

ของเสียที่เกิดจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน โดยใช้  
กรดซัลฟิวริกและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

นายนราวุฒิ ทองเพิ่ม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี  
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2550  
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

WASTE FROM BIODIESEL PRODUCTION BY TRANSESTERIFICATION  
USING SULFURIC ACID AND POTASSIUM HYDROXIDE AS  
CATALYSTS

Mr.Narawut Thongphoem

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Engineering Program in Chemical Engineering  
Department of Chemical Engineering  
Faculty of Engineering  
Chulalongkorn University  
Academic Year 2007  
Copyright of Chulalongkorn University

501319



นราวุฒิ ทองเพิ่ม : ของเสียที่เกิดจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน โดยใช้กรดซัลฟิวริกและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา. (WASTE FROM BIODIESEL PRODUCTION BY TRANSESTERIFICATION USING SULFURIC ACID AND POTASSIUM HYDROXIDE AS CATALYSTS) อ.ที่ปรึกษา: อ.ดร.เจดศักดิ์ ไชยคุนา, 84 หน้า.

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาถึงของเสียที่เกิดจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มชนิดต่างๆ และเมทานอล ทำการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ ที่ความดันบรรยากาศโดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 60-65 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง โดยใช้กรดซัลฟิวริกและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เป็นร้อยละ 0.5 และร้อยละ 1 ของน้ำหนักน้ำมัน และใช้อัตราส่วนระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 6 ต่อ 1 เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาผลิตภัณฑ์ถูกทิ้งไว้ในกรวยแยกเพื่อทำการแยกชั้นของผลิตภัณฑ์ ทำการเก็บตัวอย่างของผลิตภัณฑ์แต่ละชั้นเพื่อวิเคราะห์ปริมาณของของเสีย และปริมาณเมทานอลที่เหลือที่กระจายอยู่ในแต่ละชั้นของผลิตภัณฑ์ ทำการล้างไบโอดีเซลด้วยน้ำเพื่อกำจัดตัวเร่งปฏิกิริยาและสบู่ที่ปะปนอยู่ออก จากนั้นทำการวัดปริมาณของน้ำเสียที่ออกจากกระบวนการ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา และสบู่ที่อยู่ในน้ำเสีย

ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เมทานอลที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหลือ และสบู่ มีการกระจายตัวอยู่ตามชั้นต่างๆ ของผลิตภัณฑ์ โดยส่วนใหญ่มีการกระจายตัวอยู่ในชั้นของกลีเซอรอลมากกว่าชั้นของไบโอดีเซล สบู่พบได้ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการที่ใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณของกรดไขมันอิสระที่แตกต่างกันในน้ำมันปาล์มแต่ละชนิดมีผลต่อปริมาณของสบู่ที่เกิดขึ้น องค์ประกอบของของเสียในผลิตภัณฑ์ และน้ำเสียมีปริมาณที่เพิ่มขึ้นเมื่อมีการเพิ่มปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา ขนาดของกระบวนการการผลิตไม่มีผลต่อการกระจายตัวของของเสียในผลิตภัณฑ์

ภาควิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่อนิสิต.....*นราวุฒิ*.....

สาขาวิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....*[Signature]*.....



ปีการศึกษา.....2550.....

## 4770320021 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING  
 KEY WORD: BIODIESEL / WASTE / TRANSESTERIFICATION / PALM OLEIN  
 / USED PALM OLEIN

NARAWUT THONGPHOEM : WASTE FROM BIODIESEL  
 PRODUCTION BY TRANSESTERIFICATION USING SULFURIC ACID  
 AND POTASSIUM HYDROXIDE AS CATALYSTS. THESIS ADVISOR :  
 JIRDSAK TSCHEIKUNA, Ph.D., 84 pp.

Waste from biodiesel production process by transesterification reaction of palm oils and methanol was investigated in this study. The experiments were conducted in a batch system at atmospheric pressure. Reaction temperature of 60-65°C and two hours of reaction time were used for each experiment. Potassium hydroxide and sulfuric acid were used as catalysts and the amount of catalysts were 0.5% and 1.0% weight of palm oil. The reaction was carried out at a molar ratio of methanol to oil of 6:1. The reaction products were allowed to separate into two phases after each experiment. Samples were taken from both phases and were kept for analysis to determine the amount of residue catalysts, soaps, and methanol. Biodiesel phase was further washed with water to remove its contamination. Washed water is also analyzed.

Experimental results show that unreacted methanol were dissolved in both phases of reaction products. It is found that unreacted methanol, residue catalyst, and soap dissolved in crude glycerol phase more than in crude biodiesel phase. Soap is found that in reaction products only when potassium hydroxide is used a catalyst. Different amount of free fatty acids in each type of palm oils affected with amount of soap. Amounts of waste components and washing water increase with an increase in amount of catalysts. The scale of process does not have any effect in the distribution of waste in each phase of reaction products.

Department:.....Chemical Engineering.....Student's signature:.....  
 Field of study:.....Chemical Engineering.....Advisor's signature:.....  
 Academic year:.....2007.....

## ACKNOWLEDGEMENTS

The Author would like to express his gratitude and appreciation to his advisor, Dr. Jirdsak Tscheikuna for his guidance, valuable help and supervision during this study. In addition, he is also grateful to Associate Professor Dr. Muenduen Phisalaphong, Associate Professor Dr. Sutha Khaodhiar, and Assistant Professor Dr. Varong Pavarajarn for consulting and serving as chairman and member of the thesis committee, respectively.

The author wishes to express his appreciation to Dr. Jirdsak Tscheikuna, “Verasuwan” biodiesel industry and “Patum Vegetable Oil Co, Ltd” for sample of biodiesel from industry for analyzed in this thesis.

Furthermore, many thanks go to his friends and all those who encouraged him over the years of his study.

Finally, he wishes to convey his most sincere gratitude to his parents for their encouragement and financial support throughout his study.

# CONTENT

	PAGE
ABSTRACT (ENGLISH).....	iv
ABSTRACT (THAI).....	v
ACKNOWLEDGEMENTS.....	vi
CONTENTS.....	vii
LIST OF TABLES.....	ix
LIST OF FIGURES.....	xi
CHAPTER	
I    INTRODUCTION.....	1
II   LITERATURE REVIEWS.....	3
2.1 Feedstocks in biodiesel production.....	3
2.2 Transesterification.....	5
2.3 Esterification.....	6
2.4 Saponification.....	7
2.5 Biodiesel production process.....	8
2.6 Waste from biodiesel production process.....	11
2.7 Literature Review.....	11
III  EXPERIMENTAL AND ANALYSIS TECHNIQUES.....	15
3.1 Experimental apparatus.....	15
3.2 Materials and chemical reagents.....	15
3.3 Experimental Procedures.....	16
3.4 Analysis Techniques and method.....	19
IV  RESULTS AND DISCUSSIONS.....	20
4.1 Characterization of feedstocks.....	21
4.2 Distribution of unreacted methanol and percentage of methyl esters.....	21
4.3 Effect of type and amount of catalysts in percentage of residue catalysts and soaps in reaction products and amount of waste water.....	25

CHAPTER	PAGE
4.4 Effect of types of palm oils in percentage of residue catalysts and soaps in reaction products.....	31
4.5 Comparison percentage of residue catalysts and soaps in reaction products from industrial scale and reaction products from laboratory scale.....	34
V CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS.....	38
5.1 Conclusions.....	38
5.2 Recommendations.....	38
REFERENCES.....	39
APPENDICES.....	42
APPENDIX A.....	43
APPENDIX B.....	51
APPENDIX C.....	59
VITA.....	84



## LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
3.1 Chemical reagents used in the experiments.....	16
4.1 Properties of feedstocks.....	21
4.2 Amount of reaction products and percentage of unreacted methanol in each phase of reaction products.....	22
4.3 Percentage of biodiesel in basic catalyzed process.....	23
4.4 Percentage of biodiesel in acid catalyzed process.....	24
4.5 Percentage of residue catalysts in each phase of reaction products of basic and acid catalyzed transesterification experiments.....	25
4.6 Percentage of soaps in each phase of reaction products of basic and acid catalyzed transesterification experiments.....	26
4.7 Percentage of residue catalysts in each phase of reaction products of basic catalyzed transesterification experiments.....	27
4.8 Percentage of soaps in each phase of reaction products of basic catalyzed transesterification experiments.....	28
4.9 Amounts of waste water of basic catalyzed transesterification experiments.....	29
4.10 Percentage of residue catalysts in each phase of reaction products of basic catalyzed transesterification experiments.....	30
4.11 Amounts of waste water of acid catalyzed transesterification experiments.....	31
4.12 Percentage of residue catalysts in each phase of reaction products of several types of palm oils transesterification experiments.....	32
4.13 Percentage of soaps in each phase of reaction products of several types of palm oils transesterification experiments.....	33
4.14 Comparison percentage of residue catalysts in reaction products from industrial scale process and laboratory scale process.....	35
4.15 Comparison percentage of soaps in reaction products from industrial scale process and laboratory scale process.....	35

TABLE	PAGE
4.16 Comparison percentage of residue catalysts in reaction products from industrial scale process and laboratory scale process.....	36
4.17 Comparison percentage of soaps in reaction products from industrial scale process and laboratory scale process.....	37

## LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
2.1 Simple block diagram of basic catalyzed process.....	9
2.2 Simple block diagram of acid catalyzed process.....	10
3.1 Schematic diagram of system.....	15