

การผลิตเมธิลเอสเทอร์จากกรดไขมันปาล์มและปาล์มสเตียรีน โดยใช้กรดซัลฟิวริกและโพแทสเซียม

ไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



นางสาวตุลาพร ศรีสุพรรณศรี

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2549

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PRODUCTION OF METHYL ESTER FROM PALM FATTY ACID AND PALM
STEARIN USING SULFURIC ACID AND POTASSIUM HYDROXIDE AS
CATALYSTS

Miss Tulapom Treesutat

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 2006

Copyright of Chulalongkorn University

491718

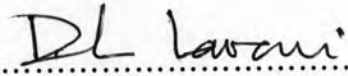
Thesis Title PRODUCTION OF METHYL ESTER FROM PALM
 FATTY ACID AND PALM STEARIN USING
 SULFURIC ACID AND POTASSIUM HYDROXIDE AS
 CATALYSTS

By Miss Tulaporn Treesutat

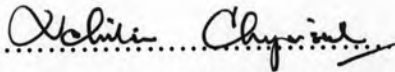
Field of study Chemical Engineering

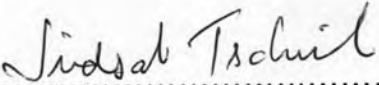
Thesis Advisor Jirdsak Tscheikuna, Ph.D.

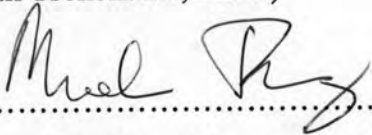
Accepted by the Faculty of Engineering Chulalongkorn University in
Partial Fulfillment of the Requirement for the Master's Degree

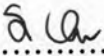
 Dean of the Faculty of Engineering
(Professor Direk Lavansiri, Ph.D.)

THESIS COMMITTEE

 Chairman
(Assistant Professor Vichitra Chongvisal, Ph.D.)

 Thesis Advisor
(Jirdsak Tscheikuna, Ph.D.)

 Member
(Assistant Professor Muenduen Phisalaphong, Ph.D.)

 Member
(Associate Professor Sutha Khaodhiar, Ph.D.)

ศุลาพร ศรีสุพรรณ : การผลิตเมธิลเอสเทอร์จากกรดไขมันปาล์มและปาล์มสเตอรินโดยใช้กรดซัลฟิวริกและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (PRODUCTION OF METHYL ESTER FROM PALM FATTY ACID AND PALM STEARIN USING SULFURIC ACID AND POTASSIUM HYDROXIDE AS CATALYSTS) อ.ที่ปรึกษา : อ.ดร.เจดศักดิ์ ไชยคณา, 75 หน้า

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการผลิตเมธิลเอสเทอร์โดยใช้กรดซัลฟิวริกและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันและปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันของกรดไขมันปาล์มและปาล์มสเตอริน การทดลองนี้เป็นการทดลองแบบกะทำที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสที่ความดันบรรยากาศ โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 0.5 และ 1 ตามน้ำหนักของน้ำมัน ปริมาณเมทานอลมากเกินพอ 2 เท่าและ 4 เท่าของกฎทรงมวล เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาคือ 1 ชั่วโมง และอัตราส่วนระหว่างกรดไขมันปาล์มต่อปาล์มสเตอรินร้อยละ 0, 25, 50, 75 และ 100

ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าสภาวะที่ดีที่สุดที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันและปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชัน โดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์และกรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา คือที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 ตามน้ำหนักของน้ำมัน และปริมาณเมทานอลมากเกินพอ 4 เท่าของกฎทรงมวล ให้ผลผลิตที่ได้เป็นเมธิลเอสเทอร์มีค่าเท่ากับร้อยละ 94.44 และ 55.73 ตามลำดับ จากการทดลองพบว่าการใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถผลิตเมธิลเอสเทอร์ได้สูงกว่าการใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และพบว่าที่อัตราส่วนระหว่างกรดไขมันปาล์มต่อปาล์มสเตอรินสูงขึ้น เมื่อใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถผลิตเมธิลเอสเทอร์ได้สูงกว่าการใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาจากร้อยละ 0.5 เป็นร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของน้ำมันและเพิ่มปริมาณเมทานอลมากเกินพอ 2 เท่าเป็น 4 เท่าของกฎทรงมวล สามารถผลิตเมธิลเอสเทอร์ได้มากขึ้น

ภาควิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่อนิสิต.....ศุลาพร ศรีสุพรรณ.....
 สาขาวิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
 ปีการศึกษา.....2549.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

4770297321 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEY WORD : METHYL ESTER / PALM FATTY ACID / PALM STEARIN /
TRANSESTERIFICATION / ESTERIFICATION / ACID CATALYST /
BASE CATALYST

TULAPORN TREESUTAT : PRODUCTION OF METHYL ESTER
FROM PALM FATTY ACID AND PALM STEARIN USING
SULFURIC ACID AND POTASSIUM HYDROXIDE AS
CATALYSTS. THESIS ADVISOR : JIRDSAK TSCHEIKUNA, Ph.D.,
75 pp.

In this study, esterification and transesterification of palm fatty acid and palm stearin with methanol using sulfuric acid and potassium hydroxide as catalysts was investigated. The reaction was carried out in batch reactor at atmospheric pressure and temperature of 60°C. The amount of catalyst used 0.5% and 1.0% by weight of oil. Excess methanol of 2 and 4 times the stoichiometric ratio were used. The reaction time was 1 hour for every experiment. The reaction was using palm fatty acid, palm stearin and mixed various concentrations of palm fatty acid in palm stearin 0, 25, 50, 75 and 100%

The results show that the optimum conditions when using potassium hydroxide and sulfuric acid as catalyst for transesterification and esterification were catalyst of 1% by weight of oil and excess methanol of 4 times the stoichiometric ratio and the reaction time of 1 hour were investigated. Methyl ester concentration of 94.44 and 55.73 wt% was obtained at this condition. The results showed that the concentration of methyl ester production from the reaction of palm stearin with potassium hydroxide was higher compared to that with sulfuric acid catalyst. Since sulfuric acid is relatively fast for converting the free fatty acid to methyl ester. From experiment can see when increasing amount of catalyst from 0.5% to 1% by weight of oil and increasing excess methanol from 2 to 4 times the stoichiometric ratio result in the increased concentration of methyl esters production.

Department.....Chemical Engineering.....Student's signature.....
Field of study..Chemical Engineering.....Advisor's signature.....
Academic year.....2006.....Co-Advisor's signature.....

อ.จตุพร อธิษฐ์ทรงศรี

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my sincere gratitude to my advisor, Dr. Jirdsak Tscheikuna for his encouragement, support, guidance provided, and valuable help and supervision during this study.

In addition, he is also grateful to Assistant Professor Dr. Vichitra Chongvisal, Assistant Professor Dr. Muenduen Phisalaphong, and Associate Professor Dr. Sutha Khaodhiar for consulting and surfing as chairman and member of the thesis committee, respectively.

Sincere thanks are given to all members of the Hazardous Engineering Research Laboratory and all my friends in the Department of Chemical Engineering for their assistance and warm collaborations.

Finally, I would like to express the highest gratitude to my parents, my aunt, my sister, and all of my friends for their help, their unfailing understanding and affectionate encouragements.

CONTENTS

	PAGE
ABSTRACT (IN THAI)	iv
ABSTRACT (IN ENGLISH)	v
ACKNOWLEDGEMENTS.....	vi
CONTENTS	vii
LIST OF TABLES.....	ix
LIST OF FIGURES.....	x
LIST OF EQUATIONS.....	xi
CHAPTER	
I INTRODUCTION	1
II THEORY AND LITERATURE REVIEWS	4
2.1 Palm Fatty acid	4
2.2 Palm Stearin	5
2.3 Transesterification	5
2.4 Esterification	11
2.5 Saponification	13
2.6 Literature revuew	14
III EXPERIMENTAL AND ANALYTICAL METHODES	21
3.1 Materials	21
3.2 Equipments	22
3.3 Methodology	24
3.4 Experimental and Analytical Error.....	29
IV RESULTS AND DISCUSSIONS	33
4.1 Characterization of palm fatty acid and palm stearin	33
4.2 Effect of reaction time using acid or base catalyst	34
4.3 Effect of potassium hydroxide concentration	41
4.4 Effect of sulfuric acid concentration.....	43
4.5 Effect of excess times of methanol stoichiometric ratio.....	45

	PAGE
CHAPTER	
V CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS	53
5.1 Conclusions.....	53
5.2 Recommendations.....	54
REFERENCES	55
APPENDICES	60
APPENDIX A Experimental and Data Analysis.....	61
APPENDIX B Calculation of Percent of Methyl Ester.....	67
APPENDIX C Experimental Data.....	71
VITA.....	75

LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
2.1 Characteristics of Common Fatty Acids.....	4
3.1 Chemicals used in the research.....	21
3.2 Conditions used in transesterification and esterification of palm stearin and palm fatty acid with methanol.....	26
3.3 Conditions analyzed by Perkin elmer 8700 gas chromatograph.....	28
3.4 Retention time of methyl ester in GC chromatogram.....	29
3.5 Results of concentration of methyl ester from 3 experiments.....	30
3.6 Concentration of methyl esters average and % deviation from analysis of transesterification of palm stearin with methanol	32
4.1 Properties of Palm fatty acid and Palm stearin.....	33
4.2 Results concentration of methyl ester from 3 experiments	36
4.3 Results of concentration methyl ester from 3 experiments	39
4.4 The results concentration of methyl ester from palm stearin	42
4.5 The results concentration of methyl ester from palm fatty acid.....	44
4.6 The results concentration of methyl ester from palm fatty acid to palm stearin at 0.5% H_2SO_4	47
4.7 The results concentration of methyl ester from palm fatty acid to palm stearin at 1% H_2SO_4	48
4.8 The results concentration methyl ester from palm fatty acid to palm stearin at 0.5%KOH.....	50
4.9 The results concentration methyl ester from palm fatty acid to palm stearin at 0.5%KOH.....	51

LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
2.1	Mechanism of base catalyzed transesterification.....9
3.1	Experimental set-up used for the transesterification and Esterification..... 22
3.2	Gas chromatography for analysis of methyl ester production.....23
3.3	Heating palm stearin and palm fatty acid.....26
3.4	Percent deviation from mean on experiment of transesterification of palm stearin with methanol.....31
4.1	Effect of reaction time on the concentration of methyl ester at 1%KOH, 60°C and 100% mol excess methanol from its stoichiometric ratio 36
4.2	Effect of reaction time on the % methyl ester at 1%H ₂ SO ₄ , 60°C and 100% mol excess methanol from its stoichiometric ratio..... 39
4.3	Effect of KOH concentration at 100% mol, 300% mol excess methanol from its stoichiometric ratio for reaction time at 60 min..... 42
4.4	Effect of H ₂ SO ₄ concentration at 100% mol, 300% mol excess methanol from its stoichiometric ratio for reaction time at 60 min..... 44
4.5	Effect of amount methanol on concentration of methyl ester at 0.5%H ₂ SO ₄ , 60°C and reaction time of 60 min..... 47
4.6	Effect of amount methanol on concentration of methyl ester at 1.0%H ₂ SO ₄ , 60°C and reaction time of 60 min..... 48
4.7	Effect of amount methanol on concentration of methyl ester at 0.5%KOH, 60°C and reaction time of 60 min..... 50
4.8	Effect of amount methanol on concentration of methyl ester at 1.0%KOH, 60°C and reaction time of 60 min..... 51

LIST OF EQUATIONS

EQUATION	PAGE
2.1 Transesterification reaction of triglycerides with alcohol.....	6
2.2 The transesterification reaction of vegetable oil with alcohol to esters and glycerol.....	7
2.3 Reaction of fatty acid reacts with base catalyst.....	9
2.4 Esterification reaction of free fatty acid with alcohol.....	11
2.5 Saponification from free fatty acid.....	13
2.6 Saponification from ester.....	13
3.1 The percentages of methyl esters are define.....	29
3.2 Define an average value.....	29
3.3 Standard deviation from average value.....	29
4.1 The concentration of methyl esters are define.....	35
4.2 Reaction of fatty acid using base catalyst.....	52