

**RECOVERY OF POLYELECTROLYTE FROM
A POLYELECTROLYTE-ENHANCED ULTRAFILTRATION
PROCESS BY CRYSTALLIZATION**

Ms. Pornkamol Plianpao

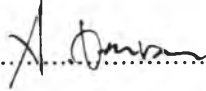
A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with
The University of Michigan, The University of Oklahoma
and Case Western Reserve University
1998
ISBN 974-638-472-4

I28378775

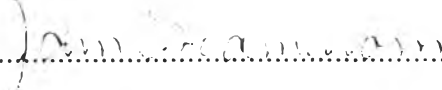
24/11/98

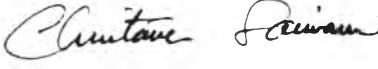
Thesis Title : Recovery of Polyelectrolyte From
a Polyelectrolyte-Enhanced Ultrafiltration
Process by Crystallization
By : Ms. Pornkamol Plianpao
Program : Petrochemical Technology
Thesis Advisors : Prof. John F.Scamehorn
Asst. Prof. Chintana Saiwan


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


..... Director of the College
(Prof. Somchai Osuwan)

Thesis Committee


.....
(Prof. John F.Scamehorn)


.....
(Asst. Prof. Chintana Saiwan)


.....
(Dr. Nantaya Yanumet)

ABSTRACT

##961019 : PETROCHEMICAL TECHNOLOGY PROGRAM

KEY WORDS : Crystallizer / Barium Chromate / Polyelectrolyte /
Ultrafiltration

Pornkamol Plianpao : Recovery of Polyelectrolyte From a Polyelectrolyte-Enhanced Ultrafiltration Process by Crystallization. Thesis Advisors : Asst.Prof. Chintana Saiwan and Prof. John F. Scamehorn. 73 pp. ISBN 974-638-472-4

In the removal of chromate from water by polyelectrolyte-enhanced ultrafiltration, the polyelectrolyte must be recovered and reused for an economical operation. The retentate stream from the process containing the polyelectrolyte and chromate in concentrated form can have barium added to it in order to precipitate the chromate as solid BaCrO_4 . After separating from the solid, the resulting supernatant solution contains the polyelectrolyte in concentrated form for recycle. The purpose of this study was to investigate the crystallization process in the jacketed glass crystallizer at 30°C . The concentration of chromate, solid precipitate, and polyelectrolyte leaving the crystallizer outlet were studied as a function of the outlet height, the feed flow rate and feed barium to chromate concentration ratio. The precipitation of BaCrO_4 quickly reached equilibrium. The results obtained from a semi-batch and continuous process showed that the concentrations of QUAT and chromate ions were similar, but the continuous process contained lower carryover of particles than that of the semi-batch process. A barium to chromate concentration ratio greater than 2 was not necessary for efficient BaCrO_4 precipitation.

บทคัดย่อ

พรกมล เปลี่ยนเป้า : การนำพอลิอิเล็กโตรไลต์กลับคืนมาจากกระบวนการใช้พอลิอิเล็กโตรไลต์ช่วยเพิ่มการกรองแบบอูลตราฟิวเตชัน โดยการตกผลึก (Recovery of Polyelectrolyte From a Polyelectrolyte-Enhanced Ultrafiltration Process by Crystallization) : อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.จินตนา สายวรรณ และ ศาสตราจารย์ จอห์น เอฟ สเคมีฮอร์น (Prof. John F. Scamehorn) 73 หน้า ISBN 974-638-472-4

ในกระบวนการกำจัดโครเมตออกจากริมน้ำโดยใช้พอลิอิเล็กโตรไลต์ช่วยเพิ่มการกรองแบบอูลตราฟิวเตชัน ต้องนำพอลิอิเล็กโตรไลต์กลับคืนมาและนำไปใช้ใหม่เพื่อประหยัดรีเทนเตดจากขบวนการ ประกอบด้วยพอลิอิเล็กโตรไลต์ และโครเมตอยู่ในฟอร์มเข้มข้น สามารถเติมแบเรียมลงไปเพื่อตกตะกอนโครเมตเป็นแบเรียมโครเมตของแข็ง สารละลายใสหลังการแยกของแข็งออกประกอบด้วยพอลิอิเล็กโตรไลต์ในฟอร์มที่เข้มข้นนำกลับไปใช้ใหม่ วัตถุประสงค์ของการศึกษาคือ เพื่อสืบหากระบวนการตกผลึกในคริสตัลไลเซอร์ ที่ทำด้วยแก้วห่อหุ้มให้อุณหภูมิอยู่ที่ 30 องศาเซลเซียส การศึกษาได้หาความเข้มข้นของโครเมตไอออน ตะกอนแบเรียมโครเมต และ พอลิอิเล็กโตรไลต์ที่ออกจากทางออกของคริสตัลไลเซอร์ เป็นฟังก์ชันของความสูงของคริสตัลไลเซอร์ อัตราการป้อนสารละลาย และการป้อนอัตราส่วนความเข้มข้นของแบเรียมต่อโครเมตไอออน การตกตะกอนแบเรียมโครเมตเข้าสู่สมดุลอย่างรวดเร็ว ผลการทดลองแสดงว่าความเข้มข้นของพอลิอิเล็กโตรไลต์และโครเมตไอออน จากกระบวนการกึ่งกะและกระบวนการต่อเนื่องมีค่าใกล้เคียงกัน แต่กระบวนการต่อเนื่องมีอนุภาคของแข็งออกมาน้อยกว่ากระบวนการกึ่งกะ อัตราส่วนความเข้มข้นของแบเรียมต่อโครเมตไอออนมากกว่า 2 เท่าไม่จำเป็นต่อการตกตะกอนแบเรียมโครเมตอย่างมีประสิทธิภาพ

ACKNOWLEDGEMENTS

This work cannot be successful without the participation of the following individuals and organizations.

Out of a sense of gratefulness, I would like to express my deepest gratitude to Asst. Prof. Chintana Saiwan of the Petroleum and Petrochemical College and Prof. John F.Scamehorn of the University of Oklahoma for their kindness, deep acknowledgments and invaluable suggestions.

Unforgettable thanks are forwarded to Prof. Sherril D.Christian of the University of Oklahoma for his suggestions on the experiments. I am also greatly indebted to the teachers and all of staff of the Petroleum and Petrochemical College who contributed in various degrees to the success of my thesis. I sincerely thank my unforgettable friends for making me so lively and enjoyable within two years of study.

Finally, I would like to express my whole-hearted gratitude to my parents for their forever love, encouragement, and measureless support.

TABLE OF CONTENTS

	PAGE
Title Page	i
Abstract	iii
Acknowledgements	v
List of Table	viii
List of Figures	ix
CHAPTER	
I INTRODUCTION	1
II LITERATURE SURVEY	
2.1 Equilibrium Precipitation	3
2.2 Binding on Polyelectrolyte	4
2.3 Crystallizer Design	5
III EXPERIMENTAL SECTION	
3.1 Materials	7
3.2 Preparation	
3.2.1 Purification	8
3.2.2 Determination of Chromium (VI) Ion	8
3.2.3 Determination of Barium (II) Ion	9
3.2.4 Determination of Total Organic Carbon	9
3.2.5 Crystallizer Design	9

CHAPTER	PAGE
3.3 Procedures	
3.3.1 Determination of Equilibration Time	11
3.3.2 Effect of Flow Rate and Column Height on Precipitation	12
3.3.3 Effect of Concentration Ratio on Precipitation	12
IV RESULTS AND DISCUSSION	
4.1 Equilibration Time	13
4.2 Semi-Batch Process	15
4.3 Continuous Process	24
4.4 Comparison of Semi-Batch and Continuous Process	33
V CONCLUSIONS	36
REFERENCES	37
APPENDIX A	41
APPENDIX B	43
APPENDIX C	58
CURRICULUM VITAE	73

LIST OF TABLE

TABLE	PAGE
3.1 Conditions to determine the equilibration time	11

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
3.1	Schematic of Experimental Crystallizer	11
4.1	Supernatant concentration of barium chromate in Equilibration Experiments	14
4.2	Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of flow rate, crystallizer outlet 83 cm, semi-batch operation	16
4.3	Chromate concentration in overflow as a function of flow rate, crystallizer outlet 83 cm, semi-batch operation	17
4.4	Ratio of QUAT concentration in supernatant to QUAT concentration in feed as a function of flow rate, crystallizer outlet 83 cm, semi-batch operation	19
4.5	Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of crystallizer height in the absence of QUAT, semi-batch operation	21
4.6	Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of crystallizer height in the presence of 0.2 MQUAT, semi-batch operation	21
4.7	Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of crystallizer height in the presence of 0.3 MQUAT, semi-batch operation	22

FIGURE	PAGE
4.8 Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of outlet height in the presence of 0.4 MQUAT, semi-batch operation	22
4.9 Chromate concentration in supernatant as a function of concentration ratio of barium to chromate on BaCrO ₄ precipitation, semi-batch operation	23
4.10 Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of flow rate, crystallizer outlet 83 cm, continuous operation	25
4.11 Chromate concentration in overflow as a function of flow rate, crystallizer outlet 83 cm, continuous operation	27
4.12 Ratio of QUAT concentration in supernatant to QUAT concentration in feed as a function of flow rate, crystallizer outlet 83 cm, semi-batch operation	28
4.13 Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of crystallizer height in the absence of QUAT, continuous operation	30
4.14 Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of crystallizer height in the presence of 0.2 MQUAT, continuous operation	30
4.14 Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of crystallizer height in the presence of 0.3 MQUAT, continuous operation	32

FIGURE	PAGE
4.16 Ratio of chromate concentration in precipitate in overflow to chromate concentration in feed as a function of outlet height in the presence of 0.4 MQUAT, continuous operation	32
4.17 Chromate concentration in supernatant as a function of concentration ratio of barium to chromate on BaCrO_4 precipitation, continuous operation	34