# EQUILIBRIUM PRECIPITATION OF BARIUM CHROMATE FROM AN AQUEOUS SOLUTION OF CONTAINING CATIONIC POLYELECTROLYTE

Ms. Sirirat Chaisin

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

1997

ISBN 974-636-042-6

Thesis Title : Equilibrium precipitation of barium chromate from

aqueous solution containing a cationic polyelectrolyte

By : Ms. Sirirat Chaisin

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)

Children Sainon

John Dramehom

(Asst. Prof. Chintana Saiwan)

( Assoc. Prof. Shooshat Barame)

Shooshat Bar

#### **ABSTRACT**

## 951014 : PETROCHEMICAL TECHNOLOGY PROGRAM

KEYWORD: PRECIPITATION / BARIUM CHROMATE / POLYELECTROLYTE

 ${\bf SIRIRAT\ CHAISIN: EQUILIBRIUM\ PRECIPITATION\ OF\ BARIUM}$ 

CHROMATE FROM AN AQUEOUS SOLUTION CONTAINING

A CATIONIC POLYELECTROLYTE

THESIS ADVISORS: PROF. JOHN F. SCAMEHORN AND

ASST. PROF. CHINTANA SAIWAN 35 pp. ISBN 974-636-042-6

In polyelectrolyte-enhanced ultrafiltration, anionic chromate (CrO<sub>4</sub><sup>2</sup>) can be removed from water by adding a water soluble cationic polyelectrolyte (QUAT) to which it binds, followed by ultrafiltration. The retentate or solution not passing through the membrane is highly concentrated in QUAT and chromate. In order to recover and reuse the QUAT, barium ions (Ba<sup>2+</sup>) are added to the retentate to form a precipitate; barium chromate leaves the QUAT dissolving in solution for reuse. The fraction of chromate precipitated depends on the relative competition between the precipitation and the QUAT binding processes. The purpose of this study is to determine the equilibrium fraction of chromate precipitated under equilibrium conditions for various Ba<sup>2+</sup>, CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, and QUAT initial concentrations. For example, at [QUAT] = 0.2 M and  $[CrO_4^{2-}] = 0.02$  M (reasonable actual conditions), when a stoichiometric amount of barium was used ([Ba<sup>2+</sup>] = 0.02 M), 90 % of the chromate is precipitated. When  $[Ba^{2+}] = 0.04 \text{ M}$ , 99 % is precipitated and when five times stoichiometric proportions are used, also 99 % of the chromate precipitates. This shows that the precipitation is an effective recovery technique.

# บทคัดย่อ

สิริรัตน์ ใชยสิน: การตกตะกอนแบเรียมโครเมท ที่สภาวะสมคุลจากสารละลายที่มีแคท-อืออนนิกพอลิอิเล็คโตรไลท์ (Equilibrium Precipitation of Barium Chromate from Aqueous Solution Containing a Cationic Polyelectrolyte): อาจารย์ที่ ปรึกษา: ศาสตราจารย์ จอห์น เอฟ สเคมีฮอร์น (Prof. John F. Scamehorm) และ ผู้ ช่วยศาสตราจารย์ ดร. จินตนา สายวรรณ์ 35 หน้า ISBN 974-636-042-6

ในกระบวนการพอลิอิเล็คโตร โลท์ช่วยเพิ่มการกรองแบบอุลตร้าฟิวเตรชั่น ทำการกำจัดโค รเมทแอนอิออนออกจากน้ำโดยการเติมแคทอิออนนิกพอลิอิเล็คโตร ไลท์ที่ละลายน้ำลงไปจับกับ โครเมทแอนอิออนตามด้วยการกรองแบบอุลตร้าฟิวเตรชั่น สารที่ถูกกักไว้ หรือสารละลายที่ไม่ ผ่านเมมเบรนเป็น QUAT และ โครเมทที่มีความเข้มข้นสูง เพื่อการนำ QUAT กลับคืนมาใช้ใหม่ จึง ได้เติมแบเรียมอิออนลงไปในสารละลายที่ถูกกักไว้เพื่อตกตะกอนแบเรียมโครเมท ซึ่ง QUAT ยัง คงละลายอยู่ในสารละลายเพื่อการนำกลับไปใช้ใหม่ ปริมาณของโครเมทที่ตกตะกอนขึ้นอยู่กับ การแข่งกันระหว่างกระบวนการตกตะกอนและกระบวนการจับโครเมทของ QUAT วัตถุประสงค์ ของการศึกษาเพื่อหาปริมาณสมคุลโครเมทที่ตกตะกอนภายใต้สภาวะสมคุลเมื่อทำการแปรค่า ความเข้มข้นเริ่มต้นของแบเรียมอิออน โครเมทอิออน และ QUAT ตัวอย่างเช่น ที่ความเข้มข้นของ QUAT 0.02 โมลาร์ และ โครเมท 0.02 โมลาร์ (สภาวะที่ควรเป็นตามความจริง) เมื่อใช้แบเรียม อิออนตามปริมาณสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมี (0.02 โมลาร์) ได้โครเมทตกตะกอน 99% และเมื่อใช้ ปริมาณสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมีของแบเรียมเป็น 5 เท่า ได้โครเมทตกตะกอน 99% เล่นกัน ซึ่ง แสดงให้เห็นว่าการตกตะกอนเป็นเทคนิคการนำ QUAT กลับคืนมาใช้ใหม่อย่างได้ผลดี

#### **ACKNOWLEDGMENTS**

Gratitude goes to Professor John F.Scamehorn of the University of Oklahoma (OU) for his suggestions and comments which had led to the completion of this work. In addition, Dr. Chintana Saiwan of the Petroleum and Petrochemical College (PPC) for her supervision, deep knowledge, and invaluable suggestions. I would like to express my thanks to Dr. Sherril D.Christian and Dr. Edwin E. Tucker (at Department of Chemistry, The University of Oklahoma) who gave valuable suggestions while I worked at the University of Oklahoma. I greatly appreciate all the faculty and staff at the Petroleum and Petrochemical College, including the University of Oklahoma. Also, I would like to thank all of my friends for their useful discussions. Unforgettable thanks I would like to say to my family for financial support, their caring and encouragement.

## TABLE OF CONTENTS

CHAPTER		
	Title Page	i
	Abstract	iii
	Acknowledgments	v
	Table of contents	vi
	List of Tables	viii
	List of Figures	ix
I	INTRODUCTION	1
II	HISTORICAL BACKGROUND	
	2.1 Polyelectrolyte - Enhanced Ultrafiltration	4
	2.2 Precipitation	
	2.2.1 Colloidal Phenomena	6
	2.2.2 Equilibria in Mixtures of Precipitate and Solution	on 7
Ш	EXPERIMENTAL SECTION	
	3.1 Materials	9
	3.2 Methods	10
IV	RESULTS AND DISCUSSION	
	4.1 Equilibration Time	11
	4.2 Equilibrium Precipitation	11

CHAPTER		PAGE
V	CONCLUSIONS	22
	REFERENCES	23
	APPENDICES	25
	CURRICULUM VITAE	35

### LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
2.1	Classification of disperse systems	6
3.1	Conditions for determining equilibration time	10
4.1	Percentage of chromate precipitated when the chromate	15
	concentrations were varied from 0.008 to 0.08 M and the	
	barium concentration was fixed at 0.08 M	
4.2	Percentage of chromate precipitated when the barium	17
	concentrations were varied from 0.002 to 0.2 M and the	
	QUAT concentration was fixed at 0.1 M	
4.3	Percentage of chromate precipitated when the QUAT	20
	concentrations were varied from 0.1 to 0.4 M and the	
	chromate concentration was fixed at 0.02 M	

### LIST OF FIGURES

# **FIGURE**

		PAGE
1.1	Schematic diagram of precipitation to separate CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	3
	from QUAT	
4.1	Precipitation equilibrium of barium chromate	12
4.2	Fraction of CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (%) in supernatant with initial [Ba <sup>2+</sup> ]	14
	= 0.08  M	
4.3	Fraction of CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (%) in supernatant with initial [QUAT]	16
	= 0.1 M	
4.4	Fraction of CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (%) in supernatant with initial [CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ]	19
	= 0.02 M	