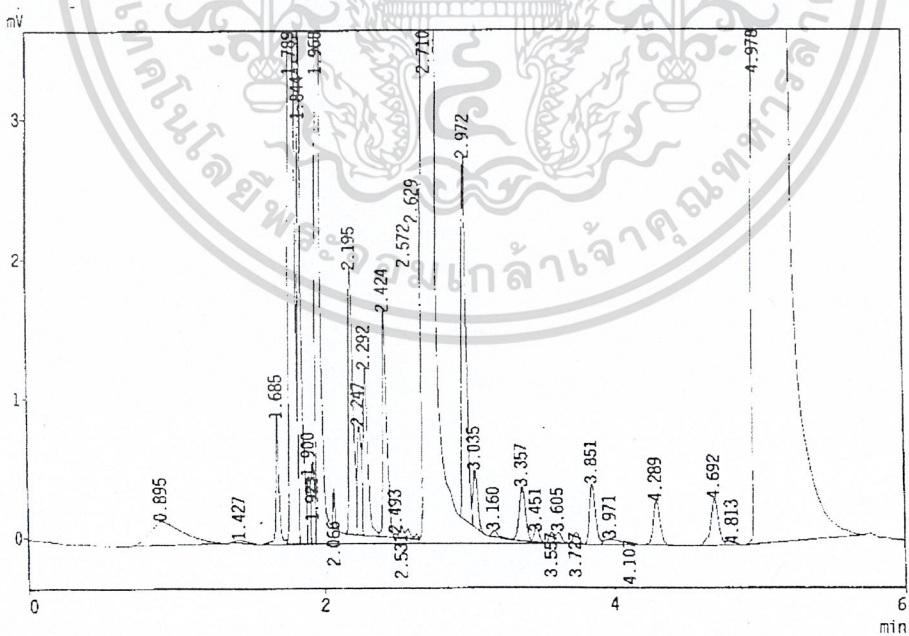


**รูปที่ 14ซ** ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมเอ็กซารันเป็นสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

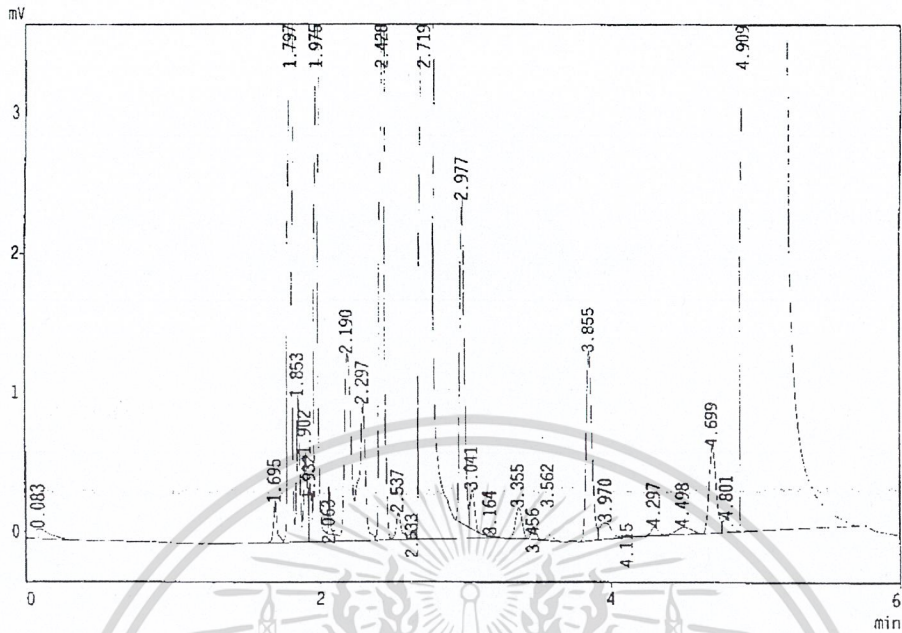
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการศึกษาวิจัยเท่านั้น การนำเอกสารนี้ไปใช้ในการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



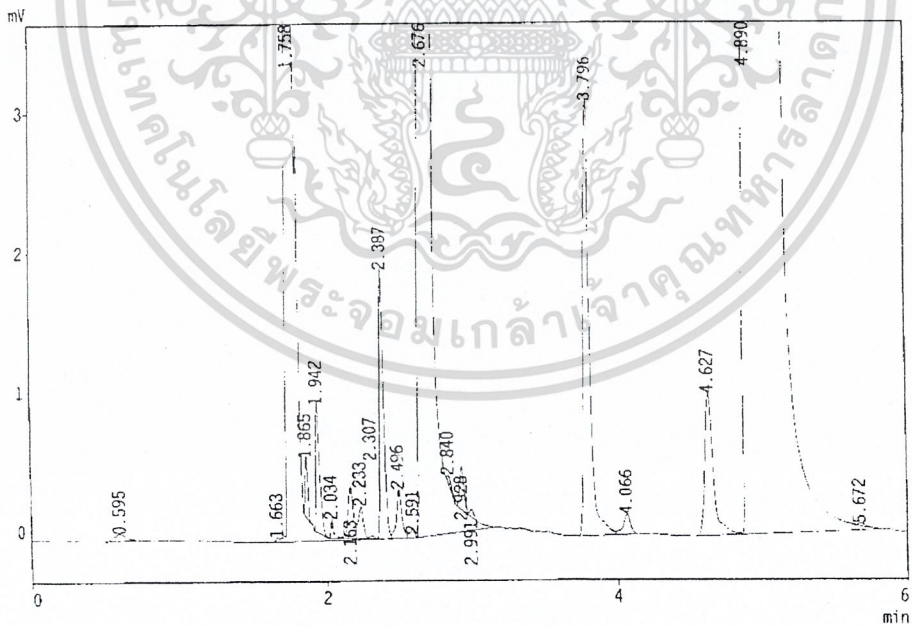
รูปที่ 15 ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-1R) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เปอร์อะซิติกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์



รูปที่ 16 ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสและใช้การอะซิติกเป็นตัวทำละลาย  
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ภายใต้การคุ้มครองของคณะเทคโนโลยีบัณฑิต มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



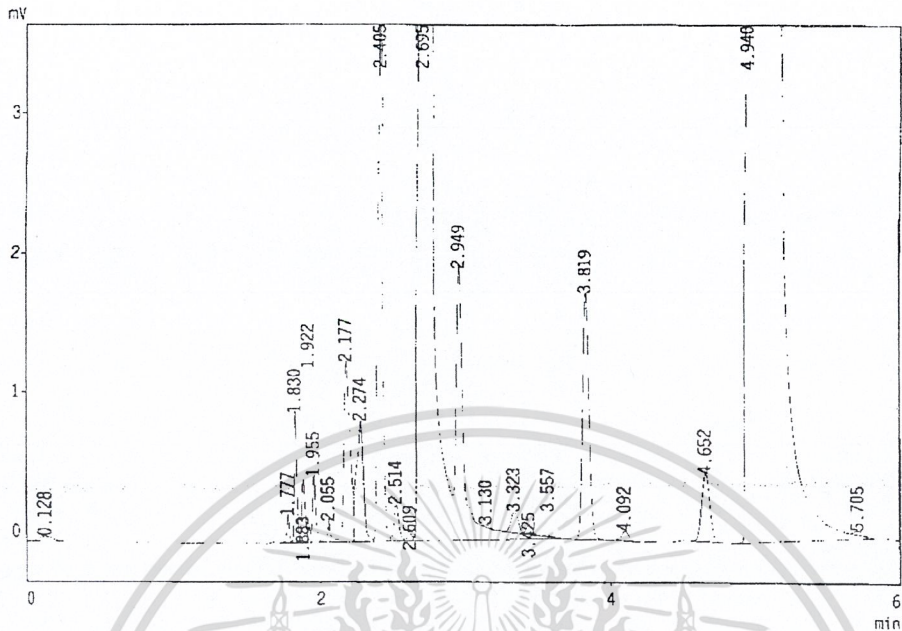
รูปที่ 17 ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย



รูปที่ 18 ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียม

ซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสและใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

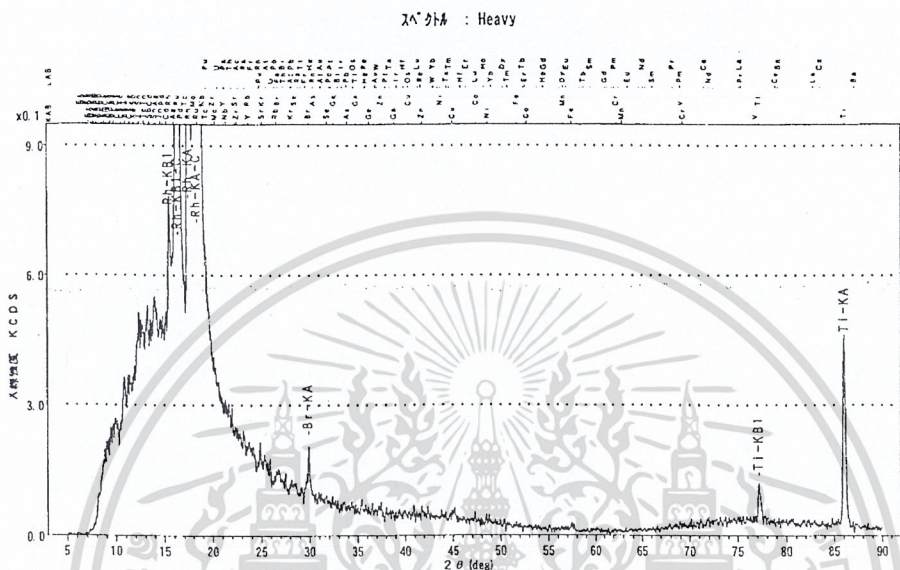
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 19๕ ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการออกซิเดชันของไซโคลเฮกเซนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมซีลีนาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสที่เวลาต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ฅ  
ผลของเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)



\*\*\* オータ分析結果 \*\*\* 98-09-25 20:50

P#	JOB CODE	SAMPLE NAME	ファイル
1	8:SCN CS-Na	Ti-MCM-41	pun-t1

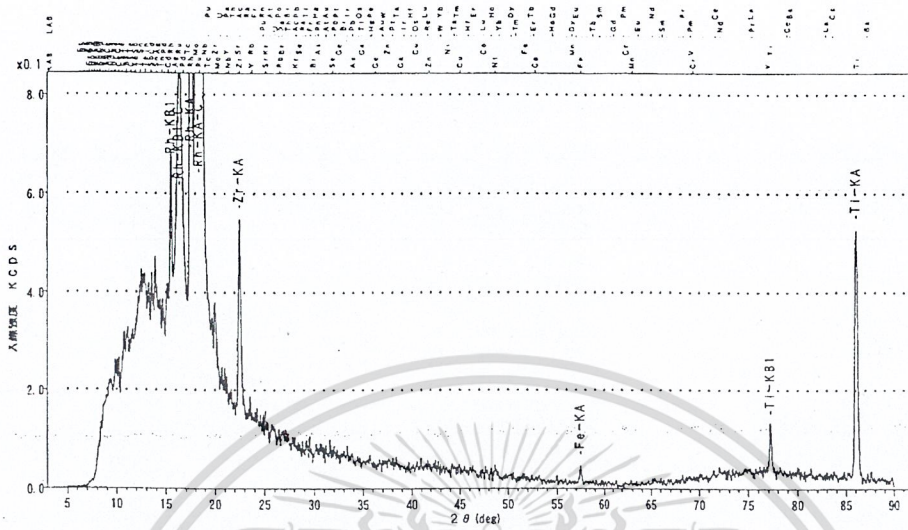
分析手法	: SFPバルク	試料形態	: 酸化物
バランス成分	:	フラックス成分	:
		希釈率	:

成分名	測定条件	スペクトル	X線強度 (kcps)	分析結果 (wt%)
SiO <sub>2</sub>	Si00	Si-KA	13.1938	94.8
TiO <sub>2</sub>	Hv00	Ti-KA	0.4229	5.14
CaO	Ca00	Ca-KA	0.0226	0.0840
Br	Hv00	Br-KA	0.1166	0.0123

รูปที่ 1ฅ แสดงผลที่ได้เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียม MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สเปกตรัม : Heavy



\*\*\* オーダー分析結果 \*\*\* 98-09-25 21:20

P# JOB CODE SAMPLE NAME ファイル  
2 8:SCN CS-Na TS-1 pun-t2

分析手法 : S F P バルク 試料形態 : 酸化物  
バランス成分 : フラックス成分 :  
希釈率 :

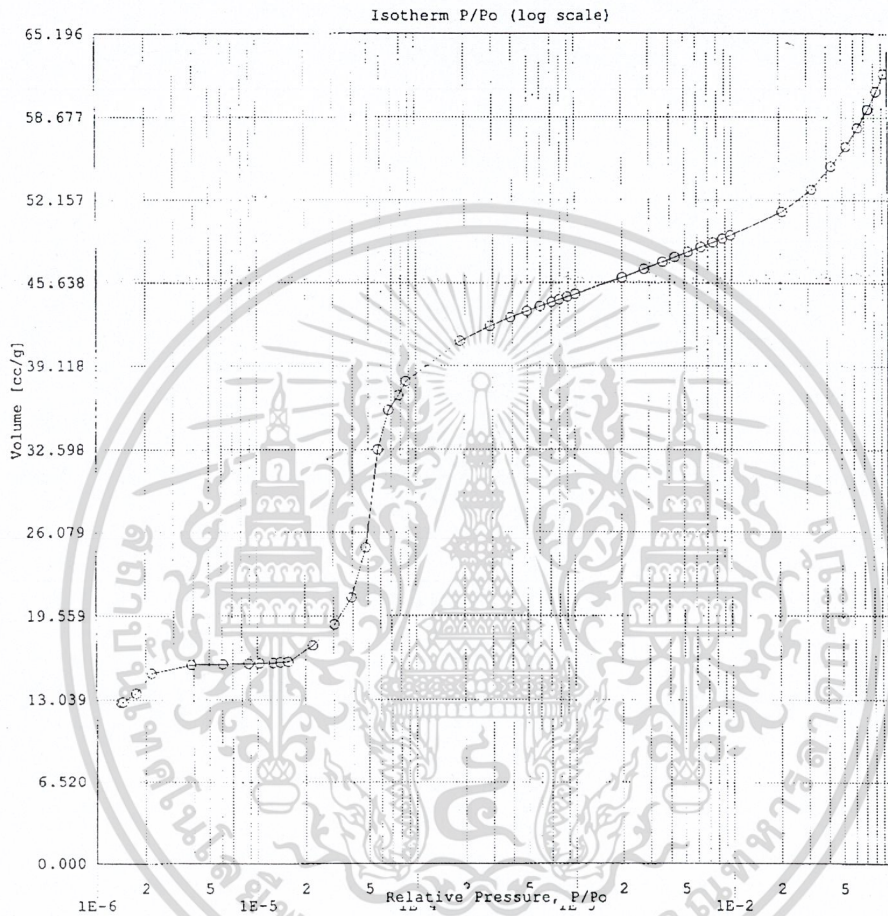
成分名	測定条件	スペクトル	X線強度 (kcps)	分析結果 (wt%)
SiO2	Si00	Si-KA	13.6818	94.1
TiO2	Hv00	Ti-KA	0.4980	5.77
CaO	Ca00	Ca-KA	0.0126	0.0445
Fe2O3	Hv00	Fe-KA	0.0305	0.0397
ZrO2	Hv00	Zr-KA	0.3910	0.0277

รูปที่ 2ฅ แสดงผลที่ได้เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

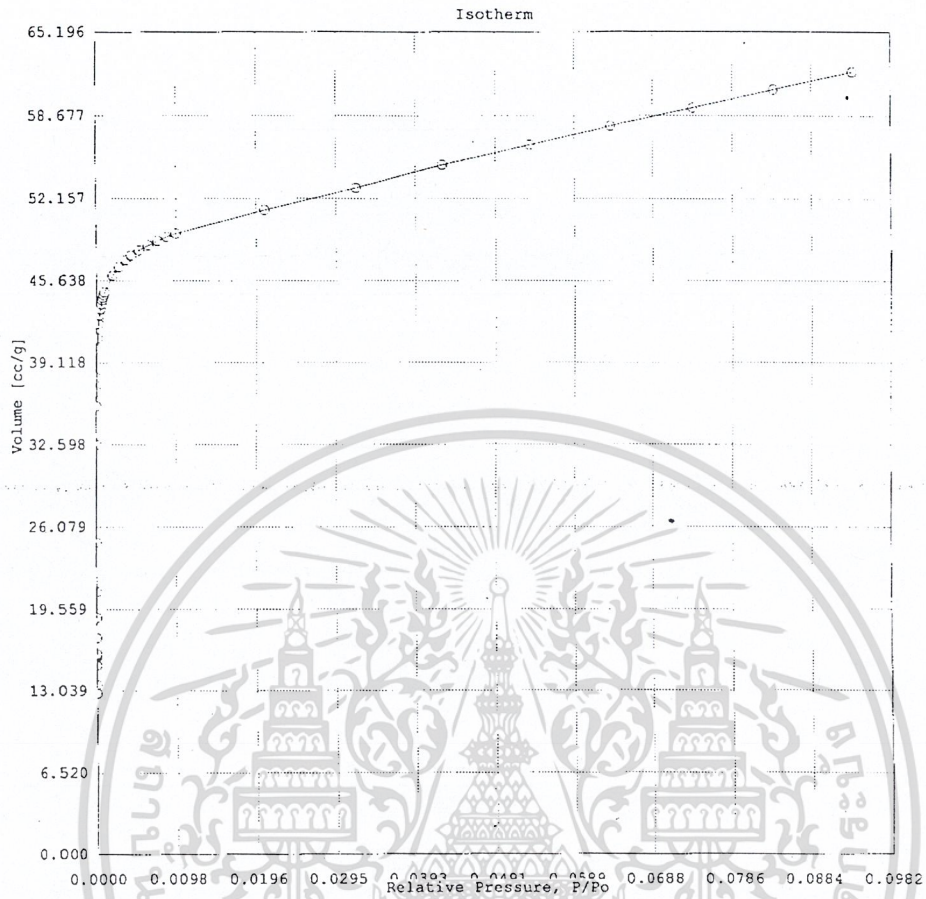
## ภาคผนวก ญ

### ผลของเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็ง (Autosorb-1C)



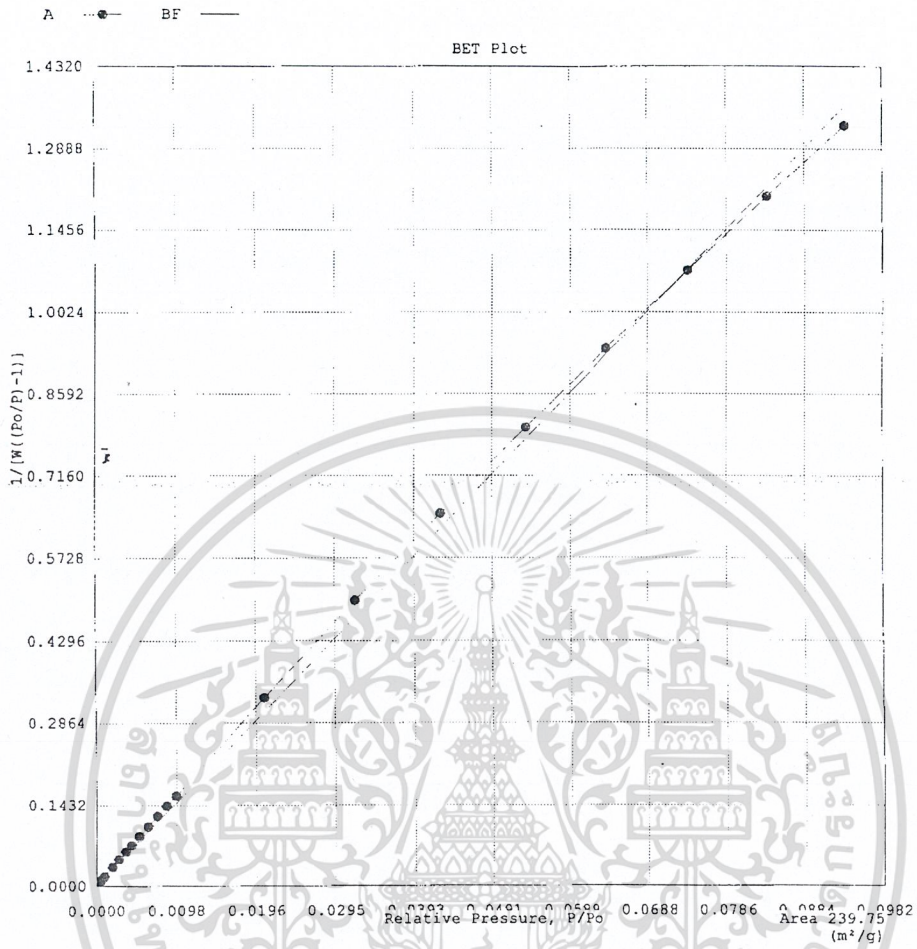
รูปที่ 1 ญ แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



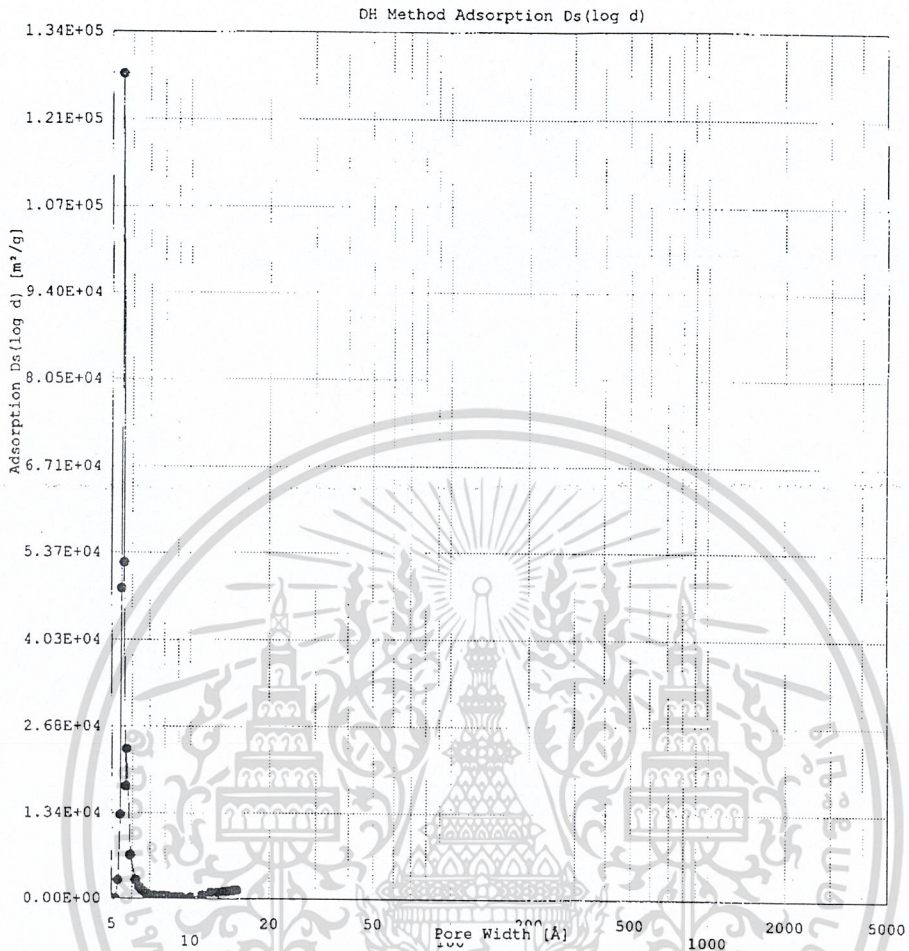
รูปที่ 2ญ แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



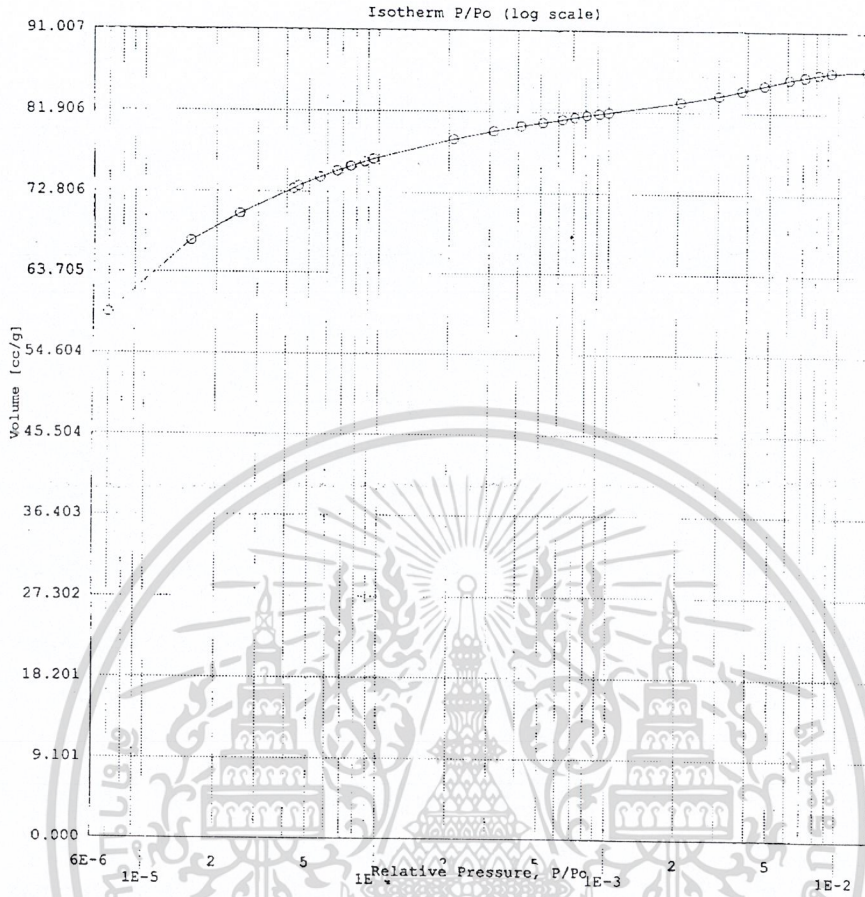
รูปที่ 3 ญ แสดงกราฟแสดงค่า BET ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



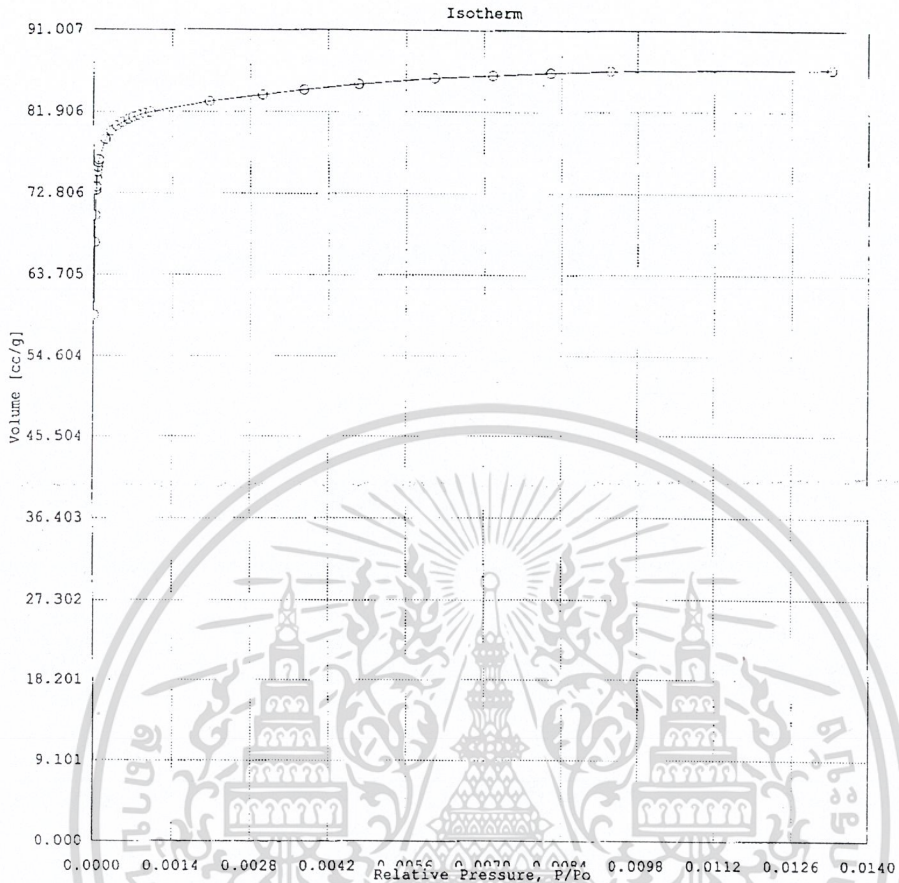
รูปที่ 4ญ แสดงกราฟแสดง Pore size distribution ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของของแข็งของซีโอไลต์โททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B2) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



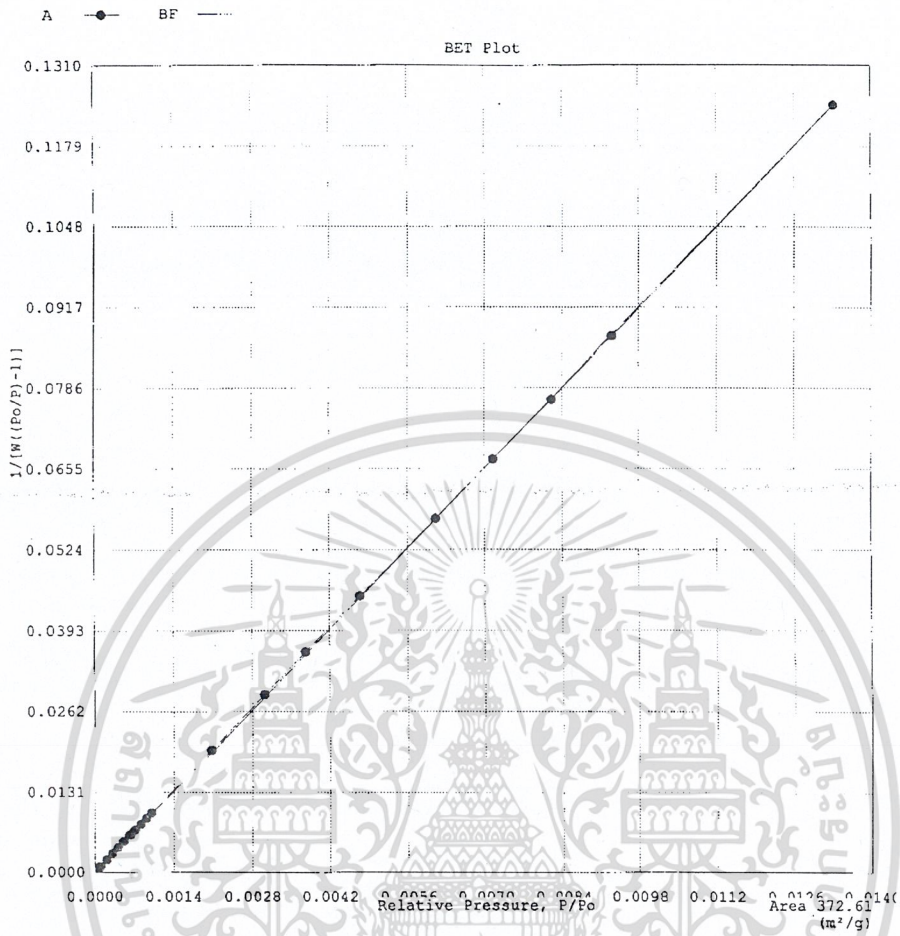
รูปที่ 5ญ แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็งของซีโอไลต์ ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



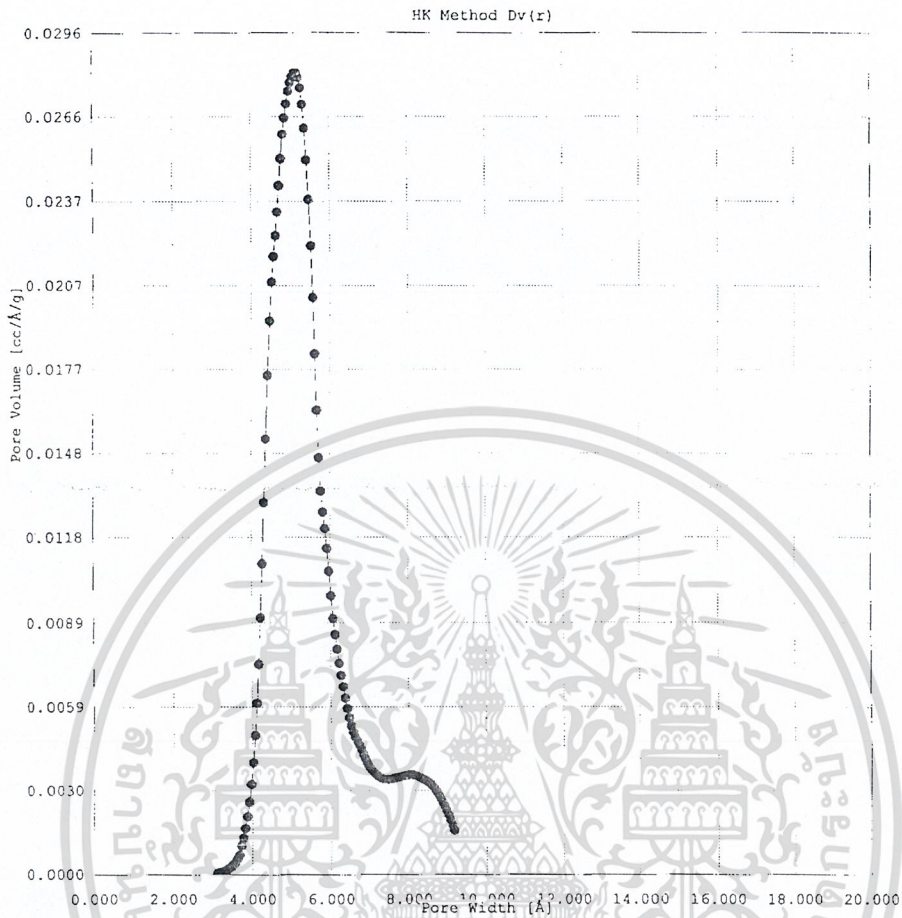
รูปที่ 6ญ แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็งของซีโอไลต์ ไททานเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



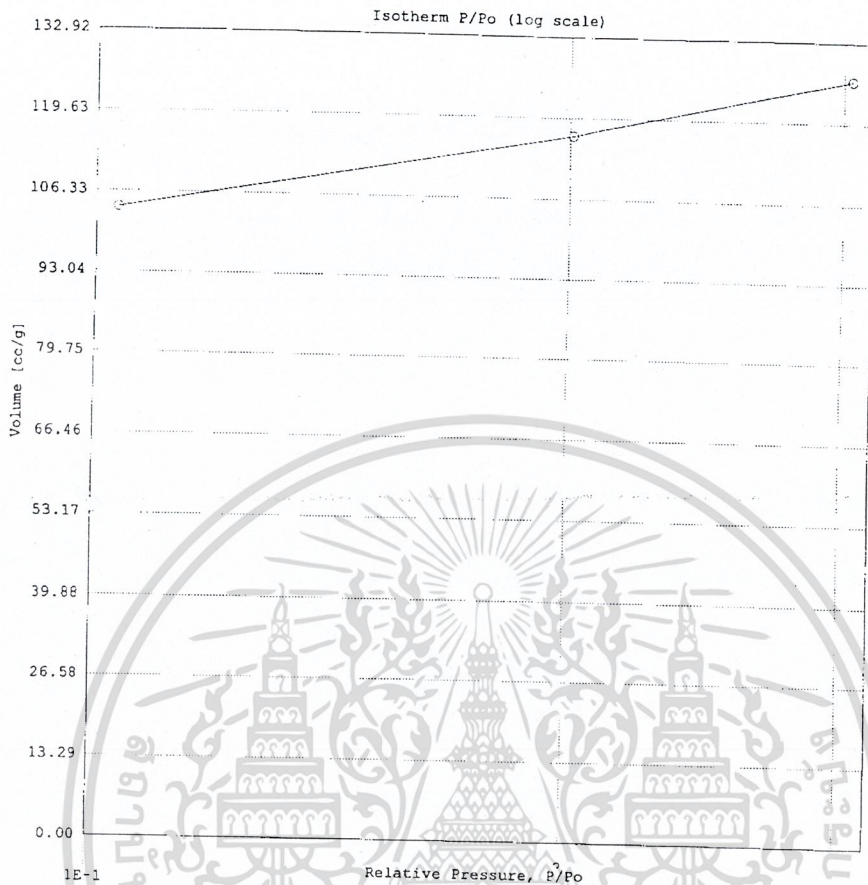
รูปที่ 7ญ แสดงกราฟแสดงค่า BET ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



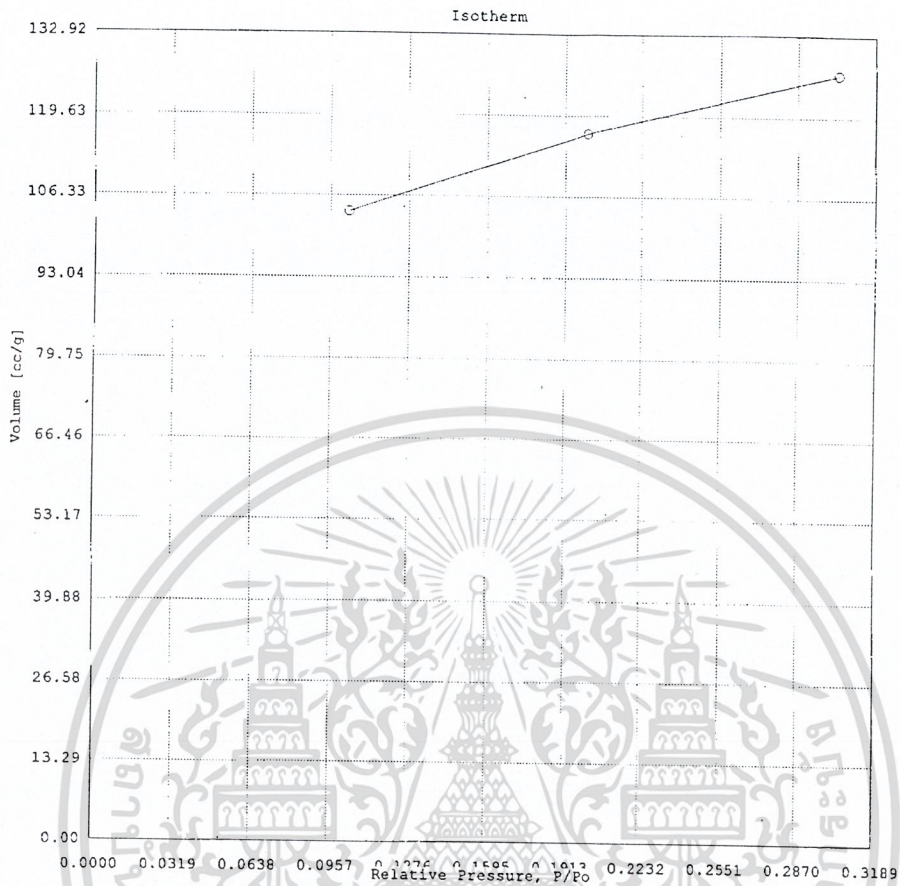
รูปที่ 8ญ แสดงกราฟแสดง Pore size distribution ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็งของซีโอไลต์ไททาเนียมซิลิกาไลต์ (TS-1 B3-2) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



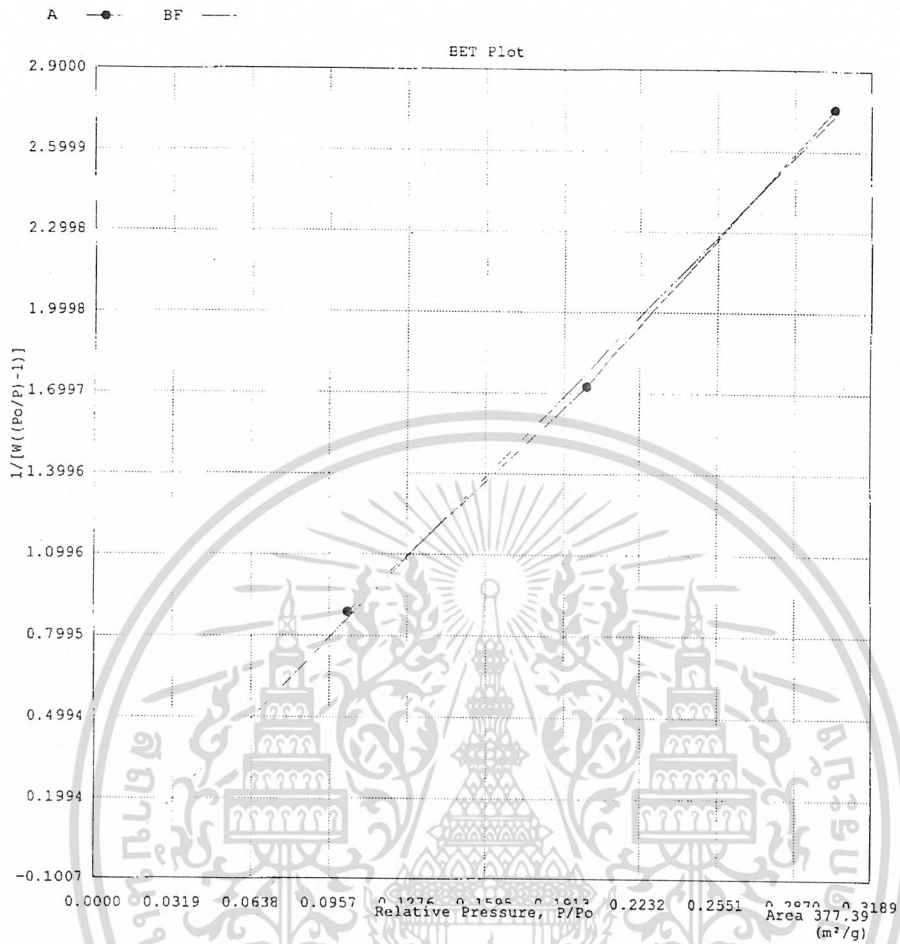
รูปที่ 9 ญ แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็งของไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 10 ญ แสดงกราฟ Isotherm ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็งของไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 11 ญ แสดงกราฟแสดงค่า BET ที่ได้จากเครื่องวัดความสามารถในการดูดซับของแข็งของไททาเนียม MCM-41 (Ti-MCM-41) ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

1. Dyer A., *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*, Wiley, New York, **1998**.
2. Scarano D., Zecchina A., Bordiga S., Geobaldo F. and Spoto G. *J. Chem. Soc. Faraday Trans.*, **1993**, 89, 4123.
3. Muller U. and Steck W, *Zeolites and Related Microporous Materials*, Elsevier Science, **1994**, 203.
4. Beck J.S., Vertuli J.C., Roth W.J., Leonawicz M.E., Kresge C.T., Schmitt K. D., Chu C. T-W., Olson D.H., Sheppard E.W., McCullen S.B., Higgins J.B. and Schlenker J.L. *J Am. Chem. Soc.* **1992**, 114, 10834.
5. Yiming Xu and Cooper H.L. *J. Phys. Chem. B.*, **1997**, 101, 3115.
6. David P. Serrano X.L. and Mark E.D. *J. Chem. Soc. Chem. Commun.*, **1992**, 745.
7. Lohse U., Altrichter R., Donath R., Fricke R., Joncke K., Parlitz B. and Schrier E. *J. Am. Chem. Soc.*, **1996**, 92, 159.
8. Waldomar A., Avelino C., Indrasena R. and Michael R. *J. Org. Chem.*, **1997**, 62, 3631.
9. Kresge C.T., Leonowicz M.E., Roth W.J., Vartuli J.C. and Beck J.S. *Nature.*, **1992**, 359, 710.
10. Corma A., Narvarro M.T. and Pariente J.P. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1994**, 147.
11. Takashi S., Jihad D. and Roger A.S. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1994**, 1887.
12. Miguel A.C., Avelino C., Agustin M. and Perez-Pariente J. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1992**, 8, 589.
13. Kolthoff I.M., Sandell E.B., *Textbook of Quantitative inorganic analysis*, Macmillan, New York, **1967**.
14. Peng W., Takayuki K. and Tatsuaki Y., *J. of Catalysis*, **1997**, 168 400-411.
15. Mirajkar S.P., Thangaraj A. and Shiralkar V.P., *J. Phys Chem.*, **1992**, 96, 3073.
16. Corma A., Esteve P. and Martinez A., *J. of Catalysis*, **1996**, 161, 11.
17. Thangaraj A. and Sivasaker S., *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **1992**, 123.
18. Lohse U, B. Altrichter B., Fricke R., Pilz W., Schreier E., Garkisch C. and Jancke. K., *J. Chem Soc., Faraday Trans.*, **1997**, 93(3), 505-512.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

19. Russell S. D., Silvia C. D., Micheal J. M., and Mateus M. L., *J Phys. Chem, B*, **1998**,102,1508-1514.
20. Blasco T., Camblor M. A., Corma A. and Perez P., *J. Am. Chem. Soc.*, **1993**, 115, 11806-11813.
21. Phillip E. Sinclair and Richard A. C., *Chem. Commun.*, 1997, 1881-1882.
22. Blasco T., Camblor M. A., Corma A., Esteve P., Guil J.M. Matinez A., Perdigan M. J. A. and Velencia S., *J. Phys. Chem. B.*, **1998**, 102, 77.
23. นิพนธ์ วงศ์วิเศษสิริกุล, ปฏิบัติเทคโนโลยีพอลิเมอร์, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง, **2537**
24. มยุรี นิตการุณ, วีระชัย จิตรานันท์กุล และสุรีย์ ตัญญาปัญญาชน, การสังเคราะห์และสมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ, **2540**



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้