ไดเมอไรเซชันของเมทิลโอเลเอตโดยใช้เคลย์ในประเทศไทยเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

นายวสันต์ ดำดวน

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2546

ISBN 974-17-4760-8

DIMERIZATION OF METHYL OLEATE USING THAI CLAYS AS CATALYST

Mr. Wasan Damduan

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2003

ISBN 974-17-4760-8

Thesis title	: DIMERIZATION OF METHYL OLEATE USING THAI CLAY AS CATALYST
By	: Mr. Wasan Damduan
Field of Study	: Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor	: Associate Professor Amorn Petsom, Ph. D.

Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

.....Dean of Faculty of Science
(Professor Piamsak Menasveta, Ph.D.)

Thesis Committee

.....Chairman
(Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)

.....Thesis Advisor
(Associate Professor Amorn Petsom, Ph.D.)

.....Member
(Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)

.....Member
(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.)

.....Member
(Thumnoon Nhujak, Ph.D.)

วสันต์ ดำดวน : ไดเมอไรเซชันของเมทิลโอเลเอตโดยใช้เคลย์ในประเทศไทยเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (DIMERIZATION OF METHYL OLEATE USING THAI CLAYS AS CATALYST) อาจารย์ที่ปรึกษา : รศ. ดร. อมร เพชรสม, 110 หน้า, ISBN 974-17-4760-8

ได้ศึกษาการเกิดไดเมอไรเซชันของเมทิลโอเลเอต โดยใช้ดินในประเทศไทย 3 ชนิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ แทลคัม ดินขาว และ บอลเคลย์ ที่ผ่านการปรับสภาพดินด้วยกรด โดยภาวะที่เหมาะสมในการเกิดไดเมอไรเซชันของเมทิลโอเลเอต คือ ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ปริมาณดิน 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าแทลคัมให้ค่าประสิทธิภาพในการเกิดไดเมอร์แบบพันธะคาร์บอนกับคาร์บอน (17.20 เปอร์เซ็นต์) ดีกว่าดินชนิดอื่น พิสูจน์เอกลักษณ์ไดเมอร์ที่ได้โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี ได้แก่ อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี นิวเคลียร์แมกเนทิกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี และเมทริกซ์เอสซิสเตตเลเซอร์ดีซอร์พชันไอออไนเซชันแมสสเปกโทรเมทรี อย่างไรก็ตามความสามารถในการเกิดไดเมอร์ยังน้อยอยู่ จึงได้ทำการศึกษาการเกิดไดเมอไรเซชันของเมทิลโอเลเอตโดยใช้โคบอลต์แนฟทีเนต และ เทอเชียรีบิวทิลไฮโดรเปอร์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วม โดยภาวะที่เหมาะสมในการเกิดไดเมอไรเซชันของ เมทิลโอเลเอต คือ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ปริมาณดิน 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เทอเชียรีบิวทิลไฮโดรเปอร์ออกไซด์ 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ โคบอลต์แนฟทีเนต 0.05 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าค่าการเกิดไดเมอร์แบบพันธะคาร์บอนกับคาร์บอน (35.28 เปอร์เซ็นต์) เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับการใช้ดินเพียงชนิดเดียว (17.20 เปอร์เซ็นต์)

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต วสันต์ ดำดวน

ปีการศึกษา 2546 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

4472398123: MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORDS: DIMERIZATION/ METHYL OLEATE/ CLAY, COBALT NAPHTHENATE, *tert*-BUTYLHYDROPEROXIDE

WASAN DAMDUAN : DIMERIZATION OF METHYL OLEATE USING THAI CLAYS AS CATALYST. THESIS ADVISOR : ASSOCIATE PROFESSOR AMORN PETSOM, Ph. D., 110 pp. ISBN 974-17-4760-8

Three types of Thai clays, namely talcum, china and ball clay were used as catalyst for the dimerization of methyl oleate. The efficiencies of acid activated clays for dimer formation were investigated. The suitable condition for dimerization of methyl oleate was obtained at 250 ^{0}C, 4 hours and 25 %wt clay. Talcum showed higher carbon-carbon linked dimer formation (17.20%) than did other clays. The synthesized dimers were identified by spectroscopic techniques, such as infrared spectroscopy, nuclear magnetic resonance spectroscopy and matrix-assisted laser desorption ionization mass spectrometry. However, its dimerization capacity was not good. Therefore, dimerization of methyl oleate using cobalt naphthenate and *tert*-butylhydroperoxide as cocatalyst was studied. The suitable condition for dimerization of methyl oleate was observed at 60 ^{0}C, 24 hours, 15%wt clay, 1.5%wt *tert*-butylhydroperoxide and 0.05%wt cobalt naphthenate. It was found that carbon-carbon linked dimer formation (35.28%) was better than those using clay alone (17.20%).

Field of study Petrochemistry and Polymer Science Student's signature Wasan Damduan

Academic year 2003 Advisor's signature

ACKNOWLEDGEMENTS

I wish to express my deepest gratitude and appreciation to my advisor, Associate Professor Dr. Amorn Petsom, for his valuable instruction, concern, and encouragement throughout this study. I am grateful to Professor Dr. Sophon Roengsumran for his kind instruction, valuable advice, and support.

In addition, I am also grateful to the chairman and members of the thesis committee for their valuable suggestions and comments.

I am also obliged to the Graduate School of Chulalongkorn University and the Program of Petrochemistry and Polymer Science for their financial supports throughout this research.

The special thanks are given to Miss Kanjana Patprasit for her comments and suggestion on this thesis and everything that was helpful.

Finally, I am very appreciated to my family and my good friends whose names are not mentioned here for their love, assistance and encouragement throughout his entire education. Without them, I would have never been able to achieve this goal.

CONTENTS

CONTENTS (continued)

PAGE

CONTENTS (continued)

PAGE

CONTENTS (continued)

PAGE

CONTENTS (continued)

PAGE

LIST OF TABLES

TABLE **PAGE**

LIST OF TABLES(continued)

TABLE **PAGE**

LIST OF TABLES(continued)

TABLE **PAGE**

LIST OF FIGURES

LIST OF FIGURES (continued)

FIGURE **PAGE**

LIST OF FIGURES (continued)

FIGURE **PAGE**

LIST OF FIGURES (continued)

FIGURE **PAGE**

LIST OF ABBREVIATIONS AND SYMBOLS

^{13}C-NMR	Carbon-13 Nuclear Magnetic Resonance
^{1}H-NMR	Proton Nuclear Magnetic Resonance
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectrophotometer
XRD	X-ray Powder Diffractrometer
°C	Degree Celsius
$CDCl_3$	Deuterochloroform
ml	milliliter (s)
mg	milligram (s)
min	minute (s)
cm^{-1}	Unit of wave number
%wt	weight percent
%yield	yield percent
MALDI	Matrix-Assisted Laser Desorption Ionization
TOF	Time of Flight
TLC	Thin Layer Chromatography
R*f*	Retardation factor Chromatography
δ	Chemical shift
MS	Mass spectrometry
m/z	mass to charge ratio
TBHP	*tert*-Butyl hydroperoxide
w/v	Weight by volume