

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : MRG4980037

ชื่อโครงการ : การพัฒนาวิธีการสังเคราะห์โลหะออกไซด์จำพวก MAI_2O_4 และ MTi_2O_5

ชื่อนักวิจัย : จงกล จารุกัทรการ ปณณพัฒน์ โชคมงคลทรัพย์ และ มนัส พรหมโคตร

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล

E-mail Address : scjip@mahidol.ac.th

ระยะเวลาโครงการ : 1 กรกฎาคม 2549 – 30 มิถุนายน 2551 (2 ปี)

ทั้งอลูมินาและแมกนีเซียได้ถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรม เป็นทั้งตัวเร่งปฏิกิริยา, ตัวรองรับสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา และตัวดูดซับ อลูมินามีคุณสมบัติป็นได้ทั้งกรดและเบส ในขณะที่แมกนีเซียมีคุณสมบัติเป็นเบส อลูมิเนียม-แมกนีเซียผสมออกไซด์จึงมีความน่าสนใจในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยากรด-เบส นอกจากนี้ วัสดุที่มีความพรุนสูงมีความสำคัญในการเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากเพิ่มประสิทธิภาพในการแพร่ผ่านของสารที่เข้ามาทำปฏิกิริยากับพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา และถ้ายังมีพื้นผิวที่สูงทำให้สามารถเพิ่มการสัมผัสของสารได้มากยิ่งขึ้นด้วย Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) เป็น structure-directing agent ที่นิยมใช้สำหรับการสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุน ในงานวิจัยนี้ได้ใช้ aluminum isopropoxide และ magnesium nitrate เป็นสารตั้งต้นผสมกับ CTAB ในสภาวะที่เป็นกรด เพื่อเตรียมอลูมินา แมกนีเซีย และอลูมิเนียม-แมกนีเซียผสมออกไซด์ และเปรียบเทียบคุณสมบัติของสารที่เตรียมได้ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นตัวอย่างออกไซด์ที่ได้มานำไปโดปด้วย KI หรือ KNO_3 เพื่อเพิ่มความเป็นเบส เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สารที่สังเคราะห์ได้ได้แก่ PXRD, IR, DTA-TGA, TEM, N_2 adsorption-desorption measurement, XRF และ acid-base strength measurement สารทุกตัวอย่างได้ถูกนำไปทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาทรานสเอสเทอริฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส สำหรับร้อยละของผลิตภัณฑ์สามารถหาได้โดยใช้เทคนิค ^1H NMR โดยเฟสของอลูมิเนียม-แมกนีเซียผสม ออกไซด์เป็นเฟสผสมของ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ และ periclase (MgO) หรือเฟสผสมของ hydroticite ($\text{Mg}_6\text{Al}_2\text{CO}_3(\text{OH})_{16}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และ periclase ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนของอลูมิเนียมและแมกนีเซีย อลูมิเนียม-แมกนีเซียผสมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างรูพรุนในลักษณะของ mesoporous และมีพื้นที่ผิวแบบ BET อยู่ในช่วง $96\text{--}266\text{ m}^2\text{g}^{-1}$ อลูมิเนียม-แมกนีเซียผสมออกไซด์ที่อัตราส่วนโดยโมลของอลูมิเนียมต่อแมกนีเซียเท่ากับ 1:4 และโดปด้วย KI จะมีความแรงของเบสอยู่ในช่วง $9.8 \leq \text{pK}_{\text{BH}^+} \leq 15$ และมีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาทรานสเอสเทอริฟิเคชันสูงสุด ในการศึกษาครั้งนี้ โดยให้ร้อยละผลิตภัณฑ์สูงถึงร้อยละ 90 ภายหลังจากการเร่งปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง

คำหลัก : วัสดุรูพรุน, ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์, ปฏิกิริยาทรานสเอสเทอริฟิเคชัน

Abstract

Project Code : MRG4980037

Project Title : Thermolytic Molecular Precursor Route to Mixed-Metal Oxides of the Types MAl_2O_4 and MTi_2O_5

Investigator : Jonggol Jarupatrakorn, Pannapat Chotmongkolsap and Manat Pohmakotr

Department of Chemistry, Faculty of Science, Mahidol University

E-mail Address : scjip@mahidol.ac.th

Project Period : 1 July 2006 – 30 Jun 2008 (2 yr)

Both alumina (Al_2O_3) and magnesia (MgO) are commonly used in the chemical industry as catalysts, catalyst supports, and adsorbents. Since alumina is amphoteric while magnesia is basic, the Al-Mg mixed oxides are interesting as bifunctional acid-base catalysts. Moreover, porous materials are important for catalytic reaction because the diffusion property of these materials enhances interaction between the substrates and the surface of the materials due to higher surface area and greater accessibility of the pores. Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) is one of the structure-directing agents for synthesizing several porous materials. In this work, alumina, magnesia and Al-Mg mixed oxides were prepared from aluminum isopropoxide and magnesium nitrate in the presence of CTAB in an acidic media to compare their properties as catalysts. The oxide samples were also doped with KI or KNO_3 to increase the base strength. The synthesized materials were characterized by PXRD, IR, DTA-TGA, TEM, N_2 adsorption-desorption measurement, XRF, and acid-base strength measurement. All samples were tested for activities in transesterification of soybean oil with methanol at 80°C . Percentage yields of fatty acid methyl ester (FAME) were characterized by ^1H NMR. The phases of the Al-Mg mixed oxides are the mixture of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ and periclase (MgO) or the mixture of hydrotalcite ($\text{Mg}_6\text{Al}_2\text{CO}_3(\text{OH})_{16}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) and periclase depending on the Al:Mg ratio. The Al-Mg mixed oxides have mesoporous structure with surface areas of $96\text{-}266\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$. The calcined KI doped Al-Mg mixed oxide at Al:Mg ratio of 1:4 has base strength in the range of $9.8 \leq \text{pK}_{\text{BH}^+} \leq 15$ and has the highest catalytic activity in transesterification of approximately 90 % yield of FAME after 8 h. This suggest that of the catalyst tested the calcined KI doped Al-Mg mixed oxide at Al:Mg ratio of 1:4 is the most efficient catalyst for use in biodiesel production.

Keywords : Mesoporous material, Heterogeneous catalyst, transesterification