

การทำให้ไอโซโทปฟอสฟอรัสออสโตรัสโดยการกลั่นแอสซีโอโทรปิกแบบไม่เป็นเนื้อเดียวกัน



นางสาวอัจฉรา ชุ่มแจ่ม

ศูนย์วิทยทรัพยากร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

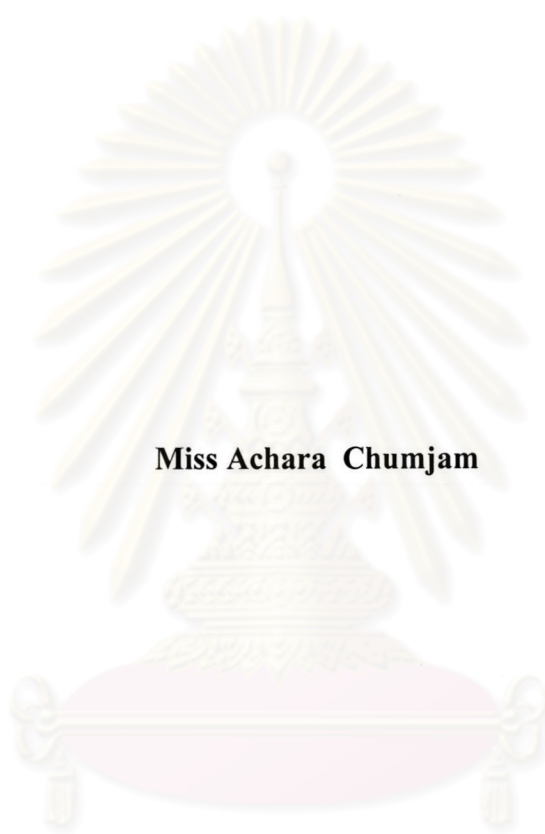
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2544

ISBN 974-03-0346-3

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

**PURIFICATION OF ISOPROPYL ALCOHOL BY HETEROGENEOUS
AZEOTROPIC DISTILLATION**



Miss Achara Chumjam

**ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย**
**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science
Program of Petrochemistry and Polymer Science**


**Faculty of Science
Chulalongkorn University**

Academic Year 2001

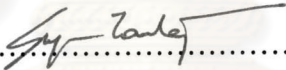
ISBN 974-03-0346-3

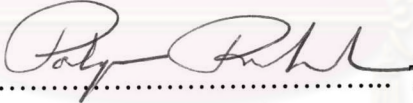
Thesis Title PURIFICATION OF ISOPROPYL ALCOHOL BY
 HETEROGENEOUS AZEOTROPIC DISTILLATION
By Miss Achara Chumjam
Field of study Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.
Thesis Co-advisor Mr. Ieum Ieumwananonthachai


Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial
Fulfillment of the Requirements for the Master' Degree

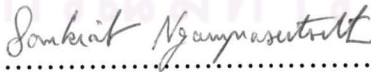
..... Dean of Faculty of Science
(Associate Professor Wanchai Phothiphichitr, Ph.D.)

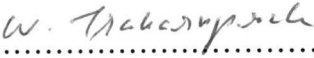
Thesis Committee

..... Chairman
(Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.)

..... Thesis Advisor
(Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)

..... Thesis Co-advisor
(Mr. Ieum Ieumwananonthachai, M.S.)

..... Member
(Assistant Professor Somkiat Ngamprasertsith, Ph.D.)

..... Member
(Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph.D.)

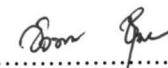


อัจฉรา ชุ่มแจ่ม : การทำให้ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์บริสุทธิ์โดยการกลั่นแอสีไอโทริกแบบ
ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (PURIFICATION OF ISOPROPYL ALCOHOL BY HETEROGENEOUS
AZEOTROPIC DISTILLATION) อ.ที่ปรึกษา : ศ.ดร.ภัทรพรหม ประศาสน์สารกิจ; อ.ที่
ปรึกษาร่วม : นายเอี่ยม เอี่ยมวานานทชัย; 62 หน้า ISBN 974-03-0346-3

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาระบบสามองค์ประกอบของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ - น้ำ - ไซโคล
เฮกเซน เพื่อนำมาปรับปรุงประสิทธิภาพในการกลั่น โดยใช้ไซโคลเฮกเซนทำหน้าที่เป็นเอนเทรนเนอร์
และหาภาวะที่เหมาะสมของการทำให้ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์เข้มข้นขึ้นโดยใช้การกลั่นแอสีไอโทริก
แบบไม่เป็นเนื้อเดียวกันในระดับอุตสาหกรรม

ส่วนแรก เป็นการศึกษาพฤติกรรมระบบสามองค์ประกอบของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ - น้ำ
- ไซโคลเฮกเซน ที่ความเข้มข้นต่างๆ กัน เพื่อหาเส้นโค้งการละลายและจุดพลตที่อุณหภูมิ 26°ซ และ
30°ซ โดยพบว่าที่อุณหภูมิ 26°ซ จุดพลตมีองค์ประกอบของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ 27.08 เปอร์เซ็นต์
ไซโคลเฮกเซน 47.04 เปอร์เซ็นต์ และน้ำ 25.88 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก และที่อุณหภูมิ 30°ซ จุดพลตมี
องค์ประกอบของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ 25.58 เปอร์เซ็นต์ ไซโคลเฮกเซน 46.72 เปอร์เซ็นต์ และน้ำ
25.70 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก

ส่วนที่สอง เป็นการหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการกลั่นแอสีไอโทริกแบบไม่เป็นเนื้อเดียวกัน
ในระดับอุตสาหกรรม โดยการปรับอัตราการป้อนและอัตราส่วนรีฟลักซ์ ภาวะที่เหมาะสมสำหรับการ
กลั่นคืออัตราการป้อนของสารป้อน 11.0 ลิตรต่อนาทีและอัตราส่วนรีฟลักซ์ 98 เปอร์เซ็นต์ และมีความ
บริสุทธิ์ของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ที่กลั่นได้เป็น 99.955 เปอร์เซ็นต์ ที่ภาวะนี้มีการสูญเสียปริมาณของ
ไซโคลเฮกเซนน้อยที่สุด สำหรับองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ยอดหอซึ่งคำนวณได้โดยใช้วิธีแมททีเรียล
บาลานซ์ พบว่ามีองค์ประกอบของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ 12.13 เปอร์เซ็นต์ ไซโคลเฮกเซน 84.16
เปอร์เซ็นต์ และน้ำ 3.71 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก

หลักสูตร
สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์.....
ปีการศึกษา 2544.....

ลายมือชื่อนิสิต 
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา 
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม 

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4273415123 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORD : AZEOTROPIC DISTILLATION / ISOPROPYL ALCOHOL / CYCLOHEXANE

ACHARA CHUMJAM : PURIFICATION OF ISOPROPYL ALCOHOL BY

HETEROGENEOUS AZEOTROPIC DISTILLATION. THESIS ADVISOR : PROF.

PATTARAPAN PRASASSARAKICH, Ph.D., THESIS CO-ADVISOR : MR.IEUM

IEUMWANANONTHACHAI. 62 pp. ISBN 974-03-0346-3

The ternary liquid system of isopropyl alcohol – water – cyclohexane was studied. For improving the efficiency of distillation process by using CHX as an entrainer, the suitable operating conditions of heterogeneous azeotropic distillation for dehydration of isopropyl alcohol in industrial scale were found.

The first part was the study of the phase behavior of ternary liquid system for isopropyl alcohol – water – cyclohexane at different concentrations. The solubility curve and plait point compositions at temperatures of 26°C and 30°C were determined. At the plait point of 26°C, the compositions are 27.08% isopropyl alcohol, 47.04% cyclohexane and 25.88% water by weight. At the plait point of 30°C, the compositions are 27.58% isopropyl alcohol, 46.72% cyclohexane and 25.70% water by weight.

The second part was the finding of the suitable operating conditions of industrial scale heterogeneous azeotropic distillation by varying the feed rate and reflux rate. The suitable feed rate and percent reflux rate are 11.0 L/min and 98 percent, respectively and the purity of isopropyl alcohol is 99.955%. At this condition, cyclohexane loss is lowest. The top product compositions were calculated by material balance method. The top product compositions are 12.13% isopropyl alcohol, 84.16% cyclohexane and 3.71% water by weight.

Program of

Student's signature

Field of study Petrochemistry and Polymer Science

Advisor's signature

Academic year2001.....

Co-advisor's signature

Achara Chumjam
Prof. Pattarapan Prasassarakich
Mr. Ieumwananonthachai

ACKNOWLEDEMENT

The author would like to express her sincere appreciation to her advisor, Professor Dr. Pattarapan Prasassarakich, and her co-advisor, Mr. Ieum Ieumwananonthachai, for their invaluable guidance, supervision and helpful suggestion throughout of this research. In addition, the author is also grateful to the members of the thesis committee for their comments and suggestions.

The author also thanks Nitro Chemical Industry Co.,Ltd. for distillation tower supply as well as Reagent Chemical Industry Co.,Ltd. for analytical instruments supply.

Thanks go towards her friends and everyone whose names are not mentioned here for their suggestions, assistance and advice concerning the experimental techniques.

Last, the author would like to express her heartfelt gratefulness and appreciation to her family for their kind moral support love, understanding, inspiration and endless encouragement during the period of this study.



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS

	PAGE
ABSTRACT (IN THAI)	iv
ABSTRACT (IN ENGLISH)	v
ACKNOWLEDGEMENT	vi
CONTENTS	vii
LIST OF TABLES	ix
LIST OF FIGURES	xi
ABBREVIATIONS	xiii
SYMBOLS	xiv
CHAPTER 1 : INTRODUCTION	1
1.1 Introduction	1
1.2 Objectives	2
1.3 Scope of Works	2
CHAPTER 2 : THEORY AND LITERATURE REVIEWS	3
2.1 Process for Dehydration of Alcohol	3
2.2 Properties of IPA and CHX	4
2.3 Azeotropic Mixture	4
2.4 The Methods for Separating Azeotropic Mixtures	7
2.5 Heterogeneous Azeotropic Distillation	7
2.6 Selection of an Entrainer	8
2.7 Production Process of Nitrocellulose	9
2.8 Literature Reviews	10
CHAPTER 3 : EXPERIMENTAL	14
3.1 Materials	14
3.2 Apparatus and Instruments	14
3.2.1 Gas Chromatography	14
3.3 Study of the Phase Behavior of Ternary Liquid System for IPA – Water – CHX	15
3.3.1 Determination of the Solubility Curve	15
3.3.2 Determination of Plait Point Compositions	16

CONTENTS (continued)

	PAGE
3.4 Study of Operating Condition by Heterogeneous Azeotropic Distillation	17
3.4.1 Experiment by Varying Feed Rate	18
3.4.2 Experiment by Varying Reflux Rate	18
3.4.3 Experiment for Determination of Optimum Feed Rate and Reflux Rate	18
3.5 Determination of Vapor Compositions by Material Balance	19
CHAPTER 4 : RESULTS AND DISCUSSION	20
4.1 The Phase Behavior of Ternary Liquid System for IPA – Water – CHX	20
4.1.1 Solubility Curve and Plait Point Compositions at 26 °C ...	20
4.1.2 Solubility Curve and Plait Point Compositions at 30 °C ...	22
4.2 Operating Condition of Heterogeneous Azeotropic Distillation	24
4.2.1 Effect of Feed Rate	24
4.2.2 Effect of Reflux Rate	35
4.3 The Optimum Feed Rate and Reflux Rate	41
4.4 Material Balance	47
4.5 The Actual Cyclohexane Consumptions	48
CHAPTER 5 : CONCLUSION AND SUGGESTION	49
5.1 Conclusion	49
5.2 Suggestion for Future Work	50
REFERENCES	51
APPENDICES	53
APPENDIX A	54
APPENDIX B	55
APPENDIX C	57
APPENDIX D	58
APPENDIX E	59
APPENDIX F	60
VITA	62

LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
2.1 The properties of IPA and CHX	4
2.2 Ternary azeotropic mixtures	6
3.1 Mixing volume of water and CHX	16
3.2 Mixing volume of CHX, water and IPA	17
4.1 Feed compositions at 26°C	21
4.2 The compositions of raffinate phase (lower layer) and extract phase (upper layer) at 26 °C	21
4.3 Feed compositions at 30°C	23
4.4 The compositions of raffinate phase (lower layer) and extract phase (upper layer) at 30 °C	23
4.5a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 8.0 L/min. ...	26
4.5b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 8.0 L/min	26
4.6a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 9.0 L/min. ...	27
4.6b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 9.0 L/min	27
4.7a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 10.5 L/min. ..	28
4.7b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 10.5 L/min	28
4.8a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 11.0 L/min. ..	29
4.8b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 11.0 L/min	29
4.9a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 12.0 L/min. ..	30
4.9b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 12.0 L/min	30
4.10a The average compositions of feed rate of and product (IPA) at feed rate of 8.0, 9.0, 10.5, 11.0 and 12.0 L/min	31
4.10b The average compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 8.0, 9.0, 10.5, 11.0 and 12.0 L/min	31

LIST OF TABLES (Continued)

TABLE	PAGE
4.11a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 9.5 L/min.	36
4.11b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 9.5 L/min	36
4.12a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 10.5 L/min. ..	37
4.12b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 10.5 L/min	37
4.13a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 11.0 L/min. ...	38
4.13b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 11.0 L/min.	38
4.14a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 9.5 L/min.	42
4.14b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 9.5 L/min	42
4.15a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 11.0 L/min. ...	43
4.15b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 11.0 L/min.	43
4.16a The compositions of feed and product (IPA) at feed rate of 12.5 L/min. ...	44
4.16b The compositions of CHX phase and water phase at feed rate of 12.5 L/min.	44
4.17 The vapor compositions at the top of distillation column	47
4.18 Actual CHX consumptions under normal operations	48
C-1 The temperature around column which operated at feed rate of 8.0, 9.0, 10.5, 11.0 and 12.0 L/min.	56
D-1 The temperature around column which operated at feed rate of 9.5, 10.5, 11.0 L/min and varied reflux valve in range 94 – 99%	57
E-1 The temperature around column which operated at feed rate of 9.5, 11.0, 12.5 L/min and reflux valve was 98%	58

LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
2.1 Typical configuration for dehydration of alcohol	3
2.2 Maximum boiling point azeotrope, acetone – chloroform system	5
2.3 Minimum boiling point azeotrope, isopropyl ether – isopropyl alcohol	5
2.4 The process for manufacture of nitrocellulose	10
3.1 Azeotropic distillation process for separating IPA from water by using cyclohexane as the entrainer	17
4.1 Ternary phase diagram of IPA-water-CHX, in weight percent, at 26°C which shown the plait point compositions	22
4.2 Ternary phase diagram of IPA-water-CHX, in weight percent, at 30°C which shown the plait point compositions	24
4.3 Effect of feed rate on percentage of IPA in product at 8.0, 9.0, 10.5, 11.0 and 12.5 L/min	32
4.4 Effect of feed rate on percentage of CHX in product at 8.0, 9.0, 10.5, 11.0 and 12.5 L/min	32
4.5 Effect of feed rate on percentage of water in product at 8.0, 9.0, 10.5, 11.0 and 12.5 L/min	33
4.6 Effect of feed rate on percentage of CHX in water phase at 8.0, 9.0, 10.5, 11.0 and 12.5 L/min	33
4.7 Effect of feed rate on percentage of CHX in CHX phase at 8.0, 9.0, 10.5, 11.0 and 12.5 L/min	34
4.8 Relationship between feed rate and percent reflux valve	34
4.9 Effect of percent reflux valve on percent IPA in product at feed rate of 9.5, 10.5 and 11.0 L/min.	39
4.10 Effect of percent reflux valve on percent CHX in product at feed rate of 9.5, 10.5 and 11.0 L/min.	39
4.11 Effect of percent reflux valve on percent CHX in water phase at feed rate of 9.5, 10.5 and 11.0 L/min	40
4.12 Effect of percent reflux valve on percent CHX in feed at feed rate of 9.5, 10.5 and 11.0 L/min	40

LIST OF FIGURES (continued)

FIGURE	PAGE
4.13 Percentage of IPA in product at feed rate of 9.5, 11.0 and 12.0 L/min	45
4.14 Percentage of CHX in product at feed rate of 9.5, 11.0 and 12.0 L/min ...	45
4.15 Percentage of CHX in water phase at feed rate of 9.5, 11.0 and 12.0 L/min	46
4.16 Percentage of CHX in feed at feed rate of 9.5, 11.0 and 12.0 L/min	46
A-1 GC Chromatogram of upper layer liquid	53
A-2 GC Chromatogram of lower layer liquid	53
B-1 GC Chromatogram of feed	54
B-2 GC Chromatogram of product	54
B-3 GC Chromatogram of CHX phase	55
B-4 GC Chromatogram of water phase	55



 ศูนย์วิจัยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ABBREVIATIONS

Avg.	:	Average
CHX	:	Cyclohexane
FID	:	Flame Ionization Detector
GC	:	Gas Chromatography
hr.	:	hour
ID	:	Inside Diameter
IPA	:	Isopropyl Alcohol
KF	:	Karl Fisher
L	:	liter
m	:	meter
mg	:	milligram
min.	:	minute
ml	:	milliliter
mm.	:	millimeter
No.	:	number
pp.	:	page
psi	:	pounds force per square inch
vol.	:	volume

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYMBOLS

$^{\circ}\text{C}$:	Degree Celcius
μl	:	Microliter
T_1	:	Temperature of vapor phase
T_2	:	Temperature of top column
T_3	:	Temperature of middle column
T_4	:	Temperature of bottom column
B	:	Bottom product flow rate
F	:	Feed flow rate
R	:	Reflux flow rate
V	:	Vapor flow rate
X_B	:	Mass ratio of components in product
X_F	:	Mass ratio of components in feed
X_R	:	Mass ratio of components in reflux
X_V	:	Mass ratio of components in vapor
X_C	:	Mass ratio of CHX
X_I	:	Mass ratio of IPA
X_W	:	Mass ratio of water

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย