



รายงานวิจัย

เรื่อง

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนเอ็มซีเอ็ม-41 และมีโซพอร์สอะลูมินา:  
การเตรียมและกัมมันตภาพการเร่งปฏิกิริยาการเติม  
ไฮโดรเจนในโทลูอิน

โดย

เสาวภา ไชติสุวรรณ

ภาควิชาวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี  
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี  
ทุนอุดหนุนการวิจัยจากกองทุนวิจัยวิทยาเขตปัตตานี  
ประจำปีงบประมาณ 2552



รายงานวิจัย  
เรื่อง



ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนเอ็มซีเอ็ม-41 และมีโซพอร์สอะลูมินา:  
การเตรียมและกัมมันตภาพการเร่งปฏิกิริยาการเติม  
ไฮโดรเจนในโทลูอีน

โดย

เสาวภา โชติสุวรรณ

ภาควิชาวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี  
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี  
ทุนอุดหนุนการวิจัยจากกองทุนวิจัยวิทยาเขตปัตตานี  
ประจำปีงบประมาณ 2552

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณ รศ.ดร.จตุพร วิทยาคุณ ที่ให้คำปรึกษาในการทำวิจัยและช่วยเหลือการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่องมือขั้นสูง นักศึกษาทุกคนที่ช่วยเหลือด้านการจัดเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่าง บุคลากรในแผนกเคมีและเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการสำหรับการจัดหาอุปกรณ์และสารเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ที่อนุเคราะห์ให้ใช้วัสดุอุปกรณ์ รวมถึงเครื่องมือต่าง ๆ และมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ที่ได้จัดสรรทุนวิจัยจากกองทุนวิจัยวิทยาเขตปัตตานีส่งผลให้การทำงานวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วง

เสาวภา โชติสุวรรณ

24 พฤษภาคม 2554

บทคัดย่อ

250438

การสังเคราะห์วัสดุมีโซพอร์ได้แก่ เอ็มซีเอ็ม-41 และอะลูมิเนียมเอ็มซีเอ็ม-41 จากแคลบ รวมถึงมีโซพอร์สอะลูมินาจากเศษกระป๋องอะลูมิเนียม การสังเคราะห์เอ็มซีเอ็ม-41 ทำได้โดยการนำซิลิกาที่ได้จากการเผาแคลบมาละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และเติมเฮกซะเดคซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (ซีทีเอบี) ด้วยอัตราส่วนโดยโมลดังนี้ 1.0 ซิลิกา : 0.147 ซีทีเอบี : 149 น้ำ : 2.16 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ : 1.0 โซเดียมไฮดรอกไซด์ ศึกษาผลของพีเอช และระยะเวลาในการบ่มเพื่อสังเคราะห์เอ็มซีเอ็ม-41 ณ อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมเอ็มซีเอ็ม-41 ซึ่งมีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของซิลิกากับอะลูมินาเท่ากับ 50 ด้วยวิธีการตกตะกอนอะลูมิเนียมร่วมกับเอ็มซีเอ็ม-41 สภาวะที่ดีที่สุดของการเตรียมเอ็มซีเอ็ม-41 และอะลูมิเนียมเอ็มซีเอ็ม-41 คือพีเอช 9 และบ่มที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 วัน ส่วนมีโซพอร์สอะลูมินาสังเคราะห์ได้จากสองวิธีคือไมโครอิมัลชันโดยใช้ซีทีเอบีเป็นตัวต้นแบบ และวิธีโซล-เจลโดยไม่ใช้ตัวต้นแบบ สำหรับวิธีไมโครอิมัลชันที่มีตัวต้นแบบ มีสภาวะการสังเคราะห์คือพีเอชเท่ากับ 9 เผาไล่ตัวต้นแบบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส สำหรับวิธีโซล-เจลโดยไม่ใช้ตัวต้นแบบเพื่อลดค่าใช้จ่ายในการสังเคราะห์สาร มีการใช้เศษกระป๋องอะลูมิเนียมที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดสี แล็กเกอร์ และอื่นๆที่ไม่ต้องการ มาใช้เป็นสารตั้งต้นอะลูมิเนียมสองชนิดคือ อะลูมิเนียมไอโซโพรพอกไซด์ และอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยนำเศษอะลูมิเนียมที่ผ่านการเผามาละลายด้วยไอโซโพรพิลอัลกอฮอล์และใช้เมอร์คิวรีไอโอไดด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้ผลิตภัณฑ์อะลูมิเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ส่วนอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ได้จากการละลายเศษกระป๋องอะลูมิเนียมด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ร้อน นำผลิตภัณฑ์อะลูมิเนียมไอโซโพรพอกไซด์และสารละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ไปเตรียมมีโซพอร์สอะลูมินาด้วยวิธีโซล-เจลและบ่มที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง กรองแยกตะกอนเจล อบแห้งที่ 80 องศาเซลเซียส และเผาที่ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมีโซพอร์สอะลูมินาไปเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีนิกเกิลออกไซด์ร้อยละ 1- 5 ด้วยวิธีการทำให้เปียกชุ่ม แล้วเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส วิเคราะห์สมบัติทางเคมีและกายภาพของผลิตภัณฑ์ทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้เทคนิคต่างๆ ได้แก่ ฟลูเรียวทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี การวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ การวิเคราะห์พื้นที่ผิวบีอีที และการส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าผลิตภัณฑ์เอ็มซีเอ็ม-41 และอะลูมิเนียมเอ็มซีเอ็ม-41 ที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิวสูง 757 และ 911 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ส่วนตัวรองรับมีโซพอร์สอะลูมินาที่มีตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์มีเฟสเป็นแกมมา รูพรุนไม่เป็นระเบียบและมีพื้นที่ผิวสูงถึง 491 ตารางเมตรต่อกรัมเมื่อใช้สารตั้งต้นอะลูมิเนียมไอโซโพรพอกไซด์ที่สังเคราะห์จากเศษกระป๋องอะลูมิเนียม

ในการทดสอบสมรรถนะการเร่งปฏิกิริยา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีโซพอร์สอะลูมินาที่มีนิกเกิลออกไซด์ไม่สามารถเร่งปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของโทลูอินในสภาวะของเหลวได้ แต่แสดงสมรรถนะการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของโทลูอินในสภาวะของเหลวเมื่อใช้ตัวออกซิไดซ์เป็นไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และเทอร์เทียรีบิวทิลไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในช่วงอุณหภูมิ 35-130 องศาเซลเซียส ได้ผลิตภัณฑ์หลักเป็นเบนซัลดีไฮด์และเบนซิลอัลกอฮอล์ โดยไม่เกิดการเบนโซอิก ขณะที่เอ็มซีเอ็ม-41 และอะลูมิเนียม

เอ็มซีเอ็ม-41 ที่สังเคราะห์ได้สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการเกิดเอสเทอร์ระหว่างกรดซาลิซิลิกและฟีนอล ที่อุณหภูมิ 150-160 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้คือฟีนิลซาลิไซเลทสูงสุดร้อยละ 3.75 ที่เวลา 8 ชั่วโมง

## Abstract

**250438**

Mesoporous materials such as MCM-41 and Al-MCM-41 obtained from rich husk ash including mesoporous alumina obtained from waste aluminium cans were synthesized. MCM-41 was prepared by dissolution of silica obtained from rice husk ash in sodium hydroxide solution. Then hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB) was added with the molar ratio of 1.0 SiO<sub>2</sub> : 0.147 CTAB : 149 H<sub>2</sub>O : 2.16 NH<sub>4</sub>OH : 1.0 NaOH to prepare MCM-41. The effects of pH and aging time at 100 °C for MCM-41 synthesis have been studied. Al-MCM-41 with 50 Si/Al weight ratios was prepared by co-precipitation of aluminium with MCM-41. The optimum condition to synthesize MCM-41 and Al-MCM-41 was found to be pH 9 and aging temperature 100 °C for 4 days. Mesoporous alumina was prepared by two methods; microemulsion templating method using CTAB and sol-gel method without template. The microemulsion method using CTAB as structural directing agent was performed at pH 9 and calcined the product at 500 °C. To reduce cost for mesoporous alumina synthesis, the sol-gel method without template was carried out by using waste aluminium cans. Aluminium scraps calcined at 850 °C to eliminate paints, lacquers and impurities were used as two types of aluminium sources; aluminium isopropoxide (AIP) and aluminium hydroxide. The AIP was synthesized by dissolution of aluminium scraps in isopropyl alcohol using mercury iodide as catalyst at 80 °C for 24 hours. The aluminium hydroxide was obtained from the reaction between waste aluminium cans and hot potassium hydroxide solution. Then, mesoporous alumina supports were prepared from these two types of aluminium sources via sol-gel method at room temperature for 48 hours. The white gel was filtered, dried at 80 °C and calcined at 500 °C for 2 hours. The mesoporous alumina supports were impregnated with nickel(II) nitrate solution and calcined at 300 °C to prepare nickel(II) oxide supported on mesoporous alumina catalysts with 1-5 wt% Ni loading. The chemical and physical property of mesoporous products were characterized by various techniques such as Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction spectroscopy (XRD), BET surface area, and scanning electron microscopy (SEM). The BET surface areas of the MCM-41 and Al-MCM-41 were 757 and 911 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>, respectively. The mesoporous alumina support containing nickel(II) oxide catalyst was  $\gamma$  phase without long range order mesopores. The BET surface area of mesoporous alumina synthesized via sol-gel method using AIP from waste aluminium cans was 491 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>.

The catalytic performances of the synthesized catalysts were performed. The nickel(II) oxide supported on mesoporous alumina catalysts have not yet catalyzed liquid phase toluene hydrogenation reaction. However, they were active for liquid phase toluene oxidation at 35-130 °C using hydrogen peroxide and tert-butyl hydrogen peroxide as oxidant. The main products

were benzaldehyde and benzyl alcohol, the other products were also found without benzoic acid. Furthermore, the MCM-41 and Al-MCM-41 materials were used as catalysts for esterification of salicylic acid with phenol at temperature 150-160 °C. The maximum percentage of the phenyl salicylate product from this reaction after 8 hours was 3.75.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
Abstract	ง
สารบัญเรื่อง	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญภาพ	ฅ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.4 หน่วยงานที่นำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์	2
1.5 ขอบเขตการวิจัย	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 การเร่งปฏิกิริยา (Catalysis)	4
2.1.1 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	4
2.1.2 องค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา	4
2.1.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรม	5
2.1.4 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาบนตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์	6
2.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา MCM-41	6
2.2.1 การสังเคราะห์ MCM-41	7
2.2.2 การเตรียมซิลิกาจากแกลบ	9
2.2.4 การสังเคราะห์ MCM-41 โดยใช้ซิลิกาจากแกลบ	12
2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา AI-MCM-41	13
2.4 อะลูมินา (Alumina)	13
2.4.1 การสังเคราะห์อะลูมินาในอุตสาหกรรม	13
2.4.2 การสังเคราะห์มีโซพอร์สอะลูมินา	15
2.5 เทคนิคโซล-เจล (Sol-gel technique)	17
2.6 การเร่งปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนและออกซิเดชันโทลูอีน	18
2.6.1 ปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของโทลูอีน	18
2.6.2 ปฏิกิริยาออกซิเดชันของโทลูอีน	19
2.6.3 ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของกรดซาลิไซลิกและฟีนอล	20

บทที่ 3	วิธีการดำเนินการวิจัย	
3.1	วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี	22
3.2	วิธีดำเนินการวิจัย	23
3.2.1	การเตรียมซิลิกาจากแกลบ	23
3.2.2	การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา MCM-41	24
3.2.3	การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา AI-MCM-41 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม	24
3.2.4	การสังเคราะห์มีโซพอร์สอะลูมินา	25
3.2.5	การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนมีโซพอร์สอะลูมินา	26
3.2.6	การศึกษาสมรรถนะการเร่งปฏิกิริยา	26
3.2.7	การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิวด้วยเครื่อง FTIR	27
3.2.8	การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD	27
3.2.9	การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเครื่อง SEM	28
3.2.10	การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ด้วยกล้อง TEM	28
3.2.11	การวิเคราะห์พื้นที่ผิวบีอีที (BET surface area) และขนาดรูพรุน	29
3.2.12	การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่อง GC	29
บทที่ 4	ผลการวิจัยและวิจารณ์ผล	
4.1	การเตรียมซิลิกาจากแกลบ	31
4.2	การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา MCM-41 และ AI-MCM-41 โดยใช้ซิลิกาจากแกลบ	32
4.3	การสังเคราะห์มีโซพอร์สอะลูมินา	43
4.4	การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีนิกเกิลออกไซด์บนมีโซพอร์สอะลูมินา	49
4.5	การวิเคราะห์พื้นที่ผิว (BET surface area)	54
4.6	ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายแก๊สไนโตรเจนบนตัวรองรับมีโซพอร์สอะลูมินา	55
4.7	สมรรถนะการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้	57
บทที่ 5	สรุปและวิจารณ์ผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ	62
	เอกสารอ้างอิง	64
	ภาคผนวก	
ก. 1	การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาออกซิเดชันของโทลูอีนด้วย GC	69
ก. 2	การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาระหว่าง phenol และ salicylic acid ด้วย GC	71
ก. 3	การเผยแพร่ผลงานวิจัย	73

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 วิธีการต่างๆ ในเตรียมซิลิกาจากแกลบเพื่อใช้เป็นแหล่งซิลิกา	10
ตารางที่ 2.2 วิธีการสังเคราะห์ MCM-41 โดยใช้ซิลิกาจากแกลบและตัวต้นแบบ CTAB	12
ตารางที่ 2.3 วิธีการต่างๆ ในเตรียมมีโซพอร์สอะลูมินา	16
ตารางที่ 4.1 การเตรียมซิลิกาจากแกลบและการละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	31
ตารางที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ (a) MCM-41 ที่ได้จากการบ่มสารละลายที่ pH 9 และ (b) Al-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้	40
ตารางที่ 4.3 องค์ประกอบของธาตุและสารประกอบที่มีใน Al-MCM-41	43
ตารางที่ 4.4 BET surface area ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้	55
ตารางที่ 4.5 ผลความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ต่อการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันโทลูอิน เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจำนวน 0.1 g โทลูอิน 5 g TBHP 6.9 g และอะคริโลไนไต์ล 20 mL ที่อุณหภูมิ 35 °C	58
ตารางที่ 4.6 ผลของตัวออกซิไดซ์ต่อการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันโทลูอินที่อุณหภูมิ 130 °C เป็นเวลา 140 ชั่วโมง เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> -NiO/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ที่มี Ni 5 wt% จำนวน 50 mg อะคริโลไนไต์ล 10 mL	59
ตารางที่ ผ.1 Retention time ของสารมาตรฐาน Toluene, Benzaldehyde, และ Benzyl alcohol เมื่อวิเคราะห์ผลด้วย GC	70
ตารางที่ ผ.2 ข้อมูลพื้นที่ใต้กราฟของสารละลายมาตรฐานโทลูอินที่ความเข้มข้นต่างๆ	70
ตารางที่ ผ.3 Retention time ของสารมาตรฐาน Phenol, Salicylic acid และ Phenyl salicylate เมื่อวิเคราะห์ผลด้วย GC	72

สารบัญภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 สรุปลักษณะและกระบวนการต่างๆ ในการเตรียม MCM-41 โดยไม่ใช้ตัวต้นแบบ	8
รูปที่ 2.2 การเตรียม MCM-41 โดยใช้ตัวต้นแบบ	9
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของซิลิกาที่เกิดขึ้นภายใต้สภาวะต่างๆ	11
รูปที่ 2.4 เฟสของซิลิกาภายใต้สภาวะต่างๆ	12
รูปที่ 2.5 ตำแหน่งที่เป็นกรดและเบสแบบลิวอิสบนอะลูมินา (a) และการดูดซับของแอมโมเนียบนตำแหน่งที่เป็นกรดแบบลิวอิส (b)	14
รูปที่ 2.6 กลไกการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของโทลูอีนที่มีนิกเกิลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและแก๊สออกซิเจนเป็นตัวรีดิวซ์ (Gauli <i>et al.</i> , 2005)	19
รูปที่ 3.1 การจัดเครื่องมือในการทดสอบสมรรถนะการเร่งปฏิกิริยาการเพิ่มไฮโดรเจนแก่โทลูอีน	26
รูปที่ 3.2 การจัดเครื่องมือการทดสอบ (a) การเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันโทลูอีน (b) การสังเคราะห์ฟีนิลซาลิไซเลท	27
รูปที่ 4.1 ซิลิกาที่ได้จากแกลบ (a) ที่ผ่านการรีฟลักซ์ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (b) ไม่ผ่านการรีฟลักซ์ และเผาที่อุณหภูมิ 750 °C	32
รูปที่ 4.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของ (a) ซิลิกาและ MCM-41 หลังจากการบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา (b) 1, (c) 2, (d) 3 และ (e) 4 วัน	33
รูปที่ 4.3 อินฟราเรดสเปกตรัมของ MCM-41 ที่ได้จากการบ่มที่ pH (a) 9, (b) 10, (c) 11 และ (d) 12 ที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 วัน	34
รูปที่ 4.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของ AI-MCM-41 ที่ได้จากการบ่มที่ pH 9 และอุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 วัน	35
รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ MCM-41 ที่เตรียมได้จากการบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา (a) 1, (b) 2, (c) 3 และ (d) 4 วัน	37
รูปที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ MCM-41 ที่ได้จากการบ่มสารละลายที่ pH (a) 9, (b) 10, (c) 11 และ (d) 12	38
รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ (a) MCM-41 ที่ได้จากการบ่มสารละลายที่ pH 9 และ (b) AI-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้	39
รูปที่ 4.8 ภาพถ่าย SEM ของ (a) ซิลิกาที่เตรียมโดยเผาแกลบที่อุณหภูมิ 750 °C (b) MCM-41 ที่เตรียมจากการบ่มสารละลายที่ pH 9 อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 วัน (c) AI-MCM-41 ที่เตรียมจากสารละลาย pH 9 ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 วัน (กำลังขยาย 1000 เท่า)	41
รูปที่ 4.9 กลไกการเกิด MCM-41 เมื่อใช้ CTAB และ Tetraethoxyorthosilicate (TEOS)	42
รูปที่ 4.10 ผลิตภัณฑ์อะลูมินาสังเคราะห์ด้วยวิธี microemulsion templating หลังเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง	43

รูปที่ 4.11	มีโซพอร์สอะลูมินาที่เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างกระป่องอะลูมิเนียมและเบสแก่หลังการเผาที่ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	44
รูปที่ 4.12	อินฟราเรดสเปกตรัมของ (a) commercial Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , (b) calcined Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , (c) dried-refluxed aluminium gel, (d) dried aluminium gel, และ (e) CTAB	45
รูปที่ 4.13	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในช่วง small angle ของมีโซพอร์สอะลูมินาที่เตรียมได้โดยเทคนิค microemulsion templating ที่อัตราส่วนโดยโมล Al:H <sub>2</sub> O เท่ากับ (a) 1:55 และ (b) 1:66 หลังการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับมีโซพอร์สอะลูมินาของ Morajkar and Fernandes 2010	46
รูปที่ 4.14	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในช่วง wide angle ของมีโซพอร์สอะลูมินาที่เตรียมได้โดยเทคนิค microemulsion templating ที่อัตราส่วนโดยโมล Al:H <sub>2</sub> O เท่ากับ (a) 1:55 และ (b) 1:66 หลังการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับมีโซพอร์สอะลูมินาของ Morajkar and Fernandes 2010	47
รูปที่ 4.15	ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะโครงสร้างของมีโซพอร์สอะลูมินาที่เตรียมได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง กำลังขยาย (a) 100 (b) 1,000 (c) 5,000 (d) 10,000 เท่า เปรียบเทียบกับ (e) γ-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ของ Oikawa <i>et al.</i> , 2004 (กำลังขยาย 10,000 เท่า)	48
รูปที่ 4.16	ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะโครงสร้างมีโซพอร์สอะลูมินาที่เตรียมโดยการละลาย Al can ด้วย KOH แล้วบ่มที่อุณหภูมิ (a) 30 °C, 48 ชั่วโมง (b) 80 °C, 48 ชั่วโมง (กำลังขยาย 7,000 เท่า) และ (c) มีโซพอร์สอะลูมินาที่เตรียมจาก AIP แล้วบ่มที่อุณหภูมิ (a) 30 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (กำลังขยาย 5,000 เท่า)	49
รูปที่ 4.17	อินฟราเรดสเปกตรัมของ (a) มีโซพอร์สอะลูมินาที่ไม่มีนิกเกิล และตัวเร่งปฏิกิริยาที่มี Ni (b) 1, (c) 2, (d) 3 และ (e) 5 wt% บนมีโซพอร์สอะลูมินาที่เตรียมด้วยวิธี microemulsion templating หลังการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	50
รูปที่ 4.18	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในช่วง small angle ของนิกเกิลบนมีโซพอร์สอะลูมินา(เตรียมได้โดยเทคนิค microemulsion templating) ซึ่งมี Ni (a) 1, (b) 2, (c) 3, และ (d) 5 wt% หลังการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	51
รูปที่ 4.19	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในช่วง wide angle ของนิกเกิลบนมีโซพอร์สอะลูมินา(เตรียมได้โดยเทคนิค microemulsion templating) ซึ่งมี Ni (a) 1, (b) 2, (c) 3, และ (d) 5 wt% หลังการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	52
รูปที่ 4.20	ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะพื้นผิวของ NiO/mesoporous-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ที่มีปริมาณ Ni (a) 1 wt % และ (b) 5 wt % หลังเผาที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (กำลังขยาย 3,000 เท่า)	53

รูปที่ 4.21	ภาพถ่าย SEM ของ (a) มีโซพอร์สอะลูมินา (b-d) NiO/mesoporous-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ที่มี Ni 1, 3 และ 5 wt% ตามลำดับ สังเคราะห์จาก AIP จากกระป๋องอะลูมิเนียม หลังเผาที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (กำลังขยาย 7,000 เท่า ยกเว้น (d) กำลังขยาย 5,000 เท่า)	53
รูปที่ 4.22	ภาพถ่าย TEM ของ Ni 5 wt%/mesoporous-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> หลังการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยายต่างกัน	54
รูปที่ 4.23	ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายแก๊สในโตรเจนของมีโซพอร์สอะลูมินาที่สังเคราะห์ด้วย (a) AIP และ (b) aluminate solution จากเศษกระป๋องอะลูมิเนียมเมื่อใช้เทคนิคโซล-เจล บ่มที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง	56
รูปที่ 4.24	ร้อยละ phenyl salicylate ที่สังเคราะห์โดยไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา และเติมตัวเร่งปฏิกิริยา MCM-41 และ Al-MCM-41 จำนวน 0.05 g ที่เวลาต่างๆ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150-160 °C	61
รูปที่ ผ.1	GC โครมาโทแกรมของ (a) Toluene (b) Benzaldehyde และ (c) Benzyl alcohol ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC	69
รูปที่ ผ.2	กราฟมาตรฐานของสารมาตรฐานโทลูอิน	70
รูปที่ ผ.3	GC โครมาโทแกรมของ (a) Phenol, 500 ppm, (b) Salicylic acid, 500 ppm (c) Phenyl salicylate, 500 ppm และ (d) Phenyl salicylate ที่ได้จากปฏิกิริยาการเกิดเอสเทอร์ระหว่าง Phenol และ Salicylic acid ที่ความเข้มข้น 100 ppm ที่ 150-160 °C, 8 ชั่วโมง	71
รูปที่ ผ.4	กราฟมาตรฐานของสารมาตรฐาน Phenyl salicylate	72