TRANSESTERIFICATION OF VEGETABLE OIL TO BIODIESEL USING CaO-ZnO CATALYST

Pathravut Klinklom

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
2013

Thesis Title:	Transesterification of Vegetable Oil to Biodiesel Using CaO-ZnO Catalyst
By:	Pathravut Klinklom
Program:	Petrochemical Technology
Thesis Advisors:	Assoc. 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:

.....
(Assoc. Prof. Apanee Luengnaruemitchai)

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

.....
(Dr. Sarawut Kaewtathip)

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

ABSTRACT

5471013063: Petrochemical Technology Program
Pathravut Klinklom: Transesterification of Vegetable Oil to Biodiesel Using CaO-ZnO Catalyst
Thesis Advisors: Assoc. Prof. Apanee Luengnaruemitchai and Captain Dr. Samai Jai-In 84 pp.
Keywords: Transesterification/ Biodiesel/ Heterogeneous catalyst/ CaO/ ZnO

CaO-ZnO catalysts (with various Ca:Zn atomic ratios of 1:5, 1:3, 1:1, and 3:1) was prepared by incipient-wetness impregnation (IWI) or co-precipitation (CP) method. The samples were evaluated to find the best CaO-ZnO catalyst for use in the transesterification of palm oil with methanol for biodiesel production under condition of 15:1 methanol to oil molar ratio, 6 wt% catalyst, reaction temperature at 60 °C, and reaction time of 8 h. The fresh and spent catalysts were characterized by several techniques, including BET method, CO_2-TPD, TPR, SEM, XRF, FTIR, XRD and Hemmett Indicator. The effects of precursor concentration, type of precipitant, Ca:Zn atomic ratio and calcination temperature on the catalytic performance were studied. The highest FAME yield (83.82 and 81.73 % for IWI and CP catalysts, respectively) was obtained at the Ca:Zn atomic ratio of 1:3, and calcination temperature of 900 °C for IWI catalysts and 800 °C for CP catalysts, respectively. The results from characterization indicated that the activity of catalyst depended on their basic properties, particle size and surface area. However, surface area of CaO-ZnO catalyst slightly affected to the biodiesel yield.

บทคัดย่อ

ภัทราวุฒิ กลิ่นกล่อม : การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันพืชผ่านปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟีเคชันโดยใช้แคลเซียมออกไซด์–สังกะสีออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Transesterification of Vegetable Oil to Biodiesel Using CaO-ZnO Catalyst) อ. ที่ปรึกษา : รศ. ดร. อาภาณี เหลืองนฤมิตชัย และ นาวาเอก ดร. สมัย ใจอินทร์ 84 หน้า

ในงานวิจัยนี้แคลเซียมออกไซด์–สังกะสีออกไซด์ (CaO–ZnO) (ที่อัตราส่วนแคลเซียม: สังกะสีเท่ากับ 1:5, 1:3, 1:1 และ 3:1) ถูกเตรียมผ่านกระบวนการ incipient-wetness impregnation (IWI) และ co-precipitation (CP) ตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวถูกนำมาทดสอบเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อใช้ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟีเคชันเพื่อผลิตไบโอดีเซลระหว่างน้ำมันปาล์มกับเมทานอลที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลกับน้ำมันเท่ากับ 15:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา 60 องศาเซลเซียส และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ยังไม่ได้ใช้และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้วถูกพิสูจน์เอกลักษณ์โดยใช้เทคนิคต่างๆ ประกอบด้วย CO_2-TPD, TPR, SEM, XRF, FTIR, XRD และ Hemmett Indicator นอกจากนี้ยังได้ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ชนิดของตัวทำให้ตกตะกอน อัตราส่วนโดยอะตอมของแคลเซียม: สังกะสี และอุณหภูมิในการเผาของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแคลเซียมออกไซด์–สังกะสีออกไซด์ จากผลการทดลองพบว่าร้อยละของไบโอดีเซลที่สูงที่สุด (83.82 และ 81.73 สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ถูกเตรียมด้วยวิธี IWI และ CP ตามลำดับ) เกิดจากการใช้อัตราส่วนของแคลเซียม: สังกะสี เท่ากับ 1:3 ใช้อุณหภูมิในการเผา 900 องศาเซลเซียสสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ถูกเตรียมด้วยวิธี IWI และ 800 องศาเซลเซียสสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ถูกเตรียมด้วยวิธี CP จากผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟีเคชันขึ้นอยู่กับคุณสมบัติความเป็นเบส ขนาดของอนุภาค และพื้นที่ผิวสัมผัสของตัวเร่งปฏิกิริยา อย่างไรก็ตามในงานวิจัยชิ้นนี้พบว่าพื้นที่ผิวสัมผัสของตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลเพียงเล็กน้อยต่อประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแคลเซียมออกไซด์–สังกะสีออกไซด์

ACKNOWLEDGEMENTS

This thesis work would have never been completely finished without the assistance and supporting from the following individuals and organizations:

First of all, I would like to thank The Petroleum and Petrochemical College, and Energy Policy and Planning Office, Ministry of Energy, Thailand for funding of this thesis work.

I would like to thank The Center of Excellence on Petrochemical and Materials Technology, Thailand for facilities of this work.

I would like to express my sincere gratitude to Assoc. Prof. Apanee Luengnaruemitchai, my advisor, and Captain Dr. Samai Jai-In, my co-advisor, for their invaluable guidance, understanding, and constant encouragement throughout the course of this research.

I would like to express special thanks to Dr. Sarawut Kaewththip and Assoc. Prof. Pramoch Rangsunvigit for kindly serving on my thesis committee. Their sincere suggestions and comments are definitely imperative for accomplishing my thesis.

I would like to take this opportunity to thanks my senior, Pisitpong Intarapong, Natthida Numwong, and Chinchanop Pojanavaraphan, for their assistance and support. I also would like to give an appreciation to thanks all member and staffs of the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, for all their kind assistance and cooperation.

I would like to extend my thanks to all my graduate friends for their friendly cheerfulness and encouragement.

Finally, I really would like to express my sincere gratitude to my parents and my family for their support, love, understanding, and cheering.

TABLE OF CONTENTS

CHAPTER **PAGE**

CHAPTER **PAGE**

CHAPTER **PAGE**

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**