

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10)

PL 246554 B1

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **442825**

(22) Data zgłoszenia: **2022.11.16**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2024.05.20 BUP 21/2024**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2025.02.10 WUP 06/2025**

(51) MKP:

B01J 29/89 (2006.01)

B01J 21/06 (2006.01)

B01J 37/08 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**ZACHODNIOPOMORSKI UNIWERSYTET
TECHNOLOGICZNY W SZCZECINIE,
Szczecin, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

**AGNIESZKA WRÓBLEWSKA, Szczecin, PL
JADWIGA GRZESZCZAK, Gwizdów, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Justyna Zatorska, Szczecin, PL

(54) Tytuł:

**Sposób otrzymywania katalizatora tytanowo-silikatowego otrzymanego z wykorzystaniem
templatów**

PL 246554 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania katalizatora tytanowo-silikatowego otrzymanego z wykorzystaniem templatów. Katalizator tytanowo-silikatowy może być wykorzystany w procesie utleniania α -pinenu.

W patencie PL 235283 opisano proces utlenienia α -pinenu w obecności katalizatora TS-1 za pomocą tlenu cząsteczkowego. Katalizatory TS-1 otrzymano metodą hydrotermalną opisaną przez A. Thangaraja i in. *Direct catalytic hydroxylation of benzene with hydrogen peroxide over titanium-silicalite zeolites*, *Appl. Catal.* 57 (1990) L1–L3. Otrzymano 4 katalizatory TS-1 o następującej zawartości tytanu: TS-1 40:1 o zawartości tytanu 3,08% wag, TS-1 30:1 o zawartości tytanu 3,39% wag., TS-1 20:1 o zawartości tytanu 5,42% wag. i TS-1 10:1 o zawartości tytanu 9,92% wag.

W zgłoszeniu patentowym P.437458 opisano sposób utleniania α -pinenu na zmodyfikowanym katalizatorze tytanowo-silikatowym TS-1. Sposób otrzymywania tego katalizatora obejmował: wprowadzenie wody dejonizowanej, bromku heksadecylotrimetyloamoniowego, wodorotlenku tetrapropylamoniowego, o-krzemianu tetraetylu do reaktora, mieszanie całości za pomocą mieszadła mechanicznego w temperaturze 40°C przez 5 godzin, a następnie dodanie wody dejonizowanej, wodorotlenku tetrapropylamoniowego, o-tytanianu tetrabutylu oraz alkoholu izopropylowego i mieszanie całości w temperaturze 40°C przez 24 godziny, poddanie otrzymanego żelu krystalizacji w temperaturze 170°C przez 48 godzin, odfiltrowanie katalizatora, przemycie i suszenie w temperaturze 100°C przez 24 godzin, na końcu kalcynowanie go przez 6 godzin w temperaturze 550°C. Proces prowadzono bez etapu aktywacji polegającego na przemywaniu katalizatora roztworem octanu amonu w podwyższonej temperaturze oraz bez ponownej kalcynacji. Jako produkt otrzymano katalizator tytanowo-silikatowy MTS-1, który zastosowano w procesie utleniania alfa-pinenu.

W zgłoszeniu patentowym P.441469 opisano sposób otrzymywania katalizatora tytanowo-silikatowego, otrzymanego z wykorzystaniem odpadowych fusów z kawy, jako dodatkowych templatów, który zastosowano do procesu utleniania alfa-pinenu. Fusy po wysuszeniu na powietrzu były kilkakrotnie przemywane acetonem w celu usunięcia zanieczyszczeń rozpuszczalnych w acetonie i następnie suszone w suszarce w temperaturze 100°C. Synteza katalizatora tytanowo-silikatowego z dodatkiem fusów z kawy została przeprowadzona zmodyfikowaną metodą, opisaną dla katalizatora Ti-SBA-15 przez F. Berube i in. *J. Phys. Chem. C*, 112 (37) (2008), pp. 14403–14411. Zgodnie z tą metodą, do reaktora szklanego zaopatrzonego w chłodnicę zwrotną oraz mieszadło mechaniczne i umieszczonego w łaźni olejowej o temperaturze 35°C, dodawano kolejno: 8,089 g Pluronic P123, 168,880 g wody dejonizowanej i 4,7 cm³ HCl, zawartość reaktora mieszano aż do momentu uzyskania klarownego roztworu, po czym dodawano mieszaninę o-krzemianu tetraetylu (17,522 g) i o-tytanianu tetraizopropylu (0,808 g) oraz 13,333 g przygotowanych wcześniej odpowiednio odpadowych fusów kawy (stosunek masowy ciecz : odpadowe fusy wynosił 15:1), zawartość reaktora mieszano przez 24 h, a następnie wyłączono mieszanie i pozostawiono zawartość reaktora na kolejne 24 h, po tym czasie osad odsączano, przemywano wodą dejonizowaną, suszono w 100°C przez 24 h i kalcynowano w 550°C przez 5 h. Proces utleniania α -pinenu, z wykorzystaniem tak otrzymanego katalizatora, był prowadzony pod ciśnieniem atmosferycznym, z intensywnością mieszania 500 obr/minutę i w atmosferze tlenu, przy czym do reaktora szklanego wprowadzano w pierwszej kolejności α -pinen, później katalizator, na samym końcu doprowadzano tlen przez bełkotkę, stosując przepływ tlenu 40 ml/min. Katalizator tytanowo-silikatowy otrzymany z wykorzystaniem fusów z kawy o zawartości tytanu wynoszącej 2,820% wag., stosowano w ilości 0,1–1,50% wag. w mieszaninie reakcyjnej. Pozostałe parametry prowadzenia procesu utleniania zmieniały się następująco: temperatura 80–130°C i czas od 1 godziny do 24 godzin. Zastosowanie katalizatora tytanowo-silikatowego otrzymanego z użyciem fusów z kawy pozwoliło dla czasu reakcji wynoszącego 24 h otrzymać konwersję alfa-pinenu sięgającą 100% mol, w stosunkowo łagodnych warunkach: temperatura 120°C, ilość katalizatora 0,5% wag. i ciśnienie atmosferyczne. Katalizator tytanowo-silikatowy otrzymany z wykorzystaniem fusów z kawy charakteryzował się zawartością tytanu wynoszącą 2,820% wagowych. Zaletą sposobu utleniania z wykorzystaniem tego katalizatora jest uzyskanie wysokich konwersji α -pinenu sięgających 100% mol.

Problemem technicznym do rozwiązania jest opracowanie takiej metodyki syntezy aktywnych katalizatorów tytanowo-silikatowych, aby można było wykorzystać w ich syntezie tanie templaty pochodzenia naturalnego (odnawialne templaty), w tym odpadowe, obok standardowo stosowanych templatów, których synteza jest droga, a ich produkty rozpadu, powstające w procesie kalcynacji, zanieczyszczają środowisko naturalne.

Sposób otrzymywania katalizatora tytanowo-silikatowego otrzymanego z wykorzystaniem templatów, według wynalazku, polegający na umieszczeniu 8,089 g surfaktantu Pluronic P123, 168,880 g wody dejonizowanej i 4,7 cm³ kwasu solnego o stężeniu 35% w szklanym reaktorze znajdującym się w łaźni olejowej o temperaturze 35°C, zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną oraz mieszadło mechaniczne. Następnie mieszaniu zawartości reaktora do uzyskania klarownego roztworu, po czym dodaniu do roztworu mieszaniny 17,522 g o-krzemianu tetraetylu i 0,808 g o-tytanianu tetraizopropylu oraz 13,3 g templatów pochodzenia naturalnego i mieszaniu zawartości reaktora przez 24 godziny. Następnie pozostawieniu zawartości reaktora na kolejne 24 godziny, po czym odsączeniu otrzymanego osadu i przemyciu go wodą dejonizowaną, suszeniu go w temperaturze 100°C przez 24 godziny, a następnie kalcynowaniu w 550°C przez 5 godzin, otrzymując katalizator tytanowo-silikatowy. Istota wynalazku polega na tym, że jako templat pochodzenia naturalnego stosuje się odpadowe skórki pomarańczy, przy czym stosuje się ciecz: odpadowe skórki pomarańczy w stosunku masowym 15:1. Natomiast odpadowe skórki pomarańczy przed dodaniem do reaktora poddaje się suszeniu na powietrzu, a następnie mieli się z dodatkiem wrzącej wody, po czym po odsączeniu poddaje się suszeniu w temperaturze 100°C. Następnie otrzymuje się katalizator tytanowo-silikatowy o zawartości tytanu w ilości 3,465% wagowych.

Zaletą rozwiązania jest znaczące obniżenie kosztów związanych z syntezą katalizatora tytanowo-silikatowego, poprzez wykorzystanie dodatkowego templatów pochodzenia naturalnego. Do takich templatów należą skórki pomarańczy. Skórki pomarańczy stanowią odpad z przemysłu produkującego soki owocowe. Można je zagospodarować wydestylowując z nich limonen, a pozostałość po destylacji przeznaczając na paszę dla zwierząt lub otrzymując z niej węgle aktywne. Po odpowiednim przygotowaniu odpadowe skórki pomarańczy mogą być wykorzystane w roli dodatkowych templatów, wspomagających proces otrzymywania materiałów porowatych tytanowo-silikatowych, które są cennymi katalizatorami dla procesów utleniania i izomeryzacji olefin. W odpowiednio dobranych warunkach w procesie utleniania α -pinenu na katalizatorze tytanowo-silikatowym uzyskuje się wysoką selektywność przemiany do tlenku α -pinenu (31 mol%) i werbenolu (21% mol). Są to wartości porównywalne do uzyskiwanych na standardowo otrzymywanym katalizatorze Ti-SBA-15. Wskazuje to na to, że skórki pomarańczy mogą być z powodzeniem stosowane jako dodatkowy templat w syntezie tego katalizatora.

Sposób według wynalazku przedstawiono w przykładach wykonania.

Przykład 1

Katalizator tytanowo-silikatowy otrzymano metodą opisaną dla katalizatora Ti-SBA-15 – F. Berube i in. J. Phys. Chem. C, 112 (37) (2008), pp. 14403–14411. Przy czym w metodzie tej wprowadzono modyfikację polegającą na użyciu dodatkowych templatów w postaci zmielonych skórek pomarańczy. Przed użyciem w syntezie katalizatora skórki pomarańczy były odpowiednio przygotowywane, polegało to na tym, że najpierw poddawano je suszeniu na powietrzu, potem mielono je w młynku z dodatkiem wrzącej wody, później po odsączeniu poddawano je suszeniu w temperaturze 100°C. Później, do reaktora szklanego zaopatrzonego w chłodnicę zwrotną oraz mieszadło mechaniczne i umieszczonego w łaźni olejowej o temperaturze 35°C, dodawano kolejno: 8,089 g Pluronic P123, 168,880 g wody dejonizowanej i 4,7 cm³ HCl, zawartość reaktora mieszano aż do momentu uzyskania klarownego roztworu, po czym dodawano do tego roztworu mieszaninę o-krzemianu tetraetylu (17,522 g) i o-tytanianu tetraizopropylu (0,808 g) oraz 13,3 g przygotowanych wcześniej odpowiednio odpadowych skórek pomarańczy (stosunek masowy ciecz : odpadowe skórki pomarańczy wynosił 15:1), zawartość reaktora mieszano przez 24 h w temperaturze 35°C, a następnie wyłączono mieszanie i pozostawiono zawartość reaktora na kolejne 24 h, po tym czasie osad odsączano, przemywano go wodą dejonizowaną, suszono w temperaturze 100°C przez 24 h i kalcynowano w temperaturze 550°C przez 5 godzin.

Katalizator tak otrzymany zawierał 3,465% wag. tytanu.

Przykład 2

Katalizator tytanowo-silikatowy otrzymany w przykładzie pierwszym zastosowano do utleniania α -pinenu.

Proces prowadzono w reaktorze szklanym o pojemności 25 cm³, który był zaopatrzony w chłodnicę zwrotną, mieszadło magnetyczne z funkcją grzejącą oraz sterownik temperatury ($\pm 1^\circ\text{C}$), a także bełkotkę szklaną do podawania tlenu. Do reaktora wprowadzano 9,809 g α -pinenu (98% Aldrich) oraz 0,0509 g katalizatora, którego zawartość w mieszaninie reakcyjnej wynosiła 0,5% wag. Reakcję prowadzono w temperaturze 80°C, w czasie 1 h, przy przepływie tlenu 40 ml/min. i przy szybkości mieszania 500 obr./min. Mieszaninę poreakcyjną oddzielano od katalizatora na wirówce laboratoryjnej. Następnie,

w celu przygotowania próbki do analizy ilościowej, mieszaninę poreakcyjną w ilości około 0,250 g rozcieńczano w 0,750 g acetonu. Analizę jakościową i ilościową mieszanin poreakcyjnych wykonywano metodą chromatografii gazowej (GC) aparatem FOCUS firmy Thermo z kolumną RTX-1701, wyposażonym w detektor płomieniowo-jonizacyjny. Warunki prowadzenia analiz były następujące: izotermicznie w temp. 50°C przez 2 minuty, wzrost temperatury z szybkością 6°C/min do 120°C, izotermicznie w temp. 120°C przez 4 minuty, następnie wzrost temperatury z szybkością 15°C/min do 240°C, temperatura dozownika 200°C, a przepływ gazu nośnego 1,2 ml/min. Analiza ilościowa prowadzona była z wykorzystaniem metody normalizacji wewnętrznej.

Dla każdej z przeprowadzonych syntez sporządzono bilans masowy, uwzględniający takie funkcje procesu jak: konwersja α -pinenu oraz selektywności odpowiednich produktów. W badanych warunkach uzyskano następujące wartości selektywności głównych produktów: tlenek α -pinenu 16% mol, werbenol 10% mol, werbenon 0% mol, myrtenal 0% mol, myrtenol 0% mol, a konwersja α -pinenu wyniosła 4% mol.

Przykład 3

Katalizator tytanowo-silikatowy otrzymany w przykładzie pierwszym zastosowano do utleniania α -pinenu.

Proces prowadzono w reaktorze szklanym o pojemności 25 cm³, który był zaopatrzony w chłodnicę zwrotną, mieszadło magnetyczne z funkcją grzejną oraz sterownik temperatury ($\pm 1^\circ\text{C}$), a także bełkotkę szklaną do podawania tlenu. Do reaktora wprowadzano 9,896 g α -pinenu (98% Aldrich) oraz 0,0508 g katalizatora, którego zawartość w mieszaninie reakcyjnej wynosiła 0,5% wag. Reakcję prowadzono w temperaturze 130°C, w czasie 1 h, przy przepływie tlenu 40 ml/min. i przy szybkości mieszania 500 obr./min. Mieszaninę poreakcyjną oddzielano od katalizatora na wirówce laboratoryjnej. Następnie, w celu przygotowania próbki do analizy ilościowej, mieszaninę poreakcyjną w ilości około 0,250 g rozcieńczano w 0,750 g acetonu. Analizę jakościową i ilościową mieszanin poreakcyjnych wykonywano metodą chromatografii gazowej (GC) aparatem FOCUS firmy Thermo z kolumną RTX-1701, wyposażonym w detektor płomieniowo-jonizacyjny. Warunki prowadzenia analiz były następujące: izotermicznie w temp. 50°C przez 2 minuty, wzrost temperatury z szybkością 6°C/min do 120°C, izotermicznie w temp. 120°C przez 4 minuty, następnie wzrost temperatury z szybkością 15°C/min do 240°C, temperatura dozownika 200°C, a przepływ gazu nośnego 1,2 ml/min. Analiza ilościowa prowadzona była z wykorzystaniem metody normalizacji wewnętrznej.

Dla każdej z przeprowadzonych syntez sporządzono bilans masowy, uwzględniający takie funkcje procesu jak: konwersja α -pinenu oraz selektywności odpowiednich produktów. W badanych warunkach uzyskano następujące wartości selektywności głównych produktów: tlenek α -pinenu 23% mol, werbenol 21% mol, werbenon 14% mol, myrtenal 2% mol, myrtenol 3% mol, a konwersja α -pinenu wyniosła 25% mol.

Przykład 4

Katalizator tytanowo-silikatowy otrzymany w przykładzie pierwszym zastosowano do utleniania α -pinenu.

Proces prowadzono w reaktorze szklanym o pojemności 25 cm³, który był zaopatrzony w chłodnicę zwrotną, mieszadło magnetyczne z funkcją grzejną oraz sterownik temperatury ($\pm 1^\circ\text{C}$), a także bełkotkę szklaną do podawania tlenu. Do reaktora wprowadzano 9,862 g α -pinenu (98% Aldrich) oraz 0,0140 g katalizatora, którego zawartość w mieszaninie reakcyjnej wynosiła 0,1% wag. Reakcję prowadzono w temperaturze 130°C, w czasie 1 h, przy przepływie tlenu 40 ml/min. i przy szybkości mieszania 500 obr./min. Mieszaninę poreakcyjną oddzielano od katalizatora na wirówce laboratoryjnej. Następnie, w celu przygotowania próbki do analizy ilościowej, mieszaninę poreakcyjną w ilości około 0,250 g rozcieńczano w 0,750 g acetonu. Analizę jakościową i ilościową mieszanin poreakcyjnych wykonywano metodą chromatografii gazowej (GC) aparatem FOCUS firmy Thermo z kolumną RTX-1701, wyposażonym w detektor płomieniowo-jonizacyjny. Warunki prowadzenia analiz były następujące: izotermicznie w temp. 50°C przez 2 minuty, wzrost temperatury z szybkością 6°C/min do 120°C, izotermicznie w temp. 120°C przez 4 minuty, następnie wzrost temperatury z szybkością 15°C/min do 240°C, temperatura dozownika 200°C, a przepływ gazu nośnego 1,2 ml/min. Analiza ilościowa prowadzona była z wykorzystaniem metody normalizacji wewnętrznej.

Dla każdej z przeprowadzonych syntez sporządzono bilans masowy, uwzględniający takie funkcje procesu jak: konwersja α -pinenu oraz selektywności odpowiednich produktów. W badanych warunkach uzyskano następujące wartości selektywności głównych produktów: tlenek α -pinenu 28% mol,

werbenol 18% mol, werbenon 10% mol, myrtenal 2% mol, myrtenol 4% mol, a konwersja α -pinenu wyniosła 18% mol.

Przykład 5

Katalizator tytanowo-silikatowy otrzymany w przykładzie pierwszym zastosowano do utleniania α -pinenu.

Proces prowadzono w reaktorze szklanym o pojemności 25 cm³, który był zaopatrzony w chłodnicę zwrotną, mieszadło magnetyczne z funkcją grzejną oraz sterownik temperatury ($\pm 1^\circ\text{C}$), a także bełkotkę szklaną do podawania tlenu. Do reaktora wprowadzano 9,810 g α -pinenu (98% Aldrich) oraz 0,1485 g katalizatora, którego zawartość w mieszaninie reakcyjnej wynosiła 1,5% wag. Reakcję prowadzono w temperaturze 130°C, w czasie 1 h, przy przepływie tlenu 40 ml/min. i przy szybkości mieszania 500 obr./min. Mieszaninę poreakcyjną oddzielano od katalizatora na wirówce laboratoryjnej. Następnie, w celu przygotowania próbki do analizy ilościowej, mieszaninę poreakcyjną w ilości około 0,250 g rozcieńczano w 0,750 g acetonu. Analizę jakościową i ilościową mieszanin poreakcyjnych wykonywano metodą chromatografii gazowej (GC) aparatem FOCUS firmy Thermo z kolumną RTX-1701, wyposażonym w detektor płomieniowo-jonizacyjny. Warunki prowadzenia analiz były następujące: izotermicznie w temp. 50°C przez 2 minuty, wzrost temperatury z szybkością 6°C/min do 120°C, izotermicznie w temp. 120°C przez 4 minuty, następnie wzrost temperatury z szybkością 15°C/min do 240°C, temperatura dozownika 200°C, a przepływ gazu nośnego 1,2 ml/min. Analiza ilościowa prowadzona była z wykorzystaniem metody normalizacji wewnętrznej.

Dla każdej z przeprowadzonych syntez sporządzono bilans masowy, uwzględniający takie funkcje procesu jak: konwersja α -pinenu oraz selektywności odpowiednich produktów. W badanych warunkach uzyskano następujące wartości selektywności głównych produktów: tlenek α -pinenu 20% mol, werbenol 21% mol, werbenon 9% mol, myrtenal 2% mol, myrtenol 4% mol, a konwersja α -pinenu wyniosła 14% mol.

Przykład 6

Katalizator tytanowo-silikatowy otrzymany w przykładzie pierwszym zastosowano do utleniania α -pinenu.

Proces prowadzono w reaktorze szklanym o pojemności 25 cm³, który był zaopatrzony w chłodnicę zwrotną, mieszadło magnetyczne z funkcją grzejną oraz sterownik temperatury ($\pm 1^\circ\text{C}$), a także bełkotkę szklaną do podawania tlenu. Do reaktora wprowadzano 19,696 g α -pinenu (98% Aldrich) oraz 0,105 g katalizatora, którego zawartość w mieszaninie reakcyjnej wynosiła 0,5% wag. Reakcję prowadzono w temperaturze 130°C, w czasie 15 minut, przy przepływie tlenu 40 ml/min. i przy szybkości mieszania 500 obr./min. Mieszaninę poreakcyjną oddzielano od katalizatora na wirówce laboratoryjnej. Następnie, w celu przygotowania próbki do analizy ilościowej, mieszaninę poreakcyjną w ilości około 0,250 g rozcieńczano w 0,750 g acetonu. Analizę jakościową i ilościową mieszanin poreakcyjnych wykonywano metodą chromatografii gazowej (GC) aparatem FOCUS firmy Thermo z kolumną RTX-1701, wyposażonym w detektor płomieniowo-jonizacyjny. Warunki prowadzenia analiz były następujące: izotermicznie w temp. 50°C przez 2 minuty, wzrost temperatury z szybkością 6°C/min do 120°C, izotermicznie w temp. 120°C przez 4 minuty, następnie wzrost temperatury z szybkością 15°C/min do 240°C, temperatura dozownika 200°C, a przepływ gazu nośnego 1,2 ml/min. Analiza ilościowa prowadzona była z wykorzystaniem metody normalizacji wewnętrznej.

Dla każdej z przeprowadzonych syntez sporządzono bilans masowy, uwzględniający takie funkcje procesu jak: konwersja α -pinenu oraz selektywności odpowiednich produktów. W badanych warunkach uzyskano następujące wartości selektywności głównych produktów: tlenek α -pinenu 22% mol, werbenol 4% mol, werbenon 0% mol, myrtenal 0% mol, myrtenol 0% mol, a konwersja α -pinenu wyniosła 4% mol.

Przykład 7

Katalizator tytanowo-silikatowy otrzymany w przykładzie pierwszym zastosowano do utleniania α -pinenu.

Proces prowadzono w reaktorze szklanym o pojemności 25 cm³, który był zaopatrzony w chłodnicę zwrotną, mieszadło magnetyczne z funkcją grzejną oraz sterownik temperatury ($\pm 1^\circ\text{C}$), a także bełkotkę szklaną do podawania tlenu. Do reaktora wprowadzano 19,696 g α -pinenu (98% Aldrich) oraz 0,105 g katalizatora, którego zawartość w mieszaninie reakcyjnej wynosiła 0,5% wag. Reakcję prowadzono w temperaturze 130°C, w czasie 240 minut, przy przepływie tlenu 40 ml/min. i przy szybkości mieszania 500 obr./min. Mieszaninę poreakcyjną oddzielano od katalizatora na wirówce laboratoryjnej.

Następnie, w celu przygotowania próbki do analizy ilościowej, mieszaninę poreakcyjną w ilości około 0,250 g rozcieńczano w 0,750 g acetonu. Analizę jakościową i ilościową mieszanin poreakcyjnych wykonywano metodą chromatografii gazowej (GC) aparatem FOCUS firmy Thermo z kolumną RTX-1701, wyposażonym w detektor płomieniowo-jonizacyjny. Warunki prowadzenia analiz były następujące: izotermicznie w temp. 50°C przez 2 minuty, wzrost temperatury z szybkością 6°C/min do 120°C, izotermicznie w temp. 120°C przez 4 minuty, następnie wzrost temperatury z szybkością 15°C/min do 240°C, temperatura dozownika 200°C, a przepływ gazu nośnego 1,2 ml/min. Analiza ilościowa prowadzona była z wykorzystaniem metody normalizacji wewnętrznej.

Dla każdej z przeprowadzonych syntez sporządzono bilans masowy, uwzględniający takie funkcje procesu jak: konwersja α -pinenu oraz selektywności odpowiednich produktów. W badanych warunkach uzyskano następujące wartości selektywności głównych produktów: tlenek α -pinenu 3% mol, werbenol 18% mol, werbenon 16% mol, myrtenal 4% mol, myrtenol 2% mol, a konwersja α -pinenu wyniosła 36% mol.

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób otrzymywania katalizatora tytanowo-silikatowego otrzymanego z wykorzystaniem templatów, polegający na umieszczeniu 8,089 g surfaktantu Pluronic P123, 168,880 g wody dejonizowanej i 4,7 cm³ kwasu solnego o stężeniu 35% w szklanym reaktorze znajdującym się w łaźni olejowej o temperaturze 35°C, zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną oraz mieszadło mechaniczne, a następnie mieszaniu zawartości reaktora do uzyskania klarownego roztworu, po czym dodaniu do roztworu mieszaniny 17,522 g o-krzemianu tetraetylu i 0,808 g o-tytanianu tetraizopropylu oraz 13,3 g templatów pochodzenia naturalnego i mieszaniu zawartości reaktora przez 24 godziny, następnie pozostawieniu zawartości reaktora na kolejne 24 godziny, po czym odsączeniu otrzymanego osadu i przemyciu go wodą dejonizowaną, suszeniu go w temperaturze 100°C przez 24 godziny, a następnie kalcynowaniu w 550°C przez 5 godzin, otrzymując katalizator tytanowo-silikatowy **znamienny tym**, że jako templat pochodzenia naturalnego stosuje się odpadowe skórki pomarańczy, przy czym stosuje się ciecz:odpadowe skórki pomarańczy w stosunku masowym 15:1, natomiast odpadowe skórki pomarańczy przed dodaniem do reaktora poddaje się suszeniu na powietrzu, a następnie mieli się z dodatkiem wrzącej wody, po czym po odsączeniu poddaje je się suszeniu w temperaturze 100°C, następnie otrzymuje się katalizator tytanowo-silikatowy o zawartości tytanu w ilości 3,465% wagowych.