บทที่ 5
สรุปผลการทดลอง

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา HTC-as ปรากฏโครงผลึกแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Mg-Al LDH) เมื่อทำการเผา HTC-as ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส (HTC-350) จะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคจาก Mg-Al LDH เป็นออกไซด์ผสมของ Mg-Al และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาเป็น 500 องศาเซลเซียส (HTC-500) ทำให้สมบัติความเป็นเบส พื้นที่ผิวจำเพาะ และความพรุนมากที่สุด

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา KF/HTC-500 โดยใช้โพแทสเซียมฟลูออไรด์บนตัวรองรับ HTC-500 ปรากฏโครงผลึกเป็น Mg-Al LDH อีกครั้ง แสดงว่าเกิดการคืนโครงสร้าง (memory effect) และปรากฏตำแหน่งเบสเพิ่มจากเดิม 3 ชนิด ได้แก่ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ $KMgF_3$ และฟลูออไรด์ ส่งผลให้ความเป็นเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น เมื่อทำการเผา KF/HTC-500 ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส จะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคจาก Mg-Al LDH เป็นออกไซด์ผสมของ Mg-Al เช่นเดียวกับ HTC-as โดยการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (KF/HTC-500(500)) ปรากฏตำแหน่งเบส ได้แก่ ออกไซด์ผสมของ Mg-Al โพแทสเซียมออกไซด์ $KMgF_3$ ออกไซด์ และฟลูออไรด์ ซึ่งแสดงสมบัติความเป็นเบสสูง รวมทั้งมีพื้นที่ผิวจำเพาะและความพรุนสูง

การสังเคราะห์ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธุ์ ได้แก่ โซเดียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมเมทอกไซด์ และโพแทสเซียมฟลูออไรด์ ทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงที่ทำให้เกิดสบู่ขึ้นในผลิตภัณฑ์ แต่การใช้โพแทสเซียมฟลูออไรด์ เกิดสบู่น้อยสุดและให้การเปลี่ยนเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันและไตรเอสเทอร์มากที่สุด ขณะที่การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ ได้แก่ แคลเซียมไฮดรอกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ HTC-500 และ KF/HTC-500(500) ไม่ทำให้เกิดสบู่ขึ้นในผลิตภัณฑ์ โดย KF/HTC-500(500) ให้การเปลี่ยนเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันและไตรเอสเทอร์มากที่สุด

การศึกษาภาวะในการสังเคราะห์ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KF/HTC-500(500) พบว่า การเพิ่มอุณหภูมิในช่วง 130-170 องศาเซลเซียส ส่งผลให้การเปลี่ยนเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันและผลได้ของไตรเอสเทอร์เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ โดยอุณหภูมิที่เหมาะสมคือ 170 องศาเซลเซียส การเพิ่มสัดส่วนโดยโมลของ FAME ต่อ TMP ในช่วง 3.5:1 – 6:1 ช่วยให้ปฏิกิริยาเกิดไปข้างหน้าได้ดีขึ้น และให้ไตรเอสเทอร์เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามพบว่าเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันจะเหลือในผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้น จึงส่งผลเสียในการเพิ่มขั้นตอนหากต้องมีการกำจัดเมทิลเอสเทอร์ออก โดยสัดส่วนโดยโมลของ FAME ต่อ TMP ที่เหมาะสมอยู่ที่ 3.5:1 การเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาในช่วง 1-10 %โดยมวล ทำให้การเปลี่ยนเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันและผลได้ของไตรเอสเทอร์เพิ่มขึ้น โดยปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมอยู่ที่ 5 %โดยมวล และการลดความดันในช่วง 500-1000 มิลลิบาร์ ช่วยปรับระบบเข้าสู่สมดุลได้ไวขึ้น แต่ไม่ส่งผลให้การเปลี่ยนเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันและผลได้ของไตรเอสเทอร์ โดยความดันที่เหมาะสมคือ 1000 มิลลิบาร์ ดังนั้น ภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ภาวะที่เหมาะในการสังเคราะห์ C_8-C_{10} ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์และ C_{12}-C_{14} ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์คือ สัดส่วนโดยโมลของ FAME ต่อ TMP เท่ากับ 3.5:1, ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา KF/HTC-500(500) เท่ากับ 5% โดยมวล, อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส, เวลา

2263379310

ในการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง และภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยการสังเคราะห์ C_8-C_{10} ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ ให้การเปลี่ยนเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน C_8-C_{10} เท่ากับ 99.9% โดยมวล และผลได้ของไตรเอสเทอร์เท่ากับ 83% โดยมวล ขณะที่การสังเคราะห์ C_{12}-C_{14} ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ให้การเปลี่ยนเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน C_{12}-C_{14} เท่ากับ 99.9% โดยมวล และผลได้ของไตรเอสเทอร์เท่ากับ 81% โดยมวล

การนำ KF/HTC-500(500) มาใช้ใหม่ยังคงปรากฏวัฏภาคส่วนใหญ่เป็น ออกไซด์ผสมของ Mg-Al อยู่ และพบโครงผลึกของ Mg-Al LDH เกิดขึ้นบางส่วน ขณะที่ $KMgF_3$ และ K_2O ลดลง ส่งผลให้การเปลี่ยนเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันและผลได้ของไตรเอสเทอร์ลดลง นอกจากนี้พบผลิตภัณฑ์ในกลุ่ม มอนอเอสเทอร์ ไดเอสเทอร์ และไตรเอสเทอร์ เกิดการแทรกสอดในช่องว่างระหว่างชั้นของ Mg-Al LDH

ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาผลของความดันในการสังเคราะห์ไตรเมทิลอลโพรเพนเพิ่มเติม เพื่อหาปัจจัยที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนสีของผลิตภัณฑ์

2. ศึกษาผลของชนิดเมทิลเอสเทอร์ โดยอาจใช้เมทิลเอสเทอร์ที่มีขนาดโมเลกุลใหญ่ขึ้น ได้แก่ เมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน C_{16}-C_{18} หรือเมทิลเอสเทอร์ 100 (B100)

3. ศึกษาสมบัติทางกายภาพของผลิตภัณฑ์ที่ได้ เช่น ความหนืด ดัชนีความหนืด จุดวาบไฟ เสถียรภาพทางความร้อน และ จุดไหลเท

2283379310