

POSUDEK DIPLOMOVÉ PRÁCE

STUDIUM Ca - Al SMĚSNÝCH OXIDŮ PRO PŘÍPRAVU METHYLESTERŮ Z ROSTLINNÝCH OLEJŮ

dipломant: Bc. Veronika Šnajdrová

oponent: Doc.Ing.Jaroslav Machek CSc

Předložená diplomová práce se zabývá přípravou Ca - Al - O katalyzátorů vhodných pro transesterifikaci rostlinných olejů (řepkový olej) na methylestery vyšších mastných kyselin. Po důkladné a pečlivé rešerši se věnuje přípravě 7 směsných katalyzátorů a to dvou o mol. poměru Ca/Al = 3 a pěti o mol poměru = 2. Uvedené katalyzátory připravovala dvěma způsoby a to srážením z roztoků $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ a $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ při konst. pH (Ca/Al = 3) a druhý způsob bylo srážení pomocí titrační metody, kdy do roztoku NaOH byly přidávány roztoky dusičnanů Ca a Al (Ca/Al = 2). Získané vzorky byly potom kalcinovány při 120, 450 a 650°C. Cílem bylo připravit hydrocalumity, které jsou v literatuře popsány jako nadějně katalyzátory uvedené reakce. Vzorky byly podrobeny

XRD(rentgenová difrakční analýza), TPD(teplotně programovaná desorpce), TG(termogravimetrie) a SEM(skenovací elektronová mikroskopie) analýze. Vzorky o mol. poměru Ca/Al =3 ale při XRD analýze neprokázaly přítomnost hydrocalumitu a nebyly dále zkoumány.

Použití Ca-Al směsných oxidů jako heterogenních katalyzátorů při transesterifikaci olejů je poměrně novum, neboť ve většině případů se v technologiích přípravy methylesterů vyšších mastných kyselin(bionafta) používají homogenní katalyzátory a to zejména methanolvý roztok KOH. Vzorky o mol. poměru Ca/Al =2 potom použila při této reakci ve vsádkovém reaktoru. Na katalyzátoru žíhaném na 450°C byla konverze oleje 35%, ale na katalyzátoru žíhaném na 650°C(kdy již docházelo ke tvorbě Ca-Al oxidů) již 91%. Zajímavý je poznatek, že při použití bezvodého řepkového oleje(potravinový řepkový olej) a bezvodého CH₃OH konverze dosahuje 98%. Práce je napsaná pěkně a přehledně, nicméně mám tyto připomínky:

- 1) Jaký je rozdíl mezi vzorkem L517 L583? U obou je poměr Ca/Al =2 a jsou kalcinovány při 650°C.
- 2)Na jakém zařízení byly prováděny TPD a TG? Jak byly detekovány desorbující plyny a při TG jak byly určovány nepatrné hmotnostní úbytky okolo 1-2 mg?
- 3) K určování složení výsledné reakční směsi byl použit GC - Schimadzu s kapilární kolonou, FID detektorem a He jako nosným plynem. Ale není vůbec uvedeno, jak byly identifikovány píky mono-triglyceridů, methylesterů kys. palmitové, olejové a dalších a jaký je pík glycerolu. Jaká je přesnost analýzy(rel%)? Není provedena diskuze tvaru píků, retenčních časů a hlavně způsob kvantitativní analýzy. Byly použity standardy? A jaké?

I přes uvedené výhrady je práce jinak kvalitní, na poměrně nové
téma a doporučuji ji k obhajobě a navrhuji známku

VÝBORNĚ - VELMI DOBŘE

v Pardubicích 20.5.2014


Doc.Ing. Jaroslav Machek CSc