

**DEVELOPMENT OF SOLID CATALYST FOR
TRANSESTERIFICATION OF PALM OIL**



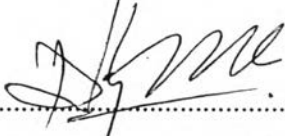
Monthian Larpanun

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment 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
2011


I 28375324

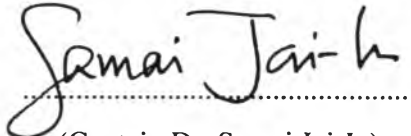
Thesis Title: Development of solid catalyst for transesterification of palm oil
By: Monthian Larpanun
Program: Petrochemical Technology
Thesis Advisors: Asst. Prof. Apanee Luengnaruemitchai
Captain Dr. Samai Jai-In

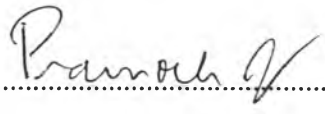
Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfilment of the requirements for the Degree of Master of Science.

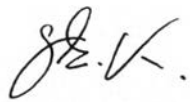

..... College Dean
(Asst. Prof. Pomthong Malakul)

Thesis Committee:


.....
(Asst. Prof. Apanee Luengnaruemitchai)


.....
(Captain Dr. Samai Jai-In)


.....
(Assoc. Prof. Pramoch Rangsunvigit)


.....
(Dr. Sarawut Kaewtathip)

บทคัดย่อ

มณฑิธร ลากอนันต์ : การพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งสำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์น้ำมันปาล์ม (Development of solid catalyst for transesterification of palm oil) อ. ที่ปรึกษา : ผศ.ดร. อาภาณี เหลืองนฤมิตชัย และ นาวาเอก ดร. สมัย ใจอินทร์ 46 หน้า

ในปัจจุบัน การผลิตไบโอดีเซลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ได้รับความนิยมเป็นอย่างมาก เนื่องจากมีข้อดีในการแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ ได้แก่ ไบโอดีเซลและ กลีเซอรอล ในงานวิจัยนี้ เป็นการศึกษาการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์รีฟิเคชันจากน้ำมันปาล์มกลั่นและเมทานอล ในเครื่องปฏิกรณ์แบบแบด โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ชนิดต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์บนมอนทอร์ลิลโลไนท์ (KOH/Montmorillonite) โดยศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา มีการกำหนดสภาวะเริ่มต้น ดังนี้ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างน้ำมันกับเมทานอลเป็น 15:1 อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่ 60 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 9 โดยน้ำหนัก (เทียบกับน้ำหนักของน้ำมันพืช) นอกจากนี้ยังศึกษาอุณหภูมิในการเผาตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย จากผลการทดลองพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ถูกเผาจะให้ปริมาณผสมเมทิลเอสเทอร์ต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่ถูกเผา นอกจากนี้ยังศึกษาการถูกชะล้างของสารประกอบสำคัญที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาและการฟื้นฟูตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้ว ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องมือและเทคนิคที่หลากหลายในการวิเคราะห์หาคุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาและปริมาณร้อยละการเกิดไบโอดีเซล

ABSTRACT

5171007063: Petrochemical Technology Program

Monthian Larpanun: Development of Solid Catalyst for
Transesterification of Palm Oil

Thesis Advisors: Asst. Prof. Apanee Luengnaruemitchai and Captain Dr.
Samai Jai-In 46 pp.

Keywords: Fatty Acid Methyl Ester/ Transesterification/ Solid Catalyst/ Batch
Reactor

Nowadays, the use of heterogeneous catalysts for biodiesel production is an attractive solution because it can be separated more easily from the reaction products (biodiesel and glycerine). In this work, KOH/Montnorillonite catalyst was used as a solid base catalyst for biodiesel production via the transesterification of refined palm oil with methanol using a batch reactor. Catalysts showed good activity at a methanol-to-oil molar ratio of 15:1, a reaction temperature of 60°C, 9 wt% of the catalyst (based on the weight of the vegetable oil). The calcination temperature was also studied in this work. The calcined catalyst, which calcined in the range of temperature of 300–600°C, provided a low activity as for comparison to uncalcined catalyst. The leaching of active components and the regeneration of the catalyst have been studied. In addition, characterizations of the prepared catalysts and the biodiesel were done using several techniques.

ACKNOWLEDGEMENTS

This thesis could not have been achieved without Asst. Prof. Apanee Luengnaruemitchai who not only served as my advisor but also encouraged and challenged me throughout this research work. I also would like to thank my co-advisor, Captain Dr. Samai Jai-In, and the thesis committee, Dr. Sarawut Kaewtathip and Assoc. Prof. Pramoch Rangsunvigit. Their dedication and support is very much appreciated.

I would like to thank my senior, Pisitpong Intarapong, for his assistance and support. I also would like to give an appreciation to all staffs of the Research Affairs for the training of analytical instruments.

I would like to take this opportunity to thanks the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University for the knowledge and the providing support during my study. Also, I would like to extend my thanks to all PPC friends for their friendly cheerfulness and encouragement.

Sincere appreciations go to my family for their support, love, and understanding all the time.

This thesis work is funded by the National Metal and Materials Technology Center, Thailand; the Petroleum and Petrochemical College; and the National Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials, Thailand.

CHAPTER	PAGE
IV RESULTS AND DISCUSSION	26
4.1 Influence of KOH Loading on Biodiesel Yield	26
4.2 Influence of Calcination Temperature on the Biodiesel Yield Content	35
4.3 Influence of Calcination Temperature on the Biodiesel Yield Content	41
4.3 Influence of Calcination Temperature on the Biodiesel Yield Content	42
V CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS	43
REFERENCES	44
CURRICULUM VITAE	46

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
2.1	Fuel properties of biodiesel and diesel fuel	6
2.2	Chemical structure of common fatty acids	8
4.1	Basic strength of difference K loading catalysts	28
4.2	Composition of montmorillonite and KOH/montmorillonite from EDS	34
4.3	Surface area, pore volume and Si/Al ratio of the catalysts	40

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
2.1	Reaction scheme for the transesterification of triglycerides with methanol	4
2.2	Formation of triglyceride	7
2.3	Effect of methanol to vegetable oil ratio on product composition for transesterification of sunflower oil	9
4.1	Influence of KOH loading on biodiesel yield	18
4.2	CO ₂ -TPD profiles the prepared catalysts: (a) Raw montmorillonite, (b) 10% K/montmorillonite, (c) 20% K/montmorillonite, (d) 25% K/montmorillonite, (e) 30% K/montmorillonite	29
4.3	XRD patterns of montmorillonite and KOH/montmorillonite catalysts: (a) Montmorillonite, (b) 5% K/montmorillonite, (c) 10% K/montmorillonite, (d) 15% K/montmorillonite, (e) 20% K/montmorillonite, (f) 25% K/montmorillonite, (g) 30% K/montmorillonite	30
4.4	SEM micrographs of montmorillonite and K/montmorillonite	31
4.5	EDS analysis of pure supports and loading catalysts	32

FIGURE	PAGE
4.6 FTIR spectra of montmorillonite and KOH/montmorillonite: (a) montmorillonite, (b) 5%K/montmorillonite, (c) 10%K/montmorillonite, (d) 15%K/montmorillonite, (e) 20%K/montmorillonite, (f) 25%K/montmorillonite, (g) 30%K/montmorillonite	35
4.7 Influence of calcination temperature on biodiesel yield.	36
4.8 Infl CO ₂ -TPD profiles of calcined catalyst and uncalcined catalyst: (a) 25%K uncalcined /montmorillonite, (b) 25%K/montmorillonite calcined at 400 °C, (c) 25%K/ montmorillonite calcined 600 °C	37
4.9 XRD patterns of 25 %K/montmorillonite uncalcined catalyst and calcined catalyst at different temperatures: (a) uncalcined 25%K/montmorillonite, (b) 25% K/montmorillonite calcined at 300 °C, (c) 25% K/montmorillonite calcined at 400 °C, (d) 25% K/montmorillonite calcined at 500 °C, (e) 25% K/montmorillonite calcined at 600 °C	38
4.10 SEM micrographs of montmorillonite and modified montmorillonite clay	39
4.11 Influence of amount of catalyst on the biodiesel yield	41
4.12 Reusability of 25%K/montmorillonite with reaction condition 9 wt%	42