

การสักระโนของ เหววชนนคหนึ่ง ไปสู่อีกชนนคหนึ่ง โดยวธีคอนโหลไซคลิ่ง



นายสำราญ ทั่งทอง

005426

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่ง ของการศึกษาคามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

แผนกวิชาเคมีเทคนิค

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ. ศ. ๒๕๒๑

CONTROLLED CYCLING LIQUID-LIQUID EXTRACTION

Mr. Samran Thungtong

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
Department of Chemical Technology
Graduate School
Chulalongkorn University

1978

Thesis Title Controlled Cycling Liquid-Liquid Extraction
By Mr. Samran Thungtong
Department Chemical Technology
Thesis Advisor Assistant Professor Dr. Kiatchai Santiyanont
 Assistant Professor Dr. Shooshat Barame

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University
in partial fulfillment of the requirements for the Master's degree.

..... *S. Bunnag* Acting Dean of Graduate School
(Assistant Professor Supradit Bunnag Ph.D.)

Thesis Committee

..... *Prasom Sthapitanonda* Chairman
(Professor Prasom Sthapitanonda Ph.D.)

..... *Shooshat Barame* Member
(Assistant Professor Shooshat Barame Dr. Ing.)

..... *Pol Sagetong* Member
(Associate Professor Pol Sagetong Dr. Ing.)

..... *Lursuang Mekasut* Member
(Lursuang Mekasut Dr. Ing.)

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสกัดสารในของ เหลวชนิดหนึ่ง ไปสู่อีกชนิดหนึ่ง โดยวิธี คอนโทลไซคลิ่ง
ชื่อ	นายสำราญ หังทอง
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. เกียรติชัย ศานติยานนท์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชูชาติ บารมี
แผนกวิชา	เคมีเทคนิค
ปีการศึกษา	๒๕๒๑



บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เสนอให้เห็นความสำคัญของการทำงานแบบคอนโทลไซคลิ่ง โดยมีให้ของเหลวไหลสวนทางกันแบบไม่ต่อเนื่อง หมายถึง เมื่อของเหลวอย่างหนึ่งไหล อีกอย่างหนึ่งจะหยุดสลับกันไป จากการค้นคว้าผลงานของนักวิทยาศาสตร์หลายท่านที่เคยทำมาแล้ว พบว่ามีประโยชน์มาก โดยนำไปประยุกต์กับระบบการกลั่น, และการสกัดสารในของเหลวชนิดหนึ่งไปสู่อีกชนิดหนึ่ง ในการทดลองนี้ได้ทำกับระบบที่ใช้ เมทิลไอโซพริลิลคีโตน น้ำ และกรดอะซิติกหรือกรดน้ำส้ม

ตัวแปรค่าที่ใช้ในการทดลองนี้ได้แก่ เวลาที่ให้ของเหลวไหลผ่านเครื่องมือต่อหนึ่งไซเคิล อัตราการไหลของของไหล อัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำต่อปริมาตรของ เมทิลไอโซพริลิลคีโตน อัตราส่วนการเปิดมีความวุ่นที่ควบคุมการไหล และช่วงเวลาที่ใช้ควบคุมการไหล และช่วงเวลาที่ใช้ควบคุมการเปิดความวุ่นของทั้งสองเฟส ผลของการทดลองพบว่าประสิทธิภาพในการสกัดซึ่งแสดงโดยนิมเบอร์ของทรานเฟอร์ยูนิต และเปอร์เซ็นต์ การสกัดมีค่าสูงและใกล้เคียงกับผลงานของนักวิทยาศาสตร์บางท่านที่ทำมาแล้วคือ นายซาร์โบ ลัลลย แคนนอน และสปีคเกอร์ แต่วิธีนี้มีข้อเสียที่สำคัญคือ ยุ่งยาก ซับซ้อน ควบคุมยาก

Thesis Title Controlled Cycling Liquid-Liquid Extraction
Name Mr. Samran Thungtong
Thesis Advisor Assistant Professor Dr. Kiartchai Santiyanont, and
 Assistant Professor Dr. Shooshat Barama
Department Chemical Technology
Academic Year 1978

ABSTRACT

The work described in this thesis is intended to extend the application of "Controlled Cycling". Controlled cycling involves on unsteady state operation, in which the two phases flow intermittently. Literature concerning its application to distillation and liquid-liquid extraction is extensively reviewed. A modified version of operation in liquid-liquid extraction of MIBK-Acetic acid-water system was used in this study.

Experimental runs were conducted with various combinations of the following variables: Total cycle time, volumetric flow ratio, combined volumetric flow rate, cyclic period and fraction open. The overall efficiency and capacity of extraction were found to be reasonably high. The results show a larger interfacial area between the two liquid phases and a greater driving force, and the overall results are similar to those obtained by Szabo, Lloy, Cannon and Speaker (1964). The main disadvantage of the method used is the difficulty encountered in the running operation.



ACKNOWLEDGEMENT

The author wishes to express his sincere appreciation to Assistant Professor Dr. Kiartchai Santiyanont and Assistant Professor Dr. Shooshat Barame for their advise, encouragement patience, and helpful criticism. He is grateful to the approval committee, particularly to Professor Dr. Prasom Sthapitanonda, Associate Professor Dr. P^hol Sagetong, and Dr. Lursuang Mekasut for their useful suggestions and comments. Special thank also extends to his friends and colleagues for their encouragement, and to the official of the department of Chemical Technology, Faculty of Science, Chulalongkorn University, for their helpful in constructing, checking rechecking, and repairing the equipment.

Above all, he would like to thank the Committee of the Graduate School of Chulalongkorn University and Faculty of Science for granting him an assistantship which made some part of this study possible.

CONTENTS

	Page
Abstract (Thai)	iv
Abstract (English)	v
Acknowledgement	vi
List of Tables	vii
List of Figures	viii
Chapter	
I INTRODUCTION	
1.1 Definition of liquid-liquid extraction	1
1.2 Control Cycling and Controlled Cycling extraction	1
1.3 Field of usefulness	4
1.4 Purpose and scope of study	5
II LITERATURE SURVEYS	
2.1 Controlled Cycling	6
2.2 Controlled cycling in extraction	6
2.3 Economic consideration	9
2.4 Controlled cycling in distillation	12
2.5 Controlled cycling in particle size separation	14
III THEORY	
3.1 Cyclic extraction	15
3.1.1 Unsteady state process and cyclic steady state	15
3.2 Interphase mass transfer	16



Chapter		Page
3.3	Effect of mass transfer on drop formation	17
3.4	Number of ideal stage	17
3.4.1	Graphical method for evaluating number of ideal stage	18
3.4.2	Method for calculating the number of ideal stages	19
3.5	The transfer unit	24
3.5.1	Individual-film transfer unit	25
3.5.2	Overall transfer units	27
IV EXPERIMENTAL EQUIPMENT		
4.1	The extraction column	35
4.2	Electric timers and control valve	35
4.3	Parts of the electric timers	38
4.4	Method of changing the cycle time and fraction open	38
4.5	Control valve	41
4.6	Feed tanks and feed pumps	41
V EXPERIMENTAL CONSIDERATION		
5.1	Choice of chemical system	42
5.2	Properties of chemical	42
5.3	Experimental procedure	43
VI EXPERIMENTAL RESULTS		
6.1	Effect of combined volumetric flow rate	45
6.2	Effect of combined volumetric flow rate on different control cyclic periods	56

Chapter		Page
	6.3 Effect of volumetric flow ratio on total cycle time 13.2 seconds	60
	6.4 Effect of volumetric flow ratio on total cycle time 11.8 seconds	60
	6.5 Effect of fraction open of H ₂ O to MIBK flow	67
VII	DISCUSSION	71
	7.1 Effect of combined volumetric flow rate	72
	7.2 Effect of control cyclic period	72
	7.3 Effect of volumetric flow ratio	73
	7.4 Effect of total cycle time	73
	7.5 Effect of fraction open of H ₂ O to MIBK MIBK flow	74
	7.6 Errors of experimental Results	75
VIII	CONCLUSION	76
	Bibliography	79
	Appendix A	82
	Appendix B	92
	Vita	97

LIST OF TABLES

Table		Page
2.1	Operation of various extractors using MIBK-acetic acid-water system	11
6.1	Total cycle time 18 seconds with volume flow ratio 0.693-0.714	46
6.2	Total cycle time 18 seconds with volume flow ratio 0.85-0.859	47
6.3	Total cycle time 18 seconds with volume flow ratio 0.98-1.02	48
6.4	Total cycle time 18 seconds with volume flow ratio 1.25-1.34	49
6.5	Total cycle time 18 seconds with volume flow ratio 0.811-0.89, different control flow period	57
6.6	Total cycle time 13.2 seconds	61
6.7	Total cycle time 11.8 seconds	62
6.8	Effect of fraction-open of H ₂ O to MIBK flow	68

LIST OF FIGURES

Figure	Page
1.1 A cyclic extractor	3
3.1 Concentration fluctuation at cyclic steady state	15
3.2 Graphical determination of number of ideal stages	17
3.3 Determination of ideal stage	20
3.4 Concentration differences in equation (3.17)	23
3.5 Concentration differences in equation (3.18)	24
3.6 Extraction with counter-current contact	24
3.7 Operation diagram for continuous counter current	27
4.1 Experimental equipment	36
4.2 Electric timer	37
4.3 Timing Discs	39
4.4 The position of the Microswitch	40
6.1 Effect of combined flow rate, Flow ratio 0.693-0.714	50
6.2 " " Flow ratio 0.85-0.859	51
6.3 " " Flow ratio 0.98-1.02	52
6.4 " " Flow ratio 1.25-1.34	53
6.5 " " different flow ratio	54
6.6 " " " "	55
6.7 Effect of combined flow rate on different control cyclic period	58
6.8 " " " "	59

Figure		Page
6.9	Effect of volumetric flow ratio on total cycle time 13.2 seconds	63
6.10	" " "	64
6.11	Effect of volumetric flow ratio on total cycle time 11.8 seconds	65
6.12	" " "	66
6.13	Effect of fraction open of H ₂ O to MIBK flow	69
6.14	" " "	70



NOMENCLATURE

- A = Total interfacial surface between phase
- A = Extraction Factor = $\frac{\text{Slope of equilibrium line}}{\text{Slope of Operating line}}$
- a = Interfacial surface between phases
- C = Concentration (lbmoles/cuft)
- C_{av} = $(C_{M1} + C_{M2})/2$ where C refer to total concentration of all substances present
- C_M = $(C + C_i)/2$
- E = Flow rate of extract phase
- E_f = Flow rate of free-solute extract phase
- H = Height of column
- HTU_E = Height of transfer units apparent extract phase
- HTU_R = Height of transfer unit apparent raffinate phase
- K = Overall mass transfer coefficient
- k = Individual film mass transfer coefficient
- MW = Molecular weight
- m = Slope of equilibrium line
- NTU_R = Number of transfer units apparent raffinate phase
- NTU_E = Number of transfer units apparent extract phase
- N_S = Rate of transfer of solute
- N = Number of ideal stages
- R = Flow rate of raffinate phase
- R_f = Flow rate of free-solute raffinate phase
- S = Crosssectional area of column
- x_w = Concentration (mass fraction) of extract phase

- x = Concentration (mole fraction) of extract phase
- X = Concentration (mass ratio of solute/non solute) of extract phase
- y_w = Concentration (mass fraction) of raffinate phase
- y = Concentration (mole fraction) of raffinate phase
- Y = Concentration (mass ratio of solute/non solute) of raffinate phase
- f = Density

SUBSCRIPTS

- a The level of the top of column
- b The level of the bottom of column
- ar Average
- M Mean
- E Extract phase
- R Raffinate phase
- i interface
- o Overall
- f Free solute
- * Equilibrium condition

$$(1-y)_{iM} = \frac{(1-y_i) - (1-y)}{\ln(1-y_i)/(1-y)}$$

$$(1-x)_{iM} = \frac{(1-x_i) - (1-x)}{\ln(1-x_i)/(1-x)}$$

$$(1-y)_{oM} = \frac{(1-y^*) - (1-y)}{\ln(1-y^*)/(1-y)}$$

$$(1-x)_{oM} = \frac{(1-x^*) - (1-x)}{\ln(1-x^*)/(1-x)}$$