# SURFACTANT-ENHANCED REGENERATION OF GAS PHASE APPLICATION GRANULAR ACTIVATED CARBON AND XAD-4 POLYMERIC RESIN



Mr. Pipop Thamtharai

A Dissertation Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements
for the Degree of Doctor of Philosophy

The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with

The University of Michigan, The University of Oklahoma,
and Case Western Reserve University

2007

502079

Thesis Title:

Surfactant-enhanced Regeneration of Gas Phase Application

Granular Activated Carbon and XAD-4 Polymeric Resin

By:

Pipop Thamtharai

Program:

Petrochemical Technology

Thesis Advisors:

Asst. Prof. Pomthong Malakul

Assoc. Prof. Pramoch Rangsunvigit

Prof. John F. Scamehorn

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

Nartage Yammet College Director

(Assoc. Prof. Nantaya Yanumet)

**Thesis Committee:** 

(Assoc. Prof. Sumaeth Chavadej)

(Asst. Prof. Pomthong Malakul)

(Assoc. Prof. Pramoch Rangsunvigit)

(Prof. John F. Scamehorn)

(Assoc. Prof. Kenneth Haller)

(Asst. Prof. Boonyarach Kitiyanan)

Bornyand Kitiyanan

#### **ABSTRACT**

4392002063: PETROCHEMICAL TECHNOLOGY PROGRAM

Pipop Thamtharai: Surfactant-enhanced Regeneration of

Gas Phase Application Ganular Activated Carbon and

XAD-4 Polymeric Resin

Thesis Advisors: Asst. Prof. Pomthong Malakul, Assoc. Prof. Pramoch Rangsunvigit, and Prof. John F. Scamehorn,

107 pp.

Keywords: Surfactant/ Regeneration/ Activated carbon/

Polymeric adsorbent

This research work presents the regeneration of trichloroethylene (TCE)saturated adsorbents (granular activated carbon (GAC) and polymeric resin) with a surfactant, sodium dodecyl sulfate (SDS), in an aqueous solution in a column contactor. The effects of bed height and various parameters (i.e. water flushing, flow rate of regenerant solution, concentration of SDS in regenerant solution, flow rate of water during flushing step) on the effectiveness of regeneration were investigated. Results indicated that the minimum bed height of GAC providing a full length of breakthrough curves for both fresh and regenerated GAC was 3.6 cm corresponding to 9 g of GAC. More than 95% of TCE was desorbed from both adsorbents. However, only 15% and 60% of fresh GAC and fresh polymeric resin adsorption capacity could be recovered. For the investigation of parameters influencing effectiveness of regeneration, the water flushing can improve their adsorption capacity by the factor of two. The regenerant solution flow rate and concentration of SDS in regenerant solution did not affect the removal of TCE for GAC whereas they affected the polymeric resin. Therefore, the removal of TCE is limited by mass transfer for GAC while it is limited by equilibrium for the resin. The water flow rate during the flushing did not affect the removal of SDS. Results from the thermal gravimetric analysis (TGA) confirmed that TCE and SDS residual remain on both adsorbents surface.

## บทคัดย่อ

พิภพ ธรรมธารัย : การฟื้นสภาพถ่านกัมมันค์และพอลิเมอร์เรซิน XAD-4 ที่ใช้ในเฟสกาช ค้วยสารลดแรงตึงผิว Surfactant-enhanced Regeneration of Gas Phase Application Ganular Activated Carbon and XAD-4 Polymeric Resin อ. ที่ปรึกษา : ผศ.คร.ปมทอง มาลากุล ณ อยุธยา รศ.คร.ปราโมช รังสรรวิจิตร และ ศ.คร. John F. Scamehorn 107 หน้า

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการฟื้นสภาพสารคคซับที่อิ่มตัวค้วยไตรคลอโรเอทธิลีนที่เป็นถ่าน กัมมันต์และพอลิเมอร์เรซิน XAD-4 โดยใช้โซเดียม โดเคลซิล ซัลเฟต (sodium dodecyl sulfate) เป็นสารลดแรงตึงผิว ตัวแปรที่ทำการศึกษาได้แก่ ความสูงของเบค และตัวแปรอื่นที่มีผล ต่อประสิทธิภาพของการฟื้นสภาพ ได้แก่ การถ้างด้วยน้ำ อัตราการไหลของสารชะถ้าง ความเข้ม ข้นของสารลดแรงตึงผิวในสารชะล้าง และอัตราการไหลของน้ำในขั้นการล้างด้วยน้ำ จากการ ทคลองพบว่าความสูงของเบคอย่างน้อย 3.6 ซม. หรือ 9 กรัมของถ่านกัมมันต์ที่ทำให้ breakthrough curves ที่สมบูรณ์ ในขั้นการฟื้นสภาพไตรคลอโรเอทธิลีนถูกกำจัดออกจากตัวคุด ซับได้มากกว่าร้อยละ 95 และความสามารถในการคูดซับที่ผ่านการฟื้นสภาพสูงถึงร้อยละ 40 และ ร้อยละ 60 ของความสามารถในการคูคซับเริ่มค้นสำหรับตัวคูคซับที่เป็นถ่านกัมมันต์และพอลิเมอร์ เรซินตามลำคับ สำหรับการศึกษาในส่วนของปัจจัยที่ประสิทธิภาพของการฟื้นสภาพ พบว่าการ ล้างด้วยน้ำทำให้ความสามารถของการคูคซับของตัวคูคซับที่ผ่านการฟื้นสภาพเพิ่มขึ้นเป็น 2 เท่า ของสารคูคซับที่ผ่านการฟื้นสภาพโคยใม่ถ้างค้วยน้ำ อัตราการใหลของสารชะถ้างและความเข้ม ข้นของสารลคแรงตึงผิวในสารชะล้างไม่มีผลต่อการคึงไตรคลอโรเอทธิลินในกรณีของตัวคุคซับที่ เป็นถ่านกัมมันต์แต่มีผลกับตัวคูคซับที่เป็นพอลิเมอร์เรซิน ทำให้สรุปได้ว่าการคึงไตรคลอโรเอทธิ ลื่นออกจากผิวของสารดูคซับที่เป็นถ่านกัมมันต์ถูกจำกัดด้วยการถ่ายโอนมวลสารของไตรคลอโร เอทธิลิน ในขณะที่ตัวคุดซับที่ปั่นพอลิเมอร์เรซินถูกจำกัดค้วยสมคลของการละลายของไตรคลอโร เอทธิลีน ส่วนอัตราการไหลของน้ำในขั้นการถ้างไม่มีผลต่อการถ้างสารลดแรงตึงผิวที่ตกค้างบน ผิวของตัวคูดซับทั้งสองชนิด นอกจากนี้จากการวิเคราะห์เชิงความร้อนยืนยันว่ามีใตรคลอโรเอทธิ ลืนและโซเคียม โคเคคซิล ซัลเฟต ตกค้างบนสารคูคซับทั้งสองชนิค

#### **ACKNOWLEDGEMENTS**

I would like to sincerely express my highly gratefulness to my advisors; Prof. John F. Scamehorn, Asst. Prof. Pomthong Malakul and Assoc. Pramoch Rangsunvigit for their guidance, useful advices, kind and constructive criticism, consistent inspiration and encouragement throughout this research.

I also would like to give my thankfulness to Assoc. Prof. Sumaeth Chavadej and Assoc. Prof. Kenneth Haller for being as my thesis committee and giving me the comments and suggestions.

The funding support for this research from the Petroleum and Petrochemical College; and the National Excellence Center for Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials, Thailand is acknowledge. Granular activated carbon, one of the adsorbents used in this work supported from Calgon Carbon Co., Ltd. (USA) is also gratefully acknowledge

I would like to thank the Department of Materials Technology, Faculty of Science, Ramkhamhaeng University for the permission to let me taking leave for PhD study, and also partial funding from Ramkhamhaeng University.

I would like to express my sincerely gratitude to all faculties and staff at the PPC for knowledge that I learnt from them as well as their help to facilitate all work.

Finally, I would like to express my deep grateful to my parents for their love, caring and supporting me at all times.

## TABLE OF CONTENTS

		PAGE
Title	e Page	i
Abs	tract (in English)	iii
Abs	tract (in Thai)	iv
Ack	nowledgements	v
Tab	le of Contents	vi
List	of Tables	ix
List	of Figures	x
СНАРТЬ	CR CR	
I	INTRODUCTION	1
II	LITERATURE REVIEW	3
	2.1 Activated Carbon	3
	2.2 Application of Activated Carbon	4
	2.3 Regeneration of Activated Carbon	6
	2.4 Surfactant-Enhanced Carbon Regeneration	10
	2.5 Regeneration of Polymeric Hydrophobic Resin	14
	2.6 References	16
III	EXPERIMENTAL	21
	3.1 Materials	21
	3.2 Methodology	23
	3.3 Experimental Equipment	24
	3.4 Experimental Procedure	25
	3.5 Investigated Parameters	29

CHAPTER		PAGE
IV	IN-SITU REGENERATION OF TRICHLOROETHYLEN	₹.
	ADSORBED GRANULAR ACTIVATED CARBON USIN	G
	SODIUM DODECYL SULFATE	30
	4.1 Abstract	30
	4.2 Introduction	30
	4.3 Materials and Methods	33
	4.4 Results and Discussion	33
	4.5 Conclusions	37
	4.6 References	43
V	SURFACTANT-ENHANCED REGENERATION OF	
GRANULAR ACTIVATED CARBON USED IN		
	REMOVAL OF A VOLATILE ORGANIC COMPOUND	45
	5.1 Abstract	45
	5.2 Introduction	45
	5.3 Experimental Section	47
	5.4 Adsorption/Desorption Experiments	51
	5.5 Results and Discussion	51
	5.6 Conclusions	62
	5.7 Acknowledgements	62
	5.8 References	63
VI	SURFACTANT-ENHANCED CARBON REGENERATION	ON IN
•	VAPOR-PHASE APPLICATION	65
	6.1 Abstract	65
	6.2 Introduction	66
	6.3 Materials and Experimental Section	67
	6.4 Results and Discussion	70

\*\*

CHAPTER		PAGE
	6.5 Conclusions	75
	6.6 Acknowledgements	75
	6.7 References	76
VII	SURFACTANT-ENHANCED CARBON REGENERA	A
	VAPOR-PHASE APPLICATION	86
	7.1 Abstract	86
	7.2 Introduction	86
	7.3 Materials and Experimental Section	88
	7.4 Results and Discussion	90
	7.5 Conclusions	94
	7.6 Acknowledgements	95
	7.7 References	96
VIII	CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS	105
	CURRICULUM VITAE	106

## LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
	CHAPTER III	
3.1	Properties of BPL 4x10 GAC	21
3.2	Properties of XAD-4 resin	22
3.3	Properties of TCE	22
3.4	Properties of SDS	23
3.5	Investigated parameters	29
	CHAPTER IV	
4.1	Some relevant properties of TCE	34
4.2	Some relevant properties of SDS	34

## LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
	CHAPTER II	
2.1	Principle of SECR	12
2.2	Schematic diagram of the process strategy of SECR	12
	CHAPTER III	
3.1	Schematic diagram of adsorption and regeneration system	25
3.2	Set up of adsorption step	26
3.3	Set up of desorption step	27
3.4	Set up of flushing step	27
3.5	Set up of drying step	28
	CHAPTER IV	
4.1	Process strategy for surfactant-enhanced carbon regeneration	32
4.2	Shematic diagram of experimental	36
4.3	Breakthrough curves of fresh and non-flushed regenerated	39
	GAC at several bed heights	
4.4	Concentration of TCE in the SDS solution	40
4.5	Total TCE removal from GAC by SDS	40
4.6	SDS concentration in flushing water	41
4.7	Total SDS removal from GAC	41
4.8	Breakthrough curves of the regenerated GAC with and	42
	without water flushing as compared to that of fresh activated	
	carbon	

FIGURE		PAGE	
	CHAPTER V		
5.1	Process strategy for surfactant-enhanced carbon regeneration	47	
5.2	Schematic diagram of the experimental set up	49	
5.3	TCE removal by using 0.1 M SDS regenerant and regenerant	52	
	flowrate of 5 mL/min and 30°C		
5.4	Breakthrough curves of fresh and regenerated activated	54	
	carbons at 30°C and different bed heights		
5.5	Breakthrough curves of regenerated activated carbons with	55	
	and without water flushing at 30°C and a water flow rate of 5		
	mL/min as compared to fresh activated carbon		
5.6	TCE concentration in regenerant solution as a function of	56	
	regenerant flowrate		
5.7	TCE removal at different regenerant flowrates and 30°C	57	
5.8	TCE concentration in regenerant solution as a function of	58	
	regenerant concentration at 30°C		
5.9	TCE concentration in regenerant solution as a function of	58	
	regenerant concentration at 30°C		
5.10	SDS removal at different flushing water flowrates at 30°C	59	
5.11	SDS removal at different flushing water temperature	60	
5.12	Adsorption-desorption isotherms of SDS on/from activated	61	
	carbon		
	CHAPTER VI		
6.1	Surfactant-enhanced carbon regeneration for a vapor-phase	79	
	GAC application		
6.2	Schematic diagram of the experimental set up	79	
6.3	Breakthrough curves of fresh and regenerated carbon	80	

FIGURE		PAGE		
	CHAPTER VI			
6.4	TCE concentration in effluent regenerant solution with	80		
0.4	[SDS] of 0.1 M and a flow rate of 5 mL/min	60		
6.5		01		
6.5	Fractional TCE removal during regeneration with [SDS] of	81		
	0.1 M and a flow rate of 5 mL/min.	0.1		
6.6	TCE concentration in effluent regenerant solution with	81		
	[SDS] of 0.1 M at several flow rates			
6.7	Fractional TCE removal during regeneration with [SDS] of	82		
	0.1 M at several flow rates			
6.8	TCE concentration in effluent regenerant solution with	82		
	[SDS] of 0.1 and 0.2 M at a flow rate of 5 mL/min			
6.9	Fractional TCE removal during regeneration with [SDS] of	83		
	0.1 and 0.2 M at a flow rate of 5 mL/min Schematic diagram			
	of the experimental set up			
6.10	Fractional SDS removal during flush with water at several	83		
	flow rates			
6.11	Adsorption-desorption isotherms of SDS on/from GAC	84		
	(a) 30°C (b) 50°C (c) 70°C			
6.12	Fractional SDS removal during flush with water at 30°C and	85		
	50°C			
6.13	Thermograms from thermal gravimetric analysis of GAC (at	85		
	a heating rate of 5 °C/min)			
	,			
	CHAPTER VII			
7.1	Schematic diagram of the experimental apparatus.	99		
7.2 a	Breakthrough curves for TCE in air with fresh and	99		
	regenerated resin			

...

FIGUR	RE	PAGE
	CHAPTER VII	
7.2 b	Adsorption isotherms of TCE on resin	100
7.3	TCE concentration in effluent regenerant solution with	100
	[SDS] of 0.1 M and flow rate of 5 mL/min	
7.4	Fractional TCE removal during regeneration with [SDS] of	101
	0.1 M and a flow rate of 5 mL/min	
7.5	TCE concentration in effluent regenerant solution with	101
	[SDS] of 0.1 M at several flow rates	
7.6	Fractional TCE removal during regeneration with [SDS] of	102
	0.1 M at several flow rates	
7.7	Fractional TCE removal during regeneration with [SDS] of	102
	0.074, 0.1 and 0.2 M at a flow rate of 5 mL/min	
7.8	Fractional TCE removal during regeneration with [SDS] of	103
	0.074, 0.1 and 0.2 M at a flow rate of 5 mL/min	
7.9	Fractional SDS removal during flush with water at several	103
	flow rates	
7.10	Thermograms from thermal gravimetric analysis of resin (at	104
	heating rate of 5 °C/min)	