MICROEMULSION BASED RESIDUAL OIL RECOVERY FOR SPENT BLEACHING EARTH FROM BIODIESEL PRODUCTION

Ratiprach Aiamthongkham

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with
The University of Michigan, The University of Oklahoma,
Case Western Reserve University, and Institut Français du Pétrole
2015

I28368836

Thesis Title: Microemulsion based Residual Oil Recovery for Spent Bleaching Earth from Biodiesel Production

By: Ratiprach Aiamthongkham

Program: Petrochemical Technology

Thesis Advisor: Dr. Ampira Charoensaeng

Accepted by The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfillment of the requirements for the Degree of Master of Science.

.... College Dean

(Asst. Prof. Pomthong Malakul)

Thesis Committee:

....

(Dr. Ampira Charoensaeng)

....

(Asst. Prof. Apanee Luengnaruemitchai)

....

(Dr. Chaowalit Senanurakworakul)

580043

ABSTRACT

5671029063: Petrochemical Technology

Ratiprach Aiamthongkham: Microemulsion based Residual Oil Recovery for Spent Bleaching Earth from Biodiesel Production.

Thesis Advisor: Dr. Ampira Charoensaeng 101 pp.

Keywords: Spent bleaching earth/ Residual oil/ Extraction/ Microemulsion

Spent bleaching earth (SBE), an industrial solid waste generated at bleaching process of vegetable oil refinery, usually recovers oil retained in SBE through solvent extraction which can lead to environmental impact and high cost of disposal. Consequently, this work investigated the use of microemulsion extraction technique to extract residual oil adsorbed on SBE. The most important criterion of this method is the ability of lowering interfacial tension (IFT) between oil and aqueous surfactant solution in order to liberate oil from SBE. The surfactant systems with different structure (anionic extended and nonionic ethoxylated surfactant) were selected to formulate middle phase microemulsion (Winsor type III) with crude palm oil. In the oil extraction, the predetermined optimum formulations were selected to study the effect of extraction parameters based on total oil extraction efficiency. In addition, the extracted oil qualities were evaluated. The result showed that $C_{12,13}$-$(PO)_4$-SO_4Na and $C_{12,13}$-$(PO)_8$-SO_4Na produced an ultralow IFT (<0.1 mN/m) with crude palm oil whereas $C_{12,14}$-$(EO)_3$-OH and $C_{12,14}$-$(EO)_9$-OH were not observed due to limited temperature. The $C_{12,13}$-$(PO)_8$-SO_4Na system provided the highest of total oil extraction efficiency (25%) at the optimum surfactant concentration of 1wt.% with 2.5 wt.% NaCl at stirring 1000 rpm, using solid to liquid ratio (g/ml) of 2/15 and contact time 20 min. Microemulsion technology could not replaced a solvent technique due to the interactions between surfactant and waxy solid in vegetable oil is limited compared to that of vegetable oil in liquid form. However, the extracted oil obtained aqueous microemulsion based extraction had superior oil quality in terms of low free fatty acid.

บทคัดย่อ

รติปรัชญ์ เอี่ยมทองคำ : การสกัดน้ำมันที่เหลืออยู่บนดินฟอกสีใช้แล้วจากกระบวนการผลิตน้ำมันดีเซลด้วยวิธีไมโครอิมัลชัน (Microemulsion based Residual Oil Recovery for Spent Bleaching Earth from Biodiesel Production) อ. ที่ปรึกษา : ดร. อัมพิรา เจริญแสง 101 หน้า

ดินฟอกสีที่ผ่านกระบวนการฟอกสีในอุตสาหกรรมการกลั่นน้ำมันพืชกลายเป็นของเสียที่ส่งผลต่อสิ่งแวดล้อมและค่าใช้จ่ายในการกำจัด โดยทั่วไปน้ำมันที่เหลืออยู่บนผิวของดินฟอกสีใช้แล้วจะถูกสกัดด้วยตัวทำละลาย ซึ่งเป็นสารระเหยง่ายมีความอันตรายต่อร่างกายและสิ่งแวดล้อม ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงพิจารณาการสกัดด้วยวิธีไมโครอิมัลชัน หลักการสำคัญของวิธีการนี้คือการลดแรงตึงผิวระหว่างวัฏภาคน้ำและวัฏภาคน้ำมัน เป็นผลให้อนุภาคน้ำมันหลุดออกจากผิวของดินฟอกสีใช้แล้ว สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการศึกษานี้ประกอบด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีโครงสร้างแตกต่างกัน (สารลดแรงตึงผิวที่มีประจุลบและไม่มีประจุ) เพื่อศึกษาการเกิดสภาวะไมโครอิมัลชันประเภทที่สาม (Winsor type III) กับน้ำมันปาล์มดิบ หลังจากนั้นสูตรสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมจะนำไปศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการสกัดน้ำมัน นอกจากนี้มีการเปรียบเทียบคุณภาพของน้ำมันที่สกัดได้จากวิธีไมโครอิมัลชันและสกัดด้วยตัวทำละลาย ผลการศึกษาพบว่าสารลดแรงตึงผิว $C_{12,13}H_{25,27}$-(PO)$_4$-SO_4Na และ $C_{12,13}H_{25,27}$-(PO)$_8$-SO_4Na สามารถลดแรงตึงผิวระหว่างสารละลายลดแรงตึงผิวและน้ำมันปาล์มดิบได้ต่ำกว่า 0.1 มิลลินิวตันต่อเมตร ในขณะที่ $C_{12,14}H_{25,29}$-(EO)$_3$-OH และ $C_{12,14}H_{25,29}$-(EO)$_9$-OH ไม่สามารถลดแรงตึงผิวได้ต่ำ เนื่องจากข้อจำกัดของอุณหภูมิระบบ สารลดแรงตึงผิว $C_{12,13}H_{25,27}$-(PO)$_8$-SO_4Na มีประสิทธิภาพในการสกัดสูงที่สุด (ร้อยละ 25) โดยใช้ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวและเกลือ ร้อยละ 1 และ 2.5 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ด้วยแรงหมุน 1,000 รอบต่อนาที ใช้อัตราส่วนของน้ำหนักดินฟอกสีใช้แล้วต่อปริมาตรของสารลดแรงตึงผิว (2 ต่อ 15) และเวลาในการสกัด 20 นาที นอกจากนี้การสกัดด้วยวิธีไมโครอิมัลชันไม่สามารถทดแทนการสกัดด้วยตัวทำละลายได้ แต่อย่างไรก็ตามคุณภาพของน้ำมันที่สกัดได้จากวิธีไมโครอิมัลชันดีกว่าน้ำมันที่สกัดได้จากตัวทำละลายในแง่ของกรดไขมันอิสระมีปริมาณต่ำกว่า

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to take this opportunity to express my appreciation for those who have been significantly influential and responsible for my achievement in order to complete this thesis.

This research work could not be completed without the assistance and supports of following individuals and organizations.

Firstly, I would like to express my gratitude to my advisor, Dr. Ampira Charoensaeng who had always cared and paid attention to my research work since the beginning, giving valuable suggestions, attentive encouragement, beneficial recommendations and all the helpful supports in my research work.

Secondly, I also would like to thank to the thesis committees, Asst. Prof. Apanee Luengnaruemitchai and Dr. Chaowalit Senanurakworakul for their important suggestions and recommendations in my research work.

Special appreciation is given to Department of Environmental Engineering, Faculty of Engineering, Chulalongkorn University for helpful equipment supports and all useful suggestions.

Unforgettably, appreciation is forward to all staff members at The Petroleum and Petrochemical College who have provided helpful assistance and many useful technical supports.

Finally, I am grateful for the partial scholarship and partial funding of the thesis work provided by The Petroleum and Petrochemical College. This research was partially supported by The Ratchadapisek Sompoch Endowment Fund (2013), Chulalongkorn University (CU-56-900-FC) and Thailand Research Fund (IRG5780012).

TABLE OF CONTENTS

LIST OF TABLES

TABLE **PAGE**

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
4.5	Relation between surface tension and $C_{12,14}H_{25,29}$–$(EO)_3$–OH concentration (log).	37
4.6	Microemulsion phase behavior of $C_{12,13}H_{25,27}$–$(PO)_4$–SO_4Na systems as a function of salt concentration (wt%) at 30 ± 2 °C.	39
4.7	Microemulsion phase behavior of $C_{12,13}H_{25,27}$–$(PO)_8$–SO_4Na systems as a function of salt concentration (wt%) at 30 ± 2 °C.	39
4.8	Laser light through (a) distillated water (b) crude palm oil.	40
4.9	Fish diagram.	41
4.10	Microemulsion phase behavior of $C_{12,13}H_{25,27}$–$(PO)_4$–SO_4Na systems as a function of surfactant concentration (wt%) at 30 ± 2 °C.	42
4.11	Microemulsion phase behavior of $C_{12,13}H_{25,27}$–$(PO)_8$–SO_4Na systems as a function of surfactant concentration (wt%) at 30 ± 2 ° C.	42
4.12	Laser light beam through (a) oil phase (b) yellow transparent phase (c) bottom phase of 0.8% of $C_{12,13}H_{25,27}$–$(PO)_4$–SO_4Na system.	43
4.13	Microemulsion phase behavior of $C_{12,14}H_{25,29}$–$(EO)_3$–OH systems as a function of surfactant concentration (wt%) at 30 ± 2 °C.	44
4.14	Microemulsion phase behavior of $C_{12,14}H_{25,29}$–$(EO)_9$–OH systems as a function of surfactant concentration (wt%) at 30 ± 2 °C.	44
4.15	Dynamic IFT versus salt concentration at anionic extended surfactant concentration of 0.5 wt% at 25 ± 2 °C.	46