



Merseburg

April 1943
Ht.

Wissenschaftliche Zeitschrift 1943

Referat Merseburg Nr. 11

(Dr. Geiseler, Hauptlaboratorium)

Abtrennung von Alkoholen aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen

In Anlehnung an die Arbeiten von H.P. Kaufmann über die Isolierung von Fettsäuren durch Adsorption an Kieselgel wurden Versuche begonnen, Alkohole aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen, wie sie bei der Synthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff anfallen, in entsprechender Weise abzutrennen. Da sich die Benetzungswärmen der Alkohole und Kohlenwasserstoffe wesentlich voneinander unterscheiden, erschien eine Abtrennung nach dieser Methode recht erfolgversprechend.

Substanz	Benetzungswärme cal/g Gel
Methanol	15,0
Ethanol	14,8
n-Butanol	13,0
n-Oktanol	12,0
n-Decylalkohol	12,7
n-Hexan	5,3
n-Heptan	6,1
Wasser	16,1

Prinzip der Isolierung

Das zu trennende Gemisch wird mit aktivem Gel (gut getrocknet) innig in Berührung gebracht und das so beladene Gel mit einem leicht siedenden Kohlenwasserstoff (Petroläther, Benzin, Ligroin, Benzol usw.) gewaschen (Waschflüssigkeit); bei dieser Manipulation gehen die Kohlenwasserstoffe des Gemisches, die fast ausschließlich sorptiv vom Gel gebunden werden, hinaus. An der Geloberfläche befinden sich dann nur noch Alkohole, die durch stark polare Flüssigkeiten, d.h. durch solche Körper abgelöst und verdrängt werden, die ebenfalls bevorzugt am Gel haften bleiben. Als solche eignen sich besonders die niedrig siedenden Alkohole, sowie Ketone und Äther. z.B. Methanol, Ethanol, Aceton und Diäthyläther usw. Sind die Alkohole abgelöst, wird das Gel der Regeneration unterworfen.

Beladbarkeit des Gels

Legt man den Versuchen ein weitporiges Gel (Gel B) der Korngröße 1 - 2 mm zu Grunde und benutzt man ein Alkohol-Kohlenwasserstoff-Gemisch einer Fraktion von etwa 170 - 180°, so erreicht man eine maximale Beladbarkeit von 15 g Alkohol/100 g Gel.

Aktivität des Gels

Die Adsorption des Gels für Alkohole umfaßt den gesamten praktisch verwendbaren Bereich von C₁ bis C₂₀ und höher und nimmt mit der Kettenlänge etwas zu und zwar so, daß man schon von einer selektiven Adsorption sprechen kann.

Temperaturen für die Durchführung der Beladung

Die Adsorption muß möglichst bei Zimmertemperatur, besser bei noch tieferer Temperatur durchgeführt werden. Abweichungen oberhalb bzw. unterhalb der

Normaltemperaturen beeinflussen die Beladbarkeit nicht sonderlich. Oberhalb 50° aber nimmt sie deutlich ab.

Verdrängung der Alkohole vom Gel

Die Verdrängung der Alkohole vom Gel verläuft am besten unmittelbar nach der Adsorption, es gelingt nämlich nicht, die Alkohole, die längere Zeit nach der Adsorption an der Geloberfläche verweilen (beispielsweise 1 - 2 Tage) vollständig zu isolieren, allen Anschein nach beginnt der Alkohol durch Diffusion in die Kapillaren einzudringen, auf dem er nicht mehr so ohne weiteres durch Extraktion zu entfernen ist. Durch ~~Verdrängen~~ Gels gewinnt man jedoch den gesamten Alkohol zurück.

Regeneration des Gels

Die rationellste Trocknung des benutzten Gels führt man am besten so aus, daß man das Gel bei etwa 150° mit heißen Gasen behandelt (Stickstoff, Kohlendioxyd). Bei einer Gasbelastung von 1 : 1000 benötigt man nicht mehr als 2 Stunden. So regeneriertes Gel kann alsdann wieder eingesetzt werden. Sorgt man dafür, daß die Produkte, aus denen die Alkohole isoliert werden sollen, frei von mechanischen Verunreinigungen und verharrenden Komponenten sind, so kann man ein und dasselbe Gel unbeschränkt oft benutzen. Nach 50 und mehr Einzelversuchen zeigte eine Gelprobe noch kein sichtbares Nachlassen in seiner Beladbarkeit.

Viskosität und Beladbarkeit

Die Benetzung- bzw. Adsorptionsgeschwindigkeit nimmt ab mit steigender Viskosität des einzusetzenden Gemisches. Sind die Produkte zu hochviskos, so kann man sie gelöst in geeignet niedrigsiedenden Kohlenwasserstoffen einsetzen, ohne zu befürchten, daß die Beladbarkeit absinkt. Sie ist nämlich innerhalb normaler Grenzen weitgehend unabhängig von der Konzentration der Alkohole im Gemisch bzw. Lösungsmittel.

Korngröße des Gels

Da die Adsorption im wesentlichen ein Oberflächeneffekt ist, hängt die maximale Beladbarkeit von der Korngröße ab. Sie nimmt zu mit fallender Korngröße und erreicht bei 0,5 - 1 mm ihr Optimum. Noch kleinere Korngrößen sind weniger gut geeignet, weil sie der Flüssigkeit zu großen Widerstand entgegensetzen und dazu neigen, Nester zu bilden.

Zu den vorstehend beschriebenen Trennverfahren für Gemische aus Alkoholen und Kohlenwasserstoffen sind bisher folgende Anmeldungen eingereicht: O.Z. 13 570 (I. 72 811 IVD/120) vom Ammoniaklaboratorium Oppau, O.Z. 13 783 (I. 73 572 IVD/120) und O.Z. 13 831 (I. 73 795 IVD/120) als Zusatzanmeldungen hierzu. Die beiden letzten stammen aus dem Hauptlaboratorium Leuna. Beim Prüfungsverfahren ist mit einer Entgegenhaltung, insbesondere der chromatographischen Adsorptionsmethoden zu rechnen.

H

frei