

การสกัดแบบกะของไอออนโคบอลต์ในสารละลายกรดเกลือด้วยการสกัด  
แบบเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลางในห่อเดี่ยว

นายนภกร อัมพิพิธ



ศูนย์วิทยทรัพยากร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

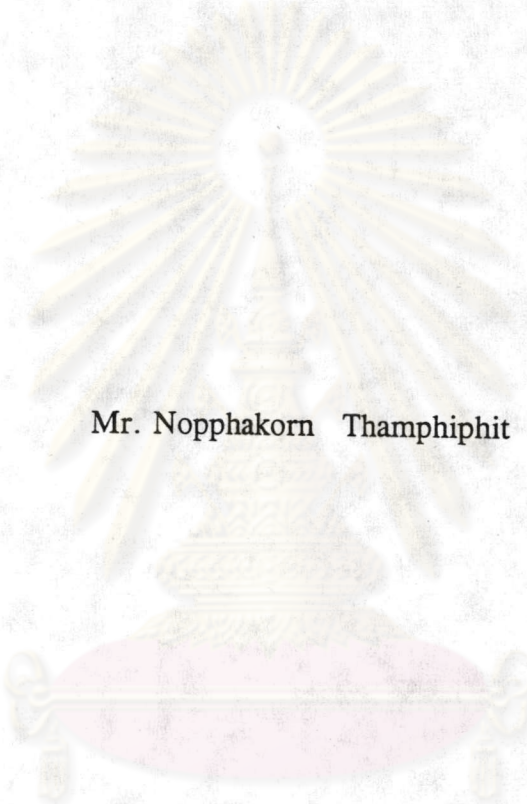
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2539

ISBN 974-636-285-2

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

BATCH EXTRACTION OF COBALT IONS IN HYDROCHLORIC ACID  
SOLUTION WITH A HOLLOW FIBER SUPPORTED  
LIQUID MEMBRANE IN A SINGLE COLUMN



Mr. Nopphakorn Thamphiphit

ศูนย์วิจัยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Engineering

Department of Chemical Engineering

Graduate School

Chulalongkorn University

Academic Year 1996

ISBN 974-636-285-2

Thesis Title            Batch Extraction of Cobalt Ions in Hydrochloric Acid Solution  
with a Hollow Fiber Supported Liquid Membrane in a Single  
Column

By                            Mr. Nopphakorn Thamphiphit

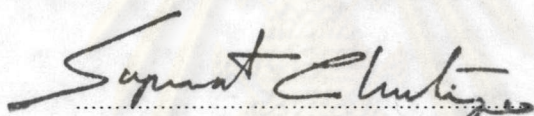
Department            Chemical Engineering

Thesis Advisor        Associate Professor Ura Pancharoen, D.Eng.Sc.

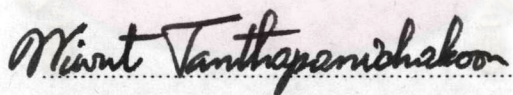
Thesis Co-advisor    Deacha Chatsiriwech, Ph.D.


---

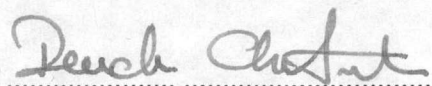
Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial  
Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree.

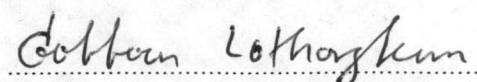
 ..... Dean of Graduate School  
(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

Thesis Committee

 ..... Chairman  
(Professor Wiwut Tanthapanichakoon, Ph.D.)

 ..... Thesis Advisor  
(Associate Professor Ura Pancharoen, D.Eng.Sc.)

 ..... Thesis Co-advisor  
(Deacha Chatsiriwech, Ph.D.)

 ..... Member  
(Gobboon Lothongkum, Dr.Eng)



พิมพ์ต้นฉบับบทความวิจัยวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

นภกร ธัมพิพิธ : การสกัดแบบกะของไอออนโคบอลต์ในสารละลายกรดเกลือด้วยการสกัดแบบเยื่อ  
แผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวงในท่อเดี่ยว (BATCH EXTRACTION OF COBALT IONS IN  
HYDROCHLORIC ACID SOLUTION WITH A HOLLOW FIBER SUPPORTED LIQUID MEMBRANE IN  
A SINGLE COLUMN) อ.ที่ปรึกษา: รศ.ดร. อูรา ปานเจริญ, อ.ที่ปรึกษาร่วม: ดร. เดชา ฉัตรศิริเวช,  
102 หน้า. ISBN 974-636-285-2

การวิจัยนี้ได้ศึกษาความเป็นไปได้ของการสกัดและการสตริปโคบอลต์พร้อมกันจากสารละลายแห่ง  
น้ำโดยใช้ระบบเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง และยังได้ศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลกระทบต่อระบบการสกัด  
นี้ ได้แก่ความเข้มข้นเริ่มต้นของไอออนโคบอลต์ในสารละลายป้อนในช่วง 5,000 ถึง 10,000 ส่วนในล้านส่วน  
ความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อนอยู่ในช่วงที่เป็นกรด ชนิดของสารละลายสตริปซึ่งใช้สารละลายกรดออก-  
ซาลิกและกรดเกลือ ลักษณะการดำเนินการ (operation mode) ซึ่งใช้การหมุนเวียนและการไหลผ่านครั้งเดียว  
อัตราการไหลเชิงปริมาตรในช่วง 100 ถึง 1,000 มิลลิลิตรต่อนาที ความเข้มข้นของดีทูอีเอชพีเอ (D2EHPA)  
ซึ่งใช้เป็นสารสกัดในช่วงความเข้มข้นร้อยละ 10 ถึง 25 โดยปริมาตร และชนิดของตัวทำละลายอินทรีย์ ซึ่งใช้  
โทลูอีนและนอร์มัลโอดีเคเคน

จากการทดลองพบว่าสารละลายกรดออกซาลิกไม่สามารถใช้เป็นสารละลายสตริปได้ในระบบนี้  
อย่างไรก็ตามเมื่อใช้กรดเกลือเป็นสารละลายสตริป ไอออนโคบอลต์มากกว่าร้อยละ 50 ถูกสกัดและดึงกลับ  
หลังจากการหมุนเวียนรอบที่สามของการดำเนินการลักษณะไหลผ่านครั้งเดียว ในการเปรียบเทียบกับทดลอง  
แบบกะโดยการสกัดด้วยตัวทำละลายซึ่งการสกัดและการดึงกลับเกิดขึ้นแยกกัน แฟกเตอร์การสกัด (extraction  
factor) และแฟกเตอร์การดึงกลับ (recovery factor) เพิ่มขึ้นมากกว่าสี่เท่า

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา ..... วิศวกรรมเคมี  
สาขาวิชา ..... วิศวกรรมเคมี  
ปีการศึกษา ..... 2539

ลายมือชื่อนิสิต ..... นภกร ธัมพิพิธ  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

## C616840 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEY WORD:

COBALT BATCH EXTRACTION / SINGLE COLUMN / HOLLOW FIBER / SUPPORTED LIQUID MEMBRANE

NOPPHAKORN THAMPHIPHIT : BATCH EXTRACTION OF COBALT IONS IN HYDROCHLORIC ACID SOLUTION WITH A HOLLOW FIBER SUPPORTED LIQUID MEMBRANE IN A SINGLE COLUMN. THESIS ADVISOR: ASSO. PROF. URA PANCHAROEN, Ph.D. THESIS CO-ADVISOR: DR. DEACHA CHATSIRIWECH, Ph.D. 102 pp. ISBN 974-636-285-2

This research found out the possibility of simultaneously extracting and stripping cobalt from aqueous solutions through a hollow fiber supported liquid membrane (HFSLM) system. Various factors which had effects on this extraction system were also studied including the concentration of cobaltous ions in feed solutions in the range of 5,000 to 10,000 ppm, the pH of feed solutions within the acidic-pH range, the types of strip solution of oxalic acid and hydrochloric acid solutions, the operation modes of circulating and once-through modes, the volumetric flowrates in the range of 100 to 1,000 ml/min, the concentrations of D2EHPA – used as an extractant – in the range of 10 to 25 V/V%, and the types of organic solvent of toluene and n-dodecane.

From the experiments, it was found that the oxalic acid could not be employed as a strip solution in this system. However, when the hydrochloric acid was employed as a strip solution, more than 50% of cobaltous ions were extracted and recovered after the third circulation. In comparison with the solvent-extraction batch experiments in which the extraction and the stripping performed separately, the extraction and recovery factors were increased more than four times.

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา..... วิศวกรรมเคมี.....

สาขาวิชา..... วิศวกรรมเคมี.....

ปีการศึกษา..... 2539.....

ลายมือชื่อนิสิต..... นภาพร ชัมพพิท.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

## ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to sincerely express his gratitude to his thesis advisor, Associate Professor Ura Pancharoen and co-advisor, Dr. Deacha Chatsiriwech, for their invaluable advice, encouraging guidance, helpful suggestions, and discussion throughout the course of this research.

The author would like to convey his most sincere thanks to Professor Wiwut Tantapanitchakul and Dr. Gobboon Lothongkum for their stimulation comments and participation as thesis committee members. Furthermore, he wishes to extend sincere thanks to Associate Professor Chirakarn Muangnapoh and Dr. Varaporn Leepipatpiboon for their kind assistance and guidance.

He expresses his appreciation to the Asahi Glass Foundation for granting the research fund throughout this work.

He also thanks all the technicians at the Chemical Engineering Laboratory, Faculty of Engineering, Chulalongkorn University, for their technical advice.

Most of all, he wishes to convey his most heartfelt gratitude to all members of his family for their moral support. Finally, many thanks go to his friends and all those who have encouraged him to pursue the study.

## CONTENT

	Page
ABSTRACT IN THAI .....	IV
ABSTRACT IN ENGLISH .....	V
ACKNOWLEDGEMENT .....	VI
LIST OF TABLES .....	IX
LIST OF FIGURES .....	XI
NOMENCLATURE .....	XIII
CHAPTER I INTRODUCTION .....	1
CHAPTER II SOLVENT EXTRACTION PROCESSES .....	4
A Conventional Solvent Extraction Process .....	4
A Solvent Extraction Process with a Chemical Reaction .....	7
Liquid Membrane Separation Processes .....	9
CHAPTER III THE COBALT EXTRACTION EXPERIMENTS .....	26
Experimental Equipments .....	27
Experimental Procedures .....	29
The Objectives of the Research .....	36
The Scope of the Research .....	37
CHAPTER IV RESULTS AND DISCUSSION .....	38
Batch Experiments .....	38
Hollow Fiber Supported Liquid Membrane Experiments .....	41

CHAPTER V CONCLUSION AND RECOMMENDATION .....	59
Recommendation .....	61
REFERENCES .....	62
APPENDIX .....	65
VITA .....	89



ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## LIST OF TABLES

	Page
Table 1-1 Properties of cobalt and nickel .....	2
Table 3-1 The materials used in the experiments .....	26
Table 3-2 The characteristics of the hollow fiber module .....	28
Table 3-3 The experimental conditions for cobalt extraction batch experiments .....	31
Table 4-1 The results and the analyzed data for the batch experiments .....	40
Table 4-2 The experimental conditions and the analyzed data for using oxalic acid as strip solutions in HFSLM experiments .....	43
Table 4-3 The experimental conditions and the analyzed data for using hydrochloric acid solutions in HFSLM experiments .....	45
Table A-1 The calibration data of the tubeside flow meter .....	67
Table A-2 The calibration data of the shellside flow meter .....	68
Table B-1 The raw data of the batch experiments .....	69
Table B-2 The analyzed data of equilibrium constants in the batch experiments .....	69
Table B-3 The experimental data for 5,000 ppm of cobaltous chloride .....	71
Table B-4 The experimental data for 8,000 ppm of cobaltous chloride .....	72
Table B-5 The experimental data for 10,000 ppm of cobaltous chloride .....	73
Table B-6 The experimental data for 10,000 ppm of cobaltous chloride at pH 6 .....	75

Table B-7	The experimental data for 5,000 ppm of cobaltous chloride and using HCl as a strip solution .....	76
Table B-8	The experimental data for 10,000 ppm of cobaltous chloride and using HCl as a strip solution .....	77
Table B-9	The experimental data for 10,000 ppm of cobaltous chloride and using HCl as a strip solution at pH 6 .....	78
Table B-10	The experimental data for keeping the acidities of both feed and strip solutions .....	79
Table B-11	The experimental data for volumetric flowrate of 100 ml/min .....	80
Table B-12	The experimental data for volumetric flowrate of 100 ml/min with the circulated strip solution .....	81
Table B-13	The experimental data for volumetric flowrate of 500 ml/min .....	81
Table B-14	The experimental data for volumetric flowrate of 1,000 ml/min .....	82
Table B-15	The experimental data for extractant concentration of 10 V/V% .....	83
Table B-16	The experimental data for extractant concentration of 15 V/V% .....	83
Table B-17	The experimental data for extractant concentration of 20 V/V% .....	84
Table B-18	The experimental data for extractant concentration of 25 V/V% .....	84
Table B-19	The experimental data for extractant concentration of 20 V/V% in n-dodecane .....	85
Table B-20	The experimental data for extractant concentration of 25 V/V% in n-dodecane .....	86

## LIST OF FIGURES

	Page
Figure 2-1 Schematic countercurrent flow diagram in a solvent extraction column .....	5
Figure 2-2 A mechanically agitated column typically used in industrial solvent extraction processes – the Rotating Disc Column .....	6
Figure 2-3 Schematic process diagram of solvent extraction with reaction .....	8
Figure 2-4 Schematic representation of the counter-transport mass transfer through a liquid membrane .....	11
Figure 2-5 The illustrations of an emulsion liquid membrane .....	13
Figure 2-6 Schematic diagram of an emulsion liquid membrane process .....	14
Figure 2-7 Immobilized phase interfaces in a SLM for a hydrophobic hollow fiber substrate .....	17
Figure 2-8 Immobilized phase interfaces in a SLM for a hydrophilic hollow fiber substrate .....	19
Figure 2-9 Schematic diagram of electrode-baffle structure .....	23
Figure 3-1 The Liqui-Cel Laboratory Liquid/Liquid Extraction System equipped with the Liqui-Cel Membrane Contactor .....	33
Figure 3-2 Schematic countercurrent-flow diagram for circulating-mode operation on HFSLM experiments .....	34

Figure 3-3 Schematic countercurrent-flow diagram for once-through-mode operation on HFSLM experiments .....	35
Figure 4-1 The extraction factors for the experiment on the pH of feed solution .....	48
Figure 4-2 The recovery factor for the experiment on the pH of feed solution .....	48
Figure 4-3 The effects of number of circulation at the volumetric flowrate of 500 ml/min .....	51
Figure 4-4 The extraction factors as a function of volumetric flowrate .....	53
Figure 4-5 The recovery factors as a function of volumetric flowrate .....	53
Figure 4-6 The extraction factors as a function of extractant concentration .....	55
Figure 4-7 The recovery factors as a function of extractant concentration .....	55
Figure 4-8 The extraction factors as a function of the types of solvent .....	57
Figure 4-9 The recovery factors as a function of the types of solvent .....	58
Figure D-1 Schematic representation of the structure of Liqui-Cel Membrane Contactor .....	88

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## NOMENCLATURE

EF	extraction factor (%) = $([Co^{2+}]_{f,0} - [Co^{2+}]_{f,t}) \times 100 / [Co^{2+}]_{f,0}$
K	equilibrium constant
RH	an abbreviated extractant molecule comprising of two ions, namely a cation ( $H^+$ ) and an anion ( $R^-$ )
RF	recovery factor (%) = $[Co^{2+}]_{s,t} \times 100 / [Co^{2+}]_{f,0}$
Subscript	
0	initial condition
ex	extraction reaction
f	feed phase
s	strip phase
st	stripping reaction
t	condition at time t