

### 3. การทดลอง

#### 3.1 การสังเคราะห์และการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา

วิธีการสังเคราะห์ ใช้วิธี Alkali coprecipitation ดังนี้ ผสมสารละลายน้ำของ  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (90, และ 54 มิลลิโมล) และ  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  (18 มิลลิโมล) (สัดส่วนโดยโมลของ  $\text{Co}/\text{Al} = 5$  และ 3 ตามลำดับ) แล้วค่อยๆ หยดสารละลายนี้ลงไปในการละลาย  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ความเข้มข้น 0.4 โมลาร์ (100 มิลลิลิตร) ที่อุณหภูมิห้อง ปรับ pH ให้เป็น 10 หรือ 12 โดยหยดสารละลาย  $\text{NaOH}$  ความเข้มข้น 1 โมลาร์ คนเป็นเวลา 9 หรือ 18 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60°C ทำการกรอง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นหลายครั้ง จนน้ำที่ล้างเป็นกลาง อบตะกอนสาร  $\text{CoAl-LDH}$  ที่ได้ให้แห้ง ในตู้อบ 110°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

การสังเคราะห์  $\text{NiAl-LDH}$  ทำเช่นเดียวกัน แต่ใช้  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  แทน  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$\text{CoCr-LDH}$  และ  $\text{NiCr-LDH}$  ทำเช่นเดียวกันกับ  $\text{CoAl-LDH}$  และ  $\text{NiAl-LDH}$  แต่ใช้  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  แทน  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

ทำการทดลองเช่นเดียวกัน แต่แปรเปลี่ยนพารามิเตอร์ที่มีผลต่อการสังเคราะห์ ได้แก่

- pH ค่าที่ทดลอง ได้แก่ 10, 12
- เวลาในการกวน 9 และ 18 ชั่วโมง

#### 3.2 ตรวจสอบเอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเทคนิคดังนี้

- ICP (inductively coupled plasma emission) หาปริมาณของโลหะ
- FTIR (Fourier transform infrared spectroscopy) หาหมู่ฟังก์ชันของสาร
- XRD (X-ray diffraction) หาโครงสร้างของสาร
- BET หาพื้นที่ผิว ขนาดของช่อง และการกระจายขนาดช่อง จาก Barret-Joyner-Halenda, BJH

#### 3.3 ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทิลเบนซีน

ทำการทดลองใน parr reactor ที่มีเทอร์โมคัปเปิลวัดอุณหภูมิ ใช้เครื่องกวนแม่เหล็กในการคนสาร ใน Parr reactor ใส่ เอทิลเบนซีน ปริมาณ 1.2 มิลลิลิตร (10 มิลลิโมล) และตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำหนัก 0.2 กรัม แล้วเติมสารออกซิไดซ์ tert-butylhydroperoxide (TBHP) กวนด้วยความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที กวนสารด้วยเวลาและที่อุณหภูมิที่ต้องการ หลังจากปฏิกิริยา เทสารผสมออก และกรองตัวเร่งปฏิกิริยา ออก เติมสารละลาย 25%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  แล้วจึงสกัดผลิตภัณฑ์และสารตั้งต้นที่เหลือด้วยไดเอทิลอีเธอร์ ทำให้เป็นกลางด้วยการเติมสารละลายอิ่มตัวของ  $\text{NaHCO}_3$  และคือน้ำด้วย  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhydrous ชักตัวอย่างไป วิเคราะห์ชนิดและปริมาณผลิตภัณฑ์ ด้วย GC

ศึกษาภาวะที่เหมาะสมสำหรับออกซิเดชันของเอทิลเบนซีน

ตัวแปรที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่

3.3.1 อุณหภูมิ

3.3.2 เวลา

3.3.3 ชนิดและปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.3.4 ชนิดและปริมาณของสารออกซิไดซ์

### 3.4 ตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของผลิตภัณฑ์

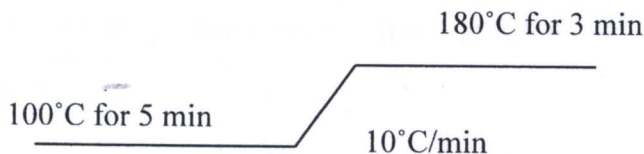
ใช้ gas chromatography (GC) และ gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

โดยใช้ internal standard method รายงานค่าเป็น % conversion ของเอทิลเบนซีน และ %selectivity ต่อแอซิโทฟีโนน

$$\% \text{conversion} = \frac{\text{โมลของเอทิลเบนซีนที่เปลี่ยนรูปไป}}{\text{โมลของเอทิลเบนซีนตอนแรก}}$$

$$\% \text{selectivity} = \frac{\text{โมลของแอซิโทฟีโนน} \times 100}{\text{โมลของผลิตภัณฑ์ทั้งหมดที่วิเคราะห์ได้}}$$

ภาวะของ GC



### 3.5 ทดสอบการนำกลับมาใช้ใหม่ และเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

หลังจากใช้ในการทำปฏิกิริยาแล้ว ทำการกรองตัวเร่งปฏิกิริยาออก ล้างด้วยตัวทำละลายอบแห้ง และเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง นำมาใช้ซ้ำอีกโดยเติมสารตั้งต้น ตัวทำละลาย และสารออกซิไดซ์ใหม่

สำหรับเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา ศึกษาโดยทำการตรวจวิเคราะห์การหลุดออกของโลหะจากตัวเร่งปฏิกิริยาโดยทำการทดสอบดังนี้ หลังจากสิ้นสุดระยะเวลาทำปฏิกิริยาตามที่ต้องการแล้ว กรองตัวเร่งปฏิกิริยาออกขณะร้อน นำ filtrate ไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะ ด้วยเทคนิค ICP